

Principes généraux d'échantillonnage des cokes

J. FEDERWISCH,

Directeur à la Société de Recherche
Opérationnelle et d'Economie Appliquée
SORCA S.A.

Président de la Sous-Commission « Echantillonnage »
à l'Institut Belge de Normalisation

RESUME

Une théorie générale de l'échantillonnage des matériaux pondéreux démontre que le poids de l'échantillon à prélever est

- directement proportionnel au diamètre des plus gros grains
- inversement proportionnel à la précision souhaitée du résultat.

Le coefficient de proportionnalité — ou constante d'échantillonnage — dépend de la nature du matériau, de la propriété à mettre en évidence.

En ce qui concerne les cokes, les différentes manipulations normalement effectuées peuvent être classées en deux catégories :

- échantillonnage en vue de la détermination de caractéristiques physico-mécaniques
- échantillonnage en vue de la détermination de caractéristiques physico-chimiques.

Dans chaque cas sont calculées les valeurs que prend la constante d'échantillonnage; des graphiques ou abaques en permettent la détermination aisée.

La théorie proposée et les valeurs calculées ont fait l'objet de nombreuses vérifications expérimentales; un exemple en est donné en fin d'étude.

La théorie générale ainsi démontrée peut servir de base à l'établissement de règles d'échantillonnage normalisées : les principes directeurs en sont mis en évidence.

ZUSAMMENFASSUNG

Aus einer allgemeinen theoretischen Betrachtung über Probenahme von grobstückigen Schüttgütern ergibt sich, dass das Gewicht der zu entnehmenden Probe dem Durchmesser der grössten Stücke direkt propor-

SAMENVATTING

Een algemene theorie over het nemen van monsters bij zware materialen maakt duidelijk dat het gewicht van het te nemen monster

- recht evenredig is met de grootste korreldoormeter;
- omgekeerd evenredig is met de nauwkeurigheid die voor het resultaat wordt gewenst.

De evenredigheidscoëfficiënt — of monsterconstante — hangt af van de aard van het materiaal, van de eigenschap die moet onderzocht worden.

Bij kooks kunnen de behandelingen die normaal moeten uitgevoerd worden in twee categorieën verdeeld worden :

- monsterneming voor het bepalen van fysico-mechanische eigenschappen;
- monsterneming voor het bepalen van fysico-chemische eigenschappen.

Voor elk geval wordt de waarde uitgerekend die de monsterconstante aanneemt; zij kan gemakkelijk bepaald worden met behulp van grafieken of nomogrammen.

De hier ontwikkelde theorie en de berekende waarden werden bij talrijke experimenten in de praktijk geverifieerd; op het einde van deze studie wordt daarvan een voorbeeld gegeven.

De algemene theorie die op deze wijze uiteengezet wordt kan tot basis dienen voor het opstellen van genormaliseerde regels voor het monsternemen; de hoofd-trekken hiervan worden verduidelijkt.

SUMMARY

A general theory for the sampling of weighty materials shows that the weight of the sample to be taken is — directly proportional to the diameter of the largest pieces;

tional und der verlangten Analysengenauigkeit umgekehrt proportional ist. Der Proportionalitätskoeffizient — oder die Probenabmekonstante — hängt von der Art des zu probenden Gutes und den nachzuweisenden Eigenschaften ab.

Die zur Beurteilung normalerweise durchgeführten Prüfungen lassen sich in zwei Gruppen einteilen: Probenahme zur Bestimmung der physikalisch-mechanischen oder aber der physikalisch-chemischen Eigenschaften. In der Arbeit werden für sämtliche Fälle Probenabmefkoeffizienten berechnet. Graphische Darstellungen und Nomogramme ermöglichen eine einfache Bestimmung.

Die entwickelte Theorie und die errechneten Werte sind in zahlreichen Versuchen überprüft worden. Ein Beispiel hierfür wird am Schluss der Arbeit aufgeführt. Die damit als allgemeingültig erwiesene Theorie kann als Grundlage für die Aufstellung von Probenabmefnormen dienen. Die hierbei zu beachtenden Grundregeln werden erläutert.

— inversely proportional to the desired accuracy of the result.

The coefficient of proportionality — sampling factor — depends on the nature of the material and the property to be revealed.

With regard to cokes, the various manipulations usually carried out may be classified into two categories:

- sampling for the purpose of determining the physico-mechanical characteristics;
- sampling for the purpose of determining the physico-chemical characteristics.

In each case, the values of the sampling factor are calculated: graphs or charts make this process easy.

The theory proposed and the values calculated have been the subject of a great many experimental verifications; an example is given at the end of the report.

The general theory thus set forth may serve as a basis for drawing up rules of standard sampling: the guiding principles are explained.

SOMMAIRE

1. Généralités.
2. Paramètres d'échantillonnage.
3. Constantes d'échantillonnage.
4. Poids de l'échantillon à prélever.
5. Vérification expérimentale de la précision de l'échantillonnage.
6. Conclusions.

1. GENERALITES

11. Types d'échantillonnage

L'échantillonnage du coke revêt divers aspects. Les différentes déterminations normalement effectuées peuvent être classées, au point de vue des manipulations qu'elles nécessitent, en deux catégories distinctes :

- 1) *L'échantillonnage sans réduction granulométrique* qui, au cours des manipulations, conduit à l'expression de valeurs réelles ou conventionnelles de caractéristiques physico-mécaniques (granulométrie, résistance mécanique, densité, ...).
- 2) *L'échantillonnage avec réductions granulométriques* qui, au cours des manipulations, conduit à l'expression de valeurs réelles ou conventionnelles de caractéristiques physico-chimiques (teneur en cendres, humidité, teneur en soufre, en matières volatiles, etc.).

téristiques physico-chimiques (teneur en cendres, humidité, teneur en soufre, en matières volatiles, etc.).

Cette classification se caractérise par un ordre de grandeur différent de la variance d'analyse : alors qu'elle est relativement faible dans le premier cas, elle est relativement élevée dans le second [3.4] ⁽¹⁾.

Nous étudierons l'échantillonnage le mieux approprié pour répondre aux exigences de ces analyses.

12. Echantillonnage sans réduction granulométrique

D'une façon générale, il faut remarquer que la détermination de la résistance mécanique des cokes se base sur l'analyse de certaines fractions granulométriques d'un lot.

D'autre part, la densité apparente d'un coke est fonction du poids de matière qu'il est possible d'introduire dans un volume donné; ce poids est d'autant plus grand que les grains élémentaires « s'imbriquent » le mieux l'un dans l'autre.

On en conclut donc que l'erreur totale sur ces résultats dépend, en grande partie, de la précision de l'analyse granulométrique du lot.

En conséquence, nous nous limiterons à l'étude de la précision de la détermination de la composition granulométrique des cokes.

(1) Voir bibliographie *in fine*.

13. Echantillonnage avec réduction granulométrique

Il est internationalement admis que la précision d'une analyse physico-chimique d'un coke est la plus faible dans le cas de la détermination du taux de cendres : la variance est dans ce cas plus élevée que pour toute autre détermination [2.3].

D'autre part, une caractéristique importante est l'humidité totale d'un coke : elle est en majeure partie conditionnée par l'humidité intrinsèque du produit, auquel s'ajoutera une humidité superficielle, fonction de la surface apparente des grains, donc de la granulométrie, qui revêt un caractère aléatoire.

En conséquence, nous étudierons le prélèvement d'échantillons pour la détermination

- de la teneur en cendres
- de l'humidité intrinsèque.

14. Poids de l'échantillon à prélever

Pierre GY a mis en évidence [1.1] et nous avons développé [3.2], [3.3], [3.5] la loi générale d'échantillonnage des matériaux pondéreux. Il en résulte la relation fondamentale

$$P = C \frac{d^3}{\theta^2}$$

dans laquelle

- P est le poids de l'échantillon à prélever
- d est pratiquement la dimension linéaire de la maille de tamis retenant 10 % environ du lot
- 2 θ est la tolérance relative fixée a priori
- C est la constante d'échantillonnage dont la valeur dépend, entre autres, de la nature de l'analyse à effectuer ou de la propriété à mettre en évidence.

Cette relation n'est absolument valable que

- si le lot est parfaitement homogène;
- si le prélèvement de l'échantillon est impartial.

De plus, elle suppose implicitement que la répartition statistique du paramètre représentatif de la propriété que l'on étudie corresponde à la loi normale.

Lorsque l'une ou/et l'autre de ces hypothèses de travail ne sont pas vérifiées, des mises au point théoriques et expérimentales doivent compléter la loi générale élémentaire.

Ces études ont été poursuivies d'une façon détaillée dans le cas particulier des charbons [3.1], [3.3], [3.5]. Nous allons en préciser le sens dans le cas du coke, constatant qu'en fait il importe uniquement de déterminer les valeurs de la constante d'échantillonnage.

2. PARAMETRES D'ECHANTILLONNAGE

21. Introduction

Rappelons que dans le cas d'essais destructifs de matériaux pondéreux (détermination de teneurs), la

constante d'échantillonnage est en fait obtenue par le produit de

- f paramètre de forme
- g paramètre granulométrique
- l paramètre de libération
- m paramètre minéralogique.

On a donc

$$C = f g l m$$

22. Paramètre de forme

Nous avons déterminé expérimentalement les valeurs prises par le paramètre de forme pour les coques, par application de la relation

$$f_i = \frac{p_i}{d_i^3 \delta}$$

- p_i représentant le poids du grain
- d_i représentant la dimension de la maille la plus fine laissant passer le grain
- δ représentant la densité du grain.

Les résultats (fig. 1) montrent que la valeur moyenne de ce paramètre résultant de l'examen de 402 grains est

$$\begin{aligned} f &= 0,975 \\ \sigma^2 &= 81,70 \cdot 10^{-4} \\ \sigma &= 9,03 \cdot 10^{-2} \end{aligned}$$

$$\frac{\sigma}{f_{\text{moyen}}} = 0,0926$$

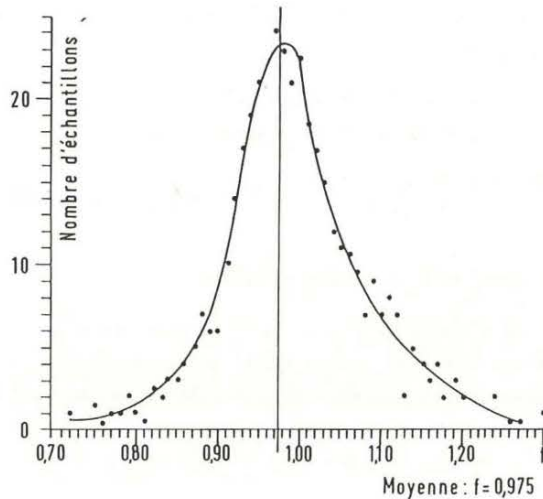


Fig. 1.

Etude du paramètre de forme f. Diagramme de dispersion (granulométrie 1/150 mm).

Nous constatons donc que les grains de coke se rapprochent de la forme cubique, pour laquelle le paramètre de forme prend la valeur unitaire.

Afin de simplifier les calculs ultérieurs, nous choisirons une valeur simple

$$f = 1$$

23. Paramètre granulométrique

L'étude de l'échantillonnage des charbons a conduit au choix, pour le paramètre granulométrique, des valeurs moyennes suivantes [3.5].

non classé	$g = 0,25$
classé supérieurement	$g = 0,30$
classé inférieurement	$g = 0,35$
classé supérieurement et inférieurement	$g = 0,65$

Des essais sur les coques ont donné les résultats suivants :

non classé	$g = 0,1883 ; 0,2608$
classé supérieurement	$g = 0,2841 ; 0,3097$
classé inférieurement	$g = 0,2944 ; 0,3809$
classé supérieurement et inférieurement	$g = 0,4575 ; 0,7316$

Nous remarquons que ces valeurs sont intermédiaires aux intervalles de confiance déterminés pour les charbons et les minerais [1.1]; en conséquence, nous admettrons pour les coques les mêmes valeurs moyennes que celles admises pour les charbons.

24. Paramètre d'hétérogénéité

241. Généralités.

Dans le cadre de l'étude générale, on est conduit à concevoir la composition du paramètre d'hétérogénéité par le produit :

- du paramètre de libération l ,
- du paramètre minéralogique m .

Or, il faut attribuer à ceux-ci des valeurs particulières suivant l'analyse que l'on entreprend.

242. Analyse des teneurs en cendres.

Si nous nous référons aux données théoriques et expérimentales de GY [1.1], [1.3], nous pouvons considérer que les lots de coke sont, du point de vue des teneurs, sinon homogènes, du moins « moyennement hétérogènes »; dès lors, nous admettrons la valeur unique

$$l = 0,2$$

La détermination du paramètre minéralogique nécessite théoriquement la connaissance de la loi de variation de la densité du coke en fonction de la teneur en cendres. Des simplifications peuvent toutefois être apportées en pratique.

Rappelons que le paramètre minéralogique peut s'exprimer par la relation

$$m = \frac{1 - a}{a} \frac{\delta_m \delta_M}{\delta}$$

dans laquelle

- a est la teneur en cendres, exprimée en valeur absolue
- δ_m est la densité du minéral pur (dans le cas présent, un coke exempt de cendres)
- δ_M est la densité du minéral de gangue (dans le cas présent, du schiste pur)
- δ est la densité du minéral (dans le cas présent, le coke).

On a, de plus,

$$\delta = \frac{\delta_m \delta_M}{(1 - a) \delta_M + a \delta_m}$$

Dès lors, dans le cas présent

$$m_c = \frac{1 - a}{a} [2,2 (1 - a) + a \delta_m]$$

On remarquera que

- la teneur en cendres des coques oscille entre 18 et 15 %
- la densité en vrac d'un coke exempt de cendres

$$\delta_m = \frac{2,2 \delta (1 - a)}{2,2 - a}$$

est très proche de la densité d'un coke cendreux, dans les limites normales des normes de fabrication, soit approximativement 0,5

- le produit $a \delta_m$ représente dès lors une variable dont la valeur maximum peut être estimée à 0,08.

En conséquence, une approximation majorante de m_c peut se déduire de la relation

$$m_c = \frac{1 - a}{a} [2,28 - 2,2 a]$$

qui est mise en graphique à la figure 2.

243. Détermination de l'humidité intrinsèque.

Le paramètre de libération prend, comme pour les charbons, la valeur unique caractéristique de la parfaite hétérogénéité

$$l = 1$$

La relation définissant le paramètre minéralogique est déduite de la relation présentée au § 242 : le lot peut en effet être schématiquement constitué

- de grains de coke sec : humidité $H = 0$
densité $\delta_m = \delta$
- de gouttes d'eau : humidité $H = 1$
densité $\delta_m = 1$

On en déduit :

$$m_H = \left(\frac{1}{H} - 1 \right) [H (\delta - 1) + 1]$$

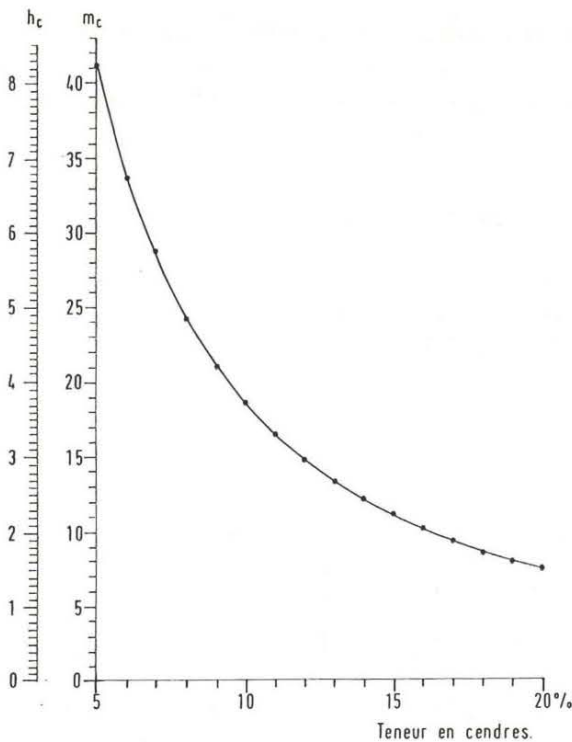


Fig. 2.

Etude des paramètres minéralogique et d'hétérogénéité. Détermination des teneurs en cendres des cokes.

δ étant la densité moyenne du lot, se calcule d'après la densité δ_0 des matières sèches

$$\delta = \frac{\delta_0}{(\delta_0 - 1) H + 1}$$

Or, δ_0 est fonction de la teneur en cendres du coke

$$\delta_0 = \frac{\delta_m \times 2,2}{2,2 (1 - a) + a \delta_m}$$

soit, en première approximation

$$\delta_0 = \frac{1,1}{2,2 - 1,7 a}$$

d'où

$$\delta = \frac{1,1}{2,2 - 1,1 H - 1,7 a + 1,7 a H}$$

Le terme $a H$ peut être négligé dans les conditions pratiques de fabrication des cokes.

Dès lors, nous retiendrons la valeur

$$\delta = \frac{1}{2,2 - H - 1,545 a}$$

Le paramètre minéralogique m_H devient donc

$$m_H = \frac{1 - H}{H} \left(\frac{2,2 - 1,545 a}{2,2 - 1,545 a - H} \right)$$

Le tableau annexé à la figure 3 montre que les variations de m_H en fonction de la teneur en cendres, dans les limites de variations normales, sont très faibles.

En conséquence, nous admettrons pour m_H une loi de variation majorante, calculée sur la base d'une teneur en cendres de 15 %, ce qui donne

$$m_H = \frac{1 - H}{H} \cdot \frac{1,968}{1,968 - H}$$

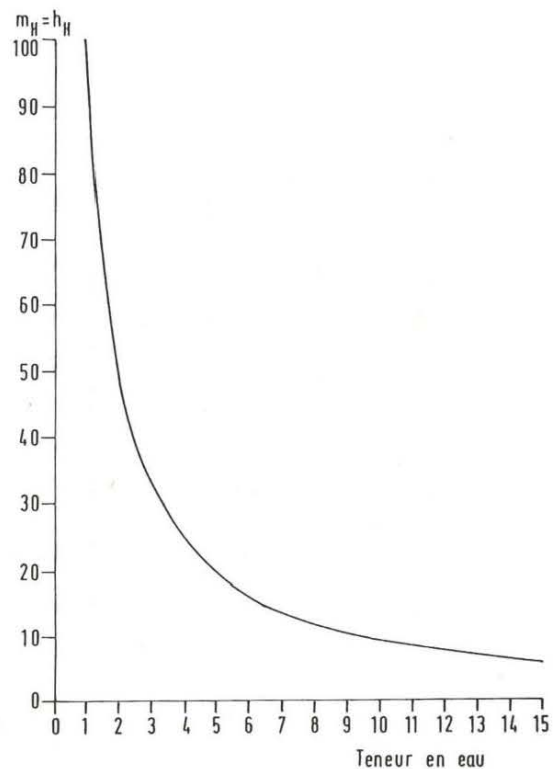


Fig. 3.

Etude du paramètre minéralogique et d'hétérogénéité. Détermination de l'humidité.

Humidité	m_H pour $a =$		
	5 %	10 %	15 %
1 %	99.495	99.495	99.495
2	49.490	49.490	49.490
3	32.783	32.815	32.815
4	24.456	24.480	24.504
5	19.456	19.475	19.494
6	16.124	16.140	16.156
7	13.742	13.755	13.782
8	11.949	11.972	11.983
9	10.555	10.575	10.595
10	9.441	9.459	9.486
11	8.535	8.551	8.567
12	7.770	7.784	7.806
13	7.125	7.145	7.165
14	6.576	6.588	6.613
15	6.101	6.118	6.141

3. CONSTANTES D'ECHANTILLONNAGE

31. Constante analytique de teneur en cendres

Les résultats obtenus au chapitre précédent permettent de calculer les valeurs de la constante analytique des teneurs en cendres. Elles sont relevées au tableau I.

TABLEAU I

Valeur de la constante analytique des teneurs en cendres.

te- neur en cen- dres	g			
	0,25	0,30	0,35	0,65
5 %	2,06	2,47	2,89	5,36
6	1,68	2,02	2,36	4,38
7	1,44	1,73	2,02	3,75
8	1,21	1,51	1,75	3,15
9	1,05	1,26	1,47	2,74
10	0,93	1,11	1,30	2,41
11	0,82	0,99	1,15	2,14
12	0,74	0,89	1,03	1,92
13	0,67	0,80	0,93	1,73
14	0,61	0,73	0,85	1,57
15	0,55	0,66	0,77	1,44

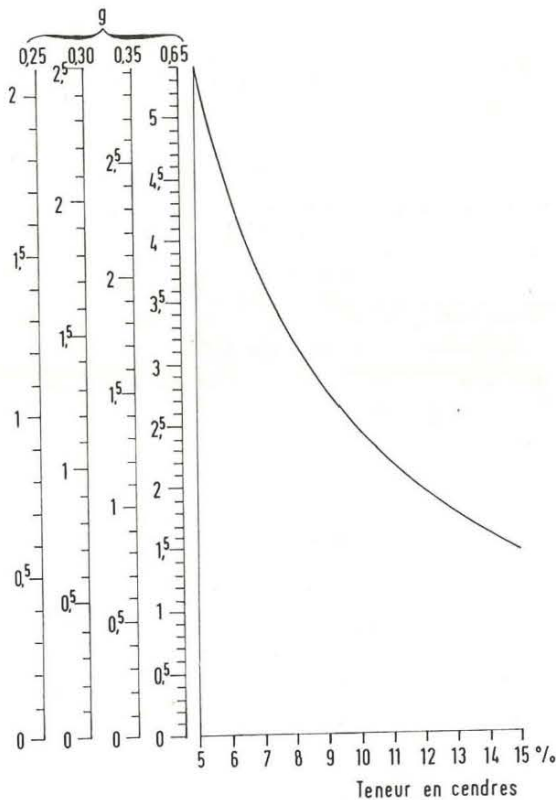


Fig. 4.

Constante analytique des teneurs en cendres.

On peut établir un abaque permettant la détermination rapide de cette constante. Il est d'une manipulation plus aisée que dans le cas des charbons, du fait que nous avons admis la constance du paramètre de libération (fig. 4).

32. Constante analytique d'humidité

De même, les valeurs de la constante analytique d'humidité sont données par le tableau II ou peuvent se déduire de l'abaque de la figure 5.

TABLEAU II

Valeur de la constante analytique d'humidité.

te- neur en eau	g			
	0,25	0,30	0,35	0,65
1 %	24,87	29,85	34,82	64,67
2	12,37	14,85	17,32	32,17
3	8,20	9,84	11,49	21,33
4	6,13	7,35	8,58	15,93
5	4,87	5,85	6,82	12,67
6	4,04	4,85	5,65	10,50
7	3,45	4,13	4,82	8,96
8	3,00	3,59	4,19	7,79
9	2,65	3,18	3,71	6,89
10	2,37	2,85	3,32	6,17
11	2,14	2,57	3,00	5,57
12	1,95	2,34	2,73	5,07
13	1,79	2,15	2,51	4,66
14	1,65	1,98	2,31	4,30
15	1,54	1,84	2,15	3,99

33. Constante granulométrique

331. Il est établi [1.2] que la variance relative de prélèvement pour une analyse granulométrique est donnée par la relation

$$\sigma_r^2 = \frac{1}{P'} f \delta \left[\left(\frac{1}{\pi_\lambda} - 2 \right) d_\lambda^3 + g d^3 \right]$$

dans laquelle π_λ est le poids relatif de la fraction de granulométrie d_λ

ou

$$\sigma_r^2 = \frac{1}{P'} f \delta \sum_\lambda \left(\frac{1}{\pi_\lambda} - 2 \right) d_\lambda^3 + \frac{1}{P'} f \delta g d^3$$

332. D. SANNA a démontré, dans de nombreuses études [2.1], [2.2], que l'on peut caractériser la variabilité de la granulométrie d'un coke métallurgique par

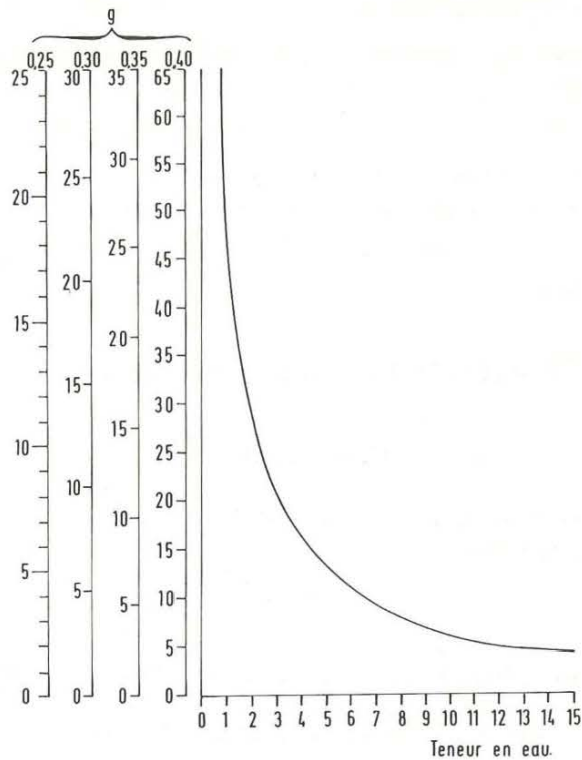


Fig. 5.
Constante analytique d'humidité.

l'écart-type de l'importance relative de la fraction supérieure à 80 mm.

On est ainsi conduit à établir deux fractions granulométriques distinctes :

- supérieure à 80 mm (en pratique 80 mm - 120 mm)
- inférieure à 80 mm (que l'on peut pratiquement assimiler à 10 mm - 80 mm) ⁽¹⁾.

Calculons le diamètre d_λ du grain qui, dans chaque fraction, s'il était seul représentant, aurait la même influence que la totalité des grains; c'est le diamètre équivalent d'une fraction granulométrique uniformément répartie en poids entre d et d' avec

$$d' = (1 + \epsilon) d$$

On démontre que

$$d_\lambda^3 = \frac{2}{3} d'^3 \left[1 - \frac{1}{(1 + \epsilon) \sqrt{1 + \epsilon}} \right] \cdot \frac{1}{\ln(1 + \epsilon)}$$

Pour les deux fractions en cause, nous avons

d	d'	ϵ	d_λ
10	80	7	54,24
80	120	1,375	142,31

(1) En général, les fines particules de coke sont éliminées et réintroduites dans un nouvel enfouement.

d'où la variance relative devient

$$\sigma_r^2 = \frac{1}{P'} f \delta \left(\frac{1}{\pi_{>80}} - 2 \right) 1,4231^3 + \frac{1}{P'} f g \delta d^3$$

L'étude de divers cokes métallurgiques [2.1], [2.2], [2.3] montre que

$\pi_{>80}$ varie généralement entre 40 et 70 %

$1 - \pi_{>80}$ varie donc entre 60 et 30 %

Examinons l'incidence de ces deux valeurs extrêmes sur la variance d'échantillonnage, c'est-à-dire établissons la valeur du facteur

$$A = \left(\frac{1}{\pi_{>80}} - 2 \right) d_{80-120}^3$$

la valeur de d s'exprimant en dm

- 1) $\pi_{>80} = 40 \%$ $A = 1,331$
- 2) $\pi_{>80} = 70 \%$ $A = -1,655$

La figure 6 donne les variations du facteur A.

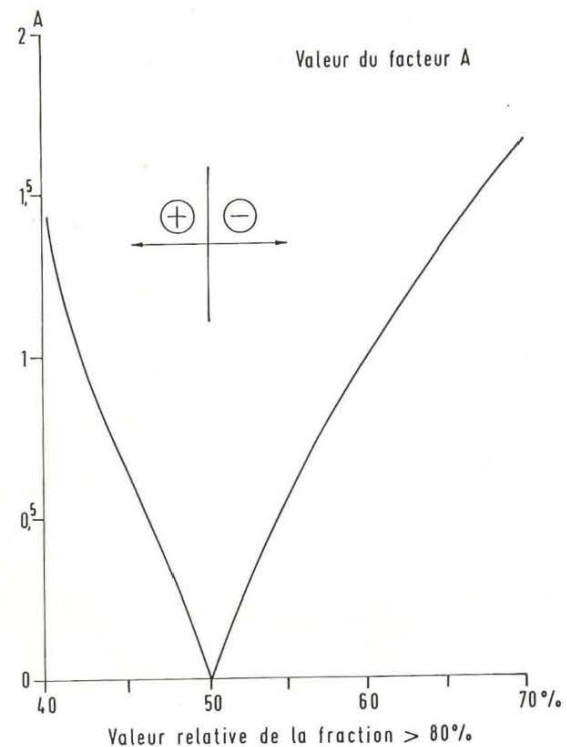


Fig. 6.

Etude de la variance d'échantillonnage lors de l'analyse granulométrique.

On constate ainsi que, si l'on accepte d'effectuer sur la tolérance relative une erreur majorante par rapport à la variance réelle, on peut admettre la valeur constante

$$A = 0$$

quelle que soit la valeur de $\pi_{>80}$.

Dans de telles conditions, on a

$$P' = \frac{f g \delta d^3}{\theta^2}$$

et la constante C prend les valeurs simples suivantes :

pour $g = 0,25$	$C = 0,125$
$g = 0,30$	$C = 0,150$
$g = 0,35$	$C = 0,175$
$g = 0,65$	$C = 0,375$

333. Dans le cas où l'on n'a pas la totalité de l'échelle granulométrique 0-120 mm du lot de coke métallurgique, on ne peut exploiter la relation précédente.

Toutefois, si l'on considère que la fraction la plus grossière est celle qui contient 8 % du poids total du lot, il vient

$$\begin{aligned} \sigma_r^2 &= \frac{1}{P'} f \delta \left[\left(\frac{1}{0,08} - \theta^2 \right) d_\lambda^3 + g d^3 \right] \\ &= \frac{1}{P'} f \delta (10 + g) d^3 \end{aligned}$$

soit approximativement

$$\sigma_r^2 \simeq \frac{10}{P'} f \delta d^3$$

La constante d'échantillonnage est alors réduite à la valeur unique approximative mais suffisante

$$C = 5$$

4. POIDS DE L'ECHANTILLON A PRELEVER

41. Généralités

Le poids de l'échantillon global à prélever est donné par la relation

$$P' = 1,1 C \frac{d^3}{\theta^2}$$

La valeur de la constante d'échantillonnage ayant été déterminée, le poids de l'échantillon global se déduit par calcul ou se lit sur un abaque à points alignés (fig. 7).

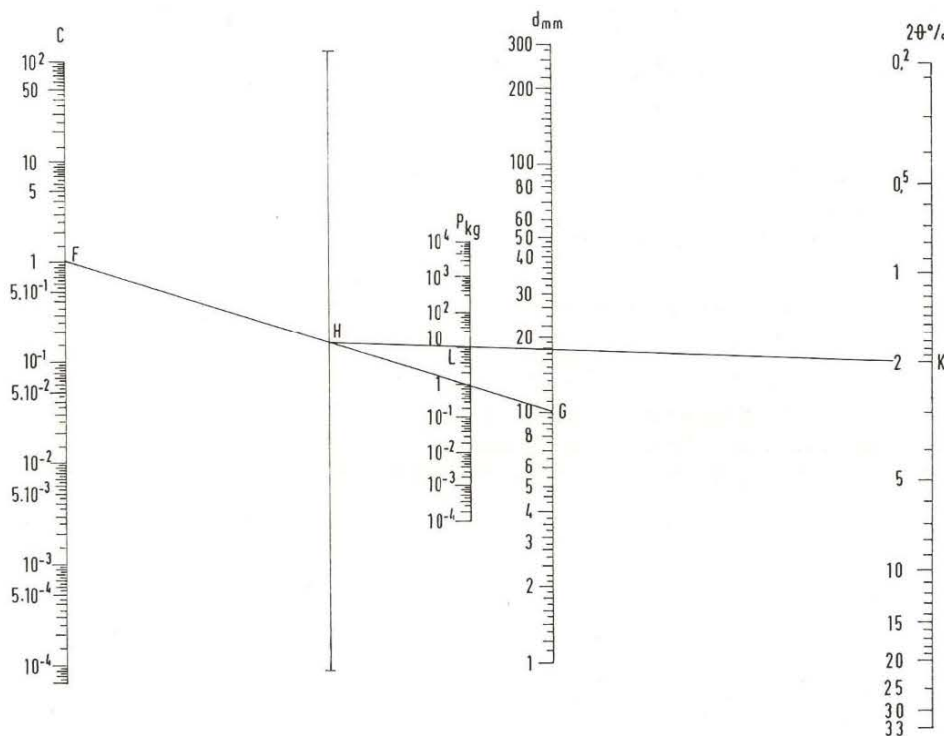


Fig. 7.

Détermination du poids de l'échantillonnage connaissant la valeur de la constante d'échantillonnage.

Construction : 1°) on trace FG ce qui donne le point H
 2°) on trace HK ce qui donne le point L
 en L on lit $P = 10$ kg.

Données : $C = 1$
 $d = 10$ mm
 $2\theta = 2$ %

42. Détermination conjointe des teneurs et de la granulométrie

Si l'on désire déterminer conjointement les teneurs et la granulométrie, il y a lieu de remarquer :

- 1°) pour les coques métallurgiques, la valeur de la constante d'humidité est toujours supérieure à la valeur des autres constantes; c'est donc elle seule qui régira le poids global de l'échantillon à prélever, à moins que l'on ne désire une précision moindre pour la granulométrie;
- 2°) pour les coques dont la granulométrie ne couvre pas l'ensemble 0-190 mm, on ne peut définir, de manière absolue, l'importance relative de chaque constante : ce sont des cas particuliers.

43. Remarques

431. Si l'on accepte, comme le suggère l'Organisation Internationale de Normalisation [2.3], une tolérance absolue de 1 %, on obtient

- pour la détermination de l'humidité
- pour la détermination du taux de cendres

les valeurs reprises aux tableaux III, IV, V et VI établis pour les granulométries optimales de

- < 40 mm
- < 80 mm
- < 120 mm

TABLEAU III

Poids théorique de l'échantillon à prélever (tolérance absolue de 1 %)

Données générales.

Teneurs	40 mm	80 mm	120 mm
TENEUR EN CENDRES			
5 %	14	130	370
6	18	145	440
7	21	160	510
8	23	180	570
9	26	190	620
10	28	195	660
11	29	200	690
12	30	200	720
13	30	205	750
14	31	210	770
15	31	210	790
HUMIDITE			
1 %	4	70	120
2	12	135	310
3	19	180	550
4	29	225	740
5	39	260	930
6	48	310	1080
7	58	340	1230
8	67	380	1390
9	76	420	1500
10	85	450	1600

(les valeurs sont données en kg).

TABLEAU IV

Poids de l'échantillon d'une granulométrie de 0 à 40 mm. (tolérance absolue de 1 %)

Eau	Cen- dres	5 %	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
	1 %		14	18	21	23	26	28	29	30	30	31
2		14	18	21	23	26	28	29	30	30	31	31
3		19	19	21	23	26	28	29	30	30	31	31
4		29	←—————→					29	30	30	31	31
5		39	←—————→									39
6		48	←—————→									48
7		58	←—————→									58
8		67	←—————→									67
9		76	←—————→									76
10		85	←—————→									85

TABLEAU V

Poids de l'échantillon d'une granulométrie de 0 à 80 mm.
(tolérance absolue de 1 ‰)

Cen- dres		5 %	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Eau												
1 ‰		130	145	160	180	190	195	200	200	205	210	210
2		135	145	160	180	190	195	200	200	205	210	210
3		180	←————→		180	190	195	200	200	205	210	210
4		225	←————→									225
5		260	←————→									260
6		310	←————→									310
7		340	←————→									340
8		380	←————→									380
9		420	←————→									420
10		450	←————→									450

TABLEAU VI

Poids de l'échantillon d'une granulométrie de 0 à 120 mm.
(tolérance absolue de 1 ‰)

Cen- dres		5 %	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Eau												
1 ‰		370	440	510	570	620	660	690	720	750	770	790
2		370	440	510	570	620	660	690	720	750	770	790
3		550	←→	550	570	620	660	690	720	750	770	790
4		740	←————→						740	750	770	790
5		930	←————→									930
6		1080	←————→									1080
7		1230	←————→									1230
8		1390	←————→									1390
9		1500	←————→									1500
10		1600	←————→									1600

TABLEAU VII

Poids de l'échantillon global à prélever.
(d'après l'ISO)

Dimension nominale supérieure	Poids minimal d'un prélèvement	Essais physiques		Essais chimiques	
		Nb. de prélèvements	poids global	Nb. de prélèvements	poids global
0- 40 mm	1 kg	50	50 kg	50	50 kg
40- 50 mm	2 kg	50	100 kg	50	100 kg
50- 80 mm	2 kg	20	40 kg	50	100 kg
80-100 mm	4 kg	20	80 kg	50	200 kg
100-120 mm	4 kg	10	40 kg	50	200 kg
120-200 mm	6 kg	10	60 kg	50	300 kg

N.B. : Les nombres de prélèvements cités, et donc les poids globaux, ne sont valables que pour l'échantillonnage sur courroie. Pour déterminer les caractéristiques de coques prélevés de manière différente, il y a lieu d'affecter les valeurs citées d'un coefficient multiplicateur donné ci-dessous :

Présentation	Coefficient
courroie	1,00
wagon	1,50
navire	2,00
tas	3,00

432. Si l'on observe les valeurs proposées dans un projet de recommandation internationale (tableau VII), [2.3], on constate que :

- seule la granulométrie est prise en considération;
- pour une granulométrie des coques inférieure à 40 mm, le poids proposé est pratiquement égal à la moyenne des résultats théoriques;
- pour une granulométrie des coques dont la dimension optimale est inférieure à 80 mm, il y a sous-échantillonnage.

Il paraît donc souhaitable de revoir le projet susdit à la lumière de la théorie.

433. L'Association Technique de la Sidérurgie Française propose, d'autre part, le prélèvement d'un échantillon global de 300 kg pour la détermination des teneurs [2.1].

A notre avis, cette valeur peut être admise :

- pour les coques d'une granulométrie inférieure à 40 mm, quelle que soit la teneur en eau;
- pour les coques d'une granulométrie optimale comprise entre 40 et 80 mm si la teneur en eau est inférieure à 5 %.

Elle ne peut être admise pour les coques d'une granulométrie optimale supérieure à 80 mm.

434. Notons enfin que M. MICHEL suggère [2.5] le prélèvement d'un échantillon global de poids atteignant 500 kg pour l'étude de coke sidérurgique.

44. Méthodes de prélèvements

En ce qui concerne les méthodes de prélèvements, il y a lieu de se référer à la théorie générale qui prévoit [3.3], [3.5], [3.6] :

- une implantation stratifiée au hasard des points de prélèvements;
- un nombre de prélèvements élémentaires qui ne peut être inférieur à 10.

Cette dernière exigence sera pratiquement toujours vérifiée vu l'importance pondérale des échantillons globaux devant être prélevés.

5. VERIFICATION EXPERIMENTALE DE LA PRECISION DE L'ECHANTILLONNAGE (1)

51. Position du problème

L'objet de l'étude est de déterminer la composition granulométrique du coke produit par un four de pyrogénéation. A cette fin, un échantillonnage a été effectué afin que la tolérance relative affectant chaque tranche granulométrique ne soit pas supérieure à 10 %.

Il est également demandé de vérifier la valeur de cette tolérance.

52. Poids de l'échantillon à prélever

Le poids de l'échantillon est donné par la relation

$$P = 1,1 C \frac{d^3}{\theta^2}$$

(1) Nous donnons dans ce paragraphe un exemple de vérification de la théorie; il est évident qu'il n'est pas le seul qui fut effectué.

L'expérience pratique permet d'admettre que la dimension supérieure des grains est

$$d = 120 \text{ mm}$$

Nous avons vu d'autre part que, pour la détermination de la composition granulométrique des coques, la constante d'échantillonnage prend la valeur

$$C = 5$$

En conséquence, pour une tolérance relative de 10 %, on a

$$P = 3.800 \text{ kg}$$

53. Mode de prélèvements

Le plan de prélèvement des échantillons de coke tel qu'il a été mis en œuvre résulte d'une stratification au hasard afin de réduire au maximum les risques d'erreurs et de permettre, d'autre part, un calcul précis de la variance relative.

Dans la totalité des 80 t de coke tout-venant, le gros coke a été séparé du petit coke sur un crible à rouleaux du genre « groeppel » à cames triangulaires dont les intervalles moyens entre cames sont de 57,2 mm.

Deux échantillons globaux ont été prélevés et analysés séparément.

Sur la totalité du gros coke séparé par criblage, environ 8.000 kg ont été prélevés. Le point de prélèvement est situé au déversement de la goulotte sur wagons, à la sortie de l'installation de criblage.

Chaque échantillon prélevé se compose comme suit :

- environ 3.800 kg destinés à l'étude de la granulométrie;
- environ 200 kg destinés à diverses études et tests caractéristiques.

Appliquant les études précitées, nous avons prévu 20 prélèvements hors du lot initial; chaque prélèvement

est constitué par le contenu de 8 paniers permettant de recueillir individuellement 25 kg environ.

Afin de réaliser des prélèvements aussi représentatifs que possible du défournement, nous avons prévu 10 strates d'égale longueur (10 minutes) sur une durée totale d'écoulement de 100 minutes. La durée des strates a été fixée à 10 minutes pour assurer la facilité de manutention, tout en respectant les exigences de précision; on a prélevé 2 échantillons par strate.

Le moment des deux prélèvements dans chacune des 20 strates a été déterminé après consultation d'une table de « Nombres de Hasard », en considérant que l'écart entre deux prélèvements n'est jamais inférieur à 2 minutes.

Des 160 paniers recueillis pour chaque échantillon, on a extrait au hasard 8 paniers qui ont été analysés pour déterminer le taux de cendres.

54. Résultats obtenus

L'analyse granulométrique des deux échantillons de 3.800 kg a donné les résultats repris au tableau VIII.

On constate, dès lors, que la différence relative entre les deux échantillons analysés représente un écart moyen de 8,86 %, alors que la tolérance relative, fixée a priori, est de 10 %. On conclut donc que celle-ci est respectée.

55. Analyses des teneurs

551. Les deux sous-échantillons de 200 kg ont été utilisés pour la détermination de la teneur en cendres. On a obtenu les résultats suivants :

	Echantillon I	Echantillon II	Différence	
			absolue	relative
Cendres	10,4 %	12,7 %	2,3	22

TABLEAU VIII

Calibres en mm	Echantillon I en %	Echantillon II en %	Différence	
			absolue	relative
120-150	1,22	1,32	+ 0,10	8,2
100-120	28,90	30,78	+ 1,88	6,5
80-100	36,13	33,27	— 2,86	7,9
70- 80	16,65	15,77	— 0,88	5,3
60- 70	10,22	11,24	+ 1,02	10,—
50- 60	4,30	4,75	+ 0,45	10,4
40- 50	1,59	1,74	+ 0,15	9,4
30- 40	0,57	0,63	+ 0,06	10,5
25- 30	0,11	0,10	— 0,01	9,1
20- 25	0,09	0,10	+ 0,01	11,1
10- 20	0,22	0,20	— 0,02	9,1

552. Si l'on vérifie a posteriori la valeur de la tolérance relative, il faut noter que la constante d'échantillonnage vaut (voir tableau I et figure 4) :

$$C_e = 1,11$$

On peut ainsi constater que la tolérance est comprise entre les valeurs ⁽¹⁾

	$2 \theta_{\max}$	$2 \theta_{\min}$
Cendres	15 %	22 %

553. On constate donc que la théorie est vérifiée puisqu'en toute rigueur il aurait fallu déduire de l'écart relevé la valeur des erreurs de réduction et d'analyse.

6. CONCLUSIONS

61.

Nous devons constater que la théorie générale de l'échantillonnage, établie au départ de l'analyse de minerai [1.1] et de charbons [3.3], peut être appliquée à l'étude des cokes; seules varient les valeurs des constantes d'échantillonnage.

62.

D'une façon formelle, toute proposition théorique n'a de valeur fondamentale que si elle peut être confirmée expérimentalement; s'il en est ainsi, la réalisation pratique des exigences théoriques n'est plus alors qu'une question de technologie, peut-être complexe mais non insurmontable.

L'échantillonnage rationnel des cokes demande :

(1) P.GY démontre en effet que la tolérance est comprise entre les limites :

$$2 \theta_{\min} = \sqrt{2 cd^2/P} \text{ et } 2 \theta_{\max} = \sqrt{4 cd^2/P} \quad [1.1]$$

- 1°) l'implantation des prélèvements suivant une stratification au hasard;
- 2°) la constitution d'un échantillon global de poids
 - proportionnel au volume des plus gros grains,
 - inversement proportionnel à la tolérance relative;
- 3°) le prélèvement d'au moins dix échantillons élémentaires (ce qui est généralement le cas) sans toutefois qu'une augmentation de ce nombre apporte une précision supplémentaire.

Ces notions fondamentales ont été étudiées et développées dans le but de mettre en évidence l'erreur de prélèvement résultant, en ordre principal, de la dispersion des valeurs caractéristiques des constituants du lot à échantillonner; elles peuvent être étendues à la détermination de l'erreur de réduction résultant des manipulations consécutives de l'échantillon global en vue de la constitution de l'échantillon analytique.

63.

L'examen critique des résultats expérimentaux fait apparaître que

- la tolérance relative,
- le poids de l'échantillon global,
- la méthode de prélèvement,

sont des notions intimement liées l'une à l'autre : nier l'influence de l'une sur la précision du résultat conduit à l'effondrement de l'édifice; l'ensemble du plan d'échantillonnage forme ainsi une entité cohérente.

64.

Que devient la théorie générale de l'échantillonnage dans le cadre d'une tentative de normalisation ?

Les confirmations expérimentales de la théorie, développées dans cette étude, permettent de résoudre le problème : il suffit, en effet, de définir la tolérance relative ou absolue que l'on veut être la limite supérieure de l'erreur acceptable; l'exploitation des relations fondamentales permettra de définir le poids de l'échantillon global à prélever, ainsi que le nombre de prélèvements à implanter au hasard pour le constituer.

BIBLIOGRAPHIE

1. Etudes relatives à l'échantillonnage des minerais et charbons.

[1.1] GY, P : Erreurs commises dans le prélèvement d'un échantillon sur un lot de minerai.
Rev. Ind. Minérale, avril 1954.

[1.2] GY, P : Echantillonnage pour analyse granulométrique.
Ann. Mines France, mars 1956.

[1.3] GY, P : Poids à donner à l'échantillon. Abaque d'échantillonnage.
Rev. Ind. Minérale, février 1956.

2. Etudes relatives à l'échantillonnage des cokes.

[2.1] SANNA, D. : Influence du poids de la prise d'essai sur la variabilité de l'analyse granulométrique (d'après

- l'Association technique de la sidérurgie française).
Doc. IBN 156, G T VII/9, 1960.
- [2.2] SANNA, D. : Variabilité de l'analyse granulométrique d'un lot de coke dans le cas d'une prise d'essai de 100 kg (d'après l'Association technique de la sidérurgie française).
Doc. IBN 156, G T VII/10.
- [2.3] ISO/TC27/SC3/n° 2 F : Avant-projet révisé pour l'échantillonnage du coke.
- [2.4] Documents divers de l'ISO/TC27/WG 8.
- [2.5] MICHEL, M. : Contribution à l'étude de l'humidité du coke sidérurgique.
Doc.. IBN 156, G T VII/56, 1967.
3. *Publications personnelles.*
- [3.1] Etude statistique de l'échantillonnage des charbons.
3e Conf. Int. sur la préparation des charbons, Liège, 1958.
- [3.2] L'échantillonnage des minerais : tentatives de synthèse.
Congrès International « Les mathématiques de l'Ingénieur », Mons, 1958.
- [3.3] Théorie générale de l'échantillonnage des matériaux pondéreux.
Doc. ISO/TC27/WG7, 135.
- [3.4] Essais d'une théorie de l'échantillonnage. Application à l'échantillonnage du coke.
Ass. Techn. de la Sidérurgie française.
Doc. 61-143, février 1961.
- [3.5] Etudes expérimentales de la théorie de l'échantillonnage.
Doc. ISO/TC27/WG7, 172.
- [3.6] Etude comparative de méthodes d'échantillonnage de charbons sur wagon et allège.
Ann. Mines Belgique, 1964, n° 3.
-