

La pratique de l'échantillonnage industriel des charbons

Bilan de quelques réalisations

par

Jacques FEDERWISCH,

Ingénieur civil des Mines

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

Au moment où se terminent les études scientifiques et techniques de revision de la normalisation des règles d'échantillonnage et d'analyse des charbons, il est apparu utile de souligner les disparités existant dans la pratique actuelle.

Les divergences entre divers laboratoires sont parfois sensibles, mais des bases communes existent permettant la formulation de recommandations de revision des méthodes en attendant la publication prochaine de nouvelles normes d'échantillonnage des combustibles minéraux solides.

INHALTSANGABE

Kurz vor Abschluß der wissenschaftlichen und technischen Untersuchungen mit dem Ziel einer Neufassung der Normen für Probenahme und Analyse von Kohlen dürfte es angezeigt sein, auf Unterschiede in der derzeitigen Praxis hinzuweisen.

Diese Unterschiede zwischen den verschiedenen Laboratorien sind bisweilen erheblich, doch besteht zumindest eine gemeinsame Grundlage, von der ausgehend man in Erwartung der baldigen Veröffentlichung neuer Normen über die Entnahme von Proben fester mineralischer Brennstoffe gewisse Empfehlungen für eine Änderung der bisher üblichen Methoden aussprechen kann.

SAMENVATTING

Nu de wetenschappelijke en technische studies voor de normalisatie der regels geldend bij het nemen en ontleden van kolenmonsters ten einde lopen, lijkt het nuttig de verschillen te onderstrepen die in de huidige praktijk worden vastgesteld.

De afwijking tussen verschillende laboratoria zijn soms voelbaar waar er bestaan gemeenschappelijke basissen waarop aanbevelingen voor het herzien van onze methoden kunnen gefundeerd worden, in afwachting dat nieuwe normen voor het nemen van monsters van vaste minerale brandstoffen gepubliceerd worden, hetgeen binnenkort zal gebeuren.

SUMMARY

At the moment when scientific and technical research into the revision of the standardization of rules for the sampling and analysis of coals is coming to an end, it was considered useful to emphasize the differences which exist in practice at the present time.

The divergences between various laboratories are sometimes marked, but there are common grounds whereby it is possible to formulate recommendations for the revision of methods whilst awaiting the forthcoming publication of new standards for the sampling of solid mineral fuels.

SOMMAIRE

- I. Introduction.
- II. Méthodes d'échantillonnage.
- III. Tolérances.
- IV. Conclusions.
- V. Commentaires.

I. INTRODUCTION

1. Présentation.

La norme belge A.B.S. 56 fixe depuis 1934 les principes et les modalités des « Echantillonnage et analyse des charbons ».

Plusieurs producteurs et utilisateurs émettent depuis quelques années des critiques sérieuses quant à la valeur scientifique actuelle de ce document. Nous partageons d'ailleurs leur opinion.

L'Institut Belge de Normalisation et l'International Standardization Organization I.S.O. ont depuis plus d'une décennie mis à l'étude la révision des méthodes et moyens d'échantillonnage et d'analyse des combustibles minéraux solides.

Au moment où ces travaux sont près d'aboutir, nous croyons utile de diffuser les conclusions d'investigation faites dans divers laboratoires industriels d'analyses. Certes, notre enquête ne fut pas exhaustive; nous estimons cependant que, devant la diversité de nos constatations, elles peuvent refléter l'ensemble des problèmes soulevés par l'échantillonnage des charbons quelles que soient l'origine et la destination de ces produits.

2. Objet.

Nous passerons successivement en revue :

- les méthodes d'échantillonnage,
 - les tolérances acceptées et acceptables,
- pour en tirer des conclusions que nous croyons valables pour servir de base fondamentale à un essai ultérieur de normalisation de l'ensemble des opérations d'échantillonnage; le but ultime de nos travaux étant, en définitive, de contribuer à l'obtention de méthodes pratiques d'échantillonnage, de réduction et d'analyse susceptibles de conduire à des résultats incontestables entre parties adverses, producteurs et consommateurs.

II. METHODES D'ECHANTILLONNAGE

1. Prélèvement des échantillons.

Les échantillons élémentaires destinés à constituer l'échantillon global sont répartis d'une manière systématique dans l'ensemble du lot.

Il se dégage les méthodes suivantes :

Prélèvement sur wagon isolé :

quatre sondages suivant deux diagonales, le cinquième à l'intersection de ces dernières.

Prélèvement sur wagons groupés en rame :

trois sondages par wagon, suivant une diagonale; on alterne chaque diagonale dans les différents wagons constituant la rame. Les sondages s'effectuent à mi-hauteur du tas.

Prélèvement sur bateau :

le bateau est divisé en 4 sections transversales et parfois en 2 sections suivant la hauteur; dans chaque section, le nombre de sondages varie avec le tonnage global et la teneur en cendres présumée du combustible.

Prélèvement sur courroie ou transporteur :

à l'inverse des sondages, les prélèvements sur courroie sont de faible importance, mais régulièrement espacés durant tout le temps d'écoulement du lot.

2. Poids minimal de l'échantillon global.

L'importance pondérale de l'échantillon global est très variable suivant les cas : la figure 1 schématise, lors de l'échantillonnage sur wagons ou bateaux, les limites de la dispersion de la relation existant entre

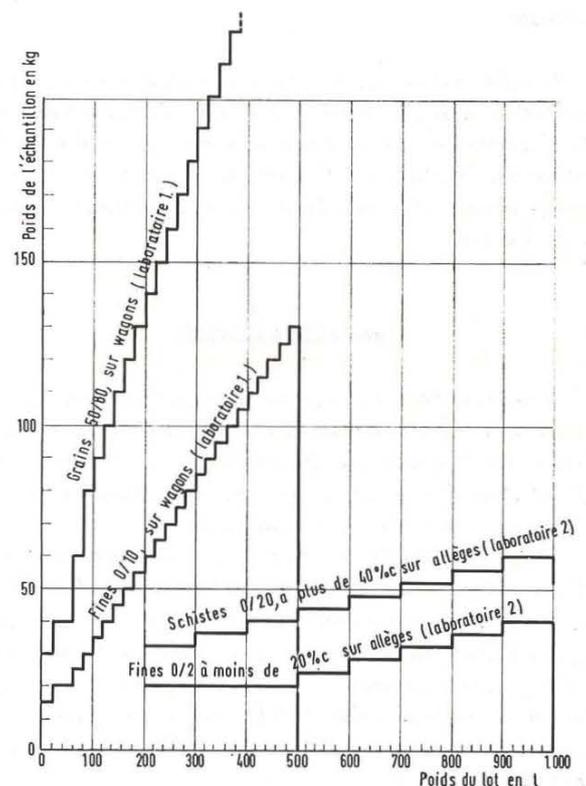


Fig. 1.

Importance pondérale de l'échantillon global.

TABLEAU I.

Localisation Teneur en cendres présumée du lot	Wagon	Allège		Courroie
		> 20 %	< 40 %	
Importance du lot				
200 t	55 kg	24 kg	28 kg	
500 t	130 kg	28 kg	36 kg	
800 t	1 x 130 kg + 1 x 80 kg = 210 kg	40 kg	48 kg	
1.000 t	2 x 130 kg = 260 kg	48 kg	56 kg	
1.600 t				25 kg

le poids de l'échantillon prélevé et le poids total du lot dont il est extrait.

Comparons le poids minimal de l'échantillon global d'un lot de fines 0/10, d'après les utilisateurs, suivant que le lot se présente en wagon, en allège ou sur courroie (tableau I).

Suivant le mode de présentation d'un lot, le poids de l'échantillon peut être plus de 15 fois plus important.

3. Poids minimal de l'échantillon analytique.

L'échantillon global prélevé doit être réduit en vue d'effectuer les analyses diverses.

3.1 Poids de l'échantillon soumis au laboratoire.

D'une façon générale, il apparaît qu'en moyenne, soit soumis au laboratoire :

- pour la détermination de la *teneur en cendres* : 25 g (on cite également 40 g, 100 g et 250 g);
- pour la détermination de la *teneur en matières volatiles*, un poids variant suivant la nature des produits de 15 g à 250 g : en moyenne 25 g;
- pour la détermination de l'*humidité* : 1 kg.

Il semble cependant que, dans certains laboratoires, on soit satisfait d'une prise de moindre importance : 500 g, 250 g et même 200 g (1).

Aucune donnée valable ne permet de souligner les exigences de la détermination du pouvoir calorifique inférieur et de la granulométrie; on peut admettre

cependant que la mesure du pouvoir *calorifique inférieur* est, par sa nature, comparable à la détermination des teneurs en cendres et en matières volatiles.

En ce qui concerne la *granulométrie*, des règles générales ne peuvent non plus être dégagées; cependant, pour des fines inférieures à 10 mm, l'on remettrait au laboratoire un poids minimal de 1 kg, tandis que pour des granulométries supérieures, on désirerait au moins 4 kg.

3.2 Poids de l'échantillon soumis à l'analyse.

La teneur en cendres, la teneur en matières volatiles et le pouvoir calorifique inférieur se déterminent par le traitement d'une prise analytique de 1 g.

Le plus généralement, l'humidité est déterminée sur l'ensemble de l'échantillon remis au laboratoire; certains opérateurs analysent parfois la moitié de l'échantillon, après une division par riffles.

L'analyse granulométrique du produit est effectuée sur l'ensemble de l'échantillon du laboratoire.

4. Méthode de réduction.

Les méthodes de réduction ne se posent pas en ce qui concerne la détermination de l'humidité de la granulométrie.

La comparaison des diverses méthodes de réductions granulométrique et pondérale en vue d'obtenir la prise analytique résulte de l'examen des figures 2 à 6, où l'ensemble des manipulations sont représentées dans un diagramme logarithmique présentant en ordonnée le poids de l'échantillon et en abscisse la granulométrie optimale de celui-ci : une réduction pondérale est schématisée par un segment de droite verticale, une réduction

(1) Il est important de noter ici que l'ISO/TC 27/WG 7 recommandera vraisemblablement la remise au laboratoire, pour la détermination des caractéristiques déduites d'une « general analysis », un échantillon global de 125 g.

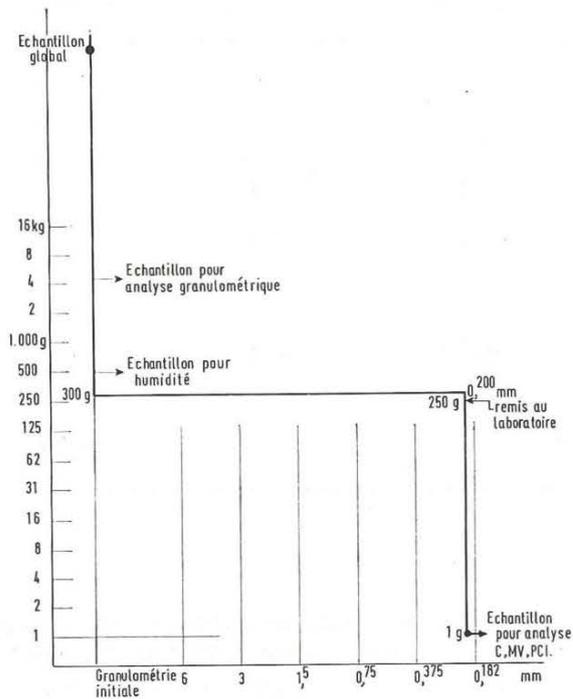


Fig. 2.

Planing de réduction. Laboratoire n° 1.

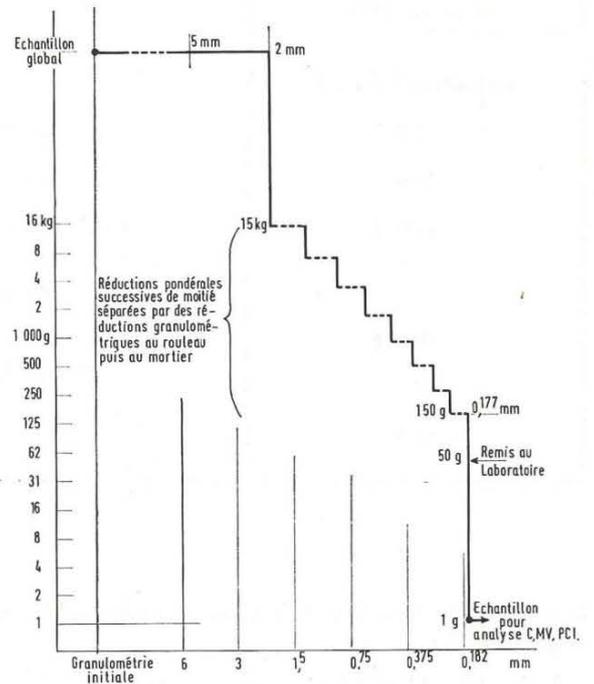


Fig. 4.

Planing de réduction. Laboratoire n° 3.

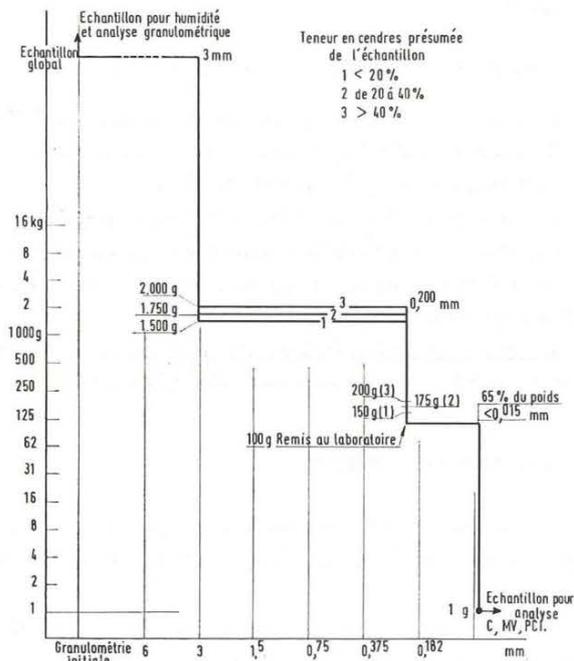


Fig. 3.

Planing de réduction. Laboratoire n° 2.

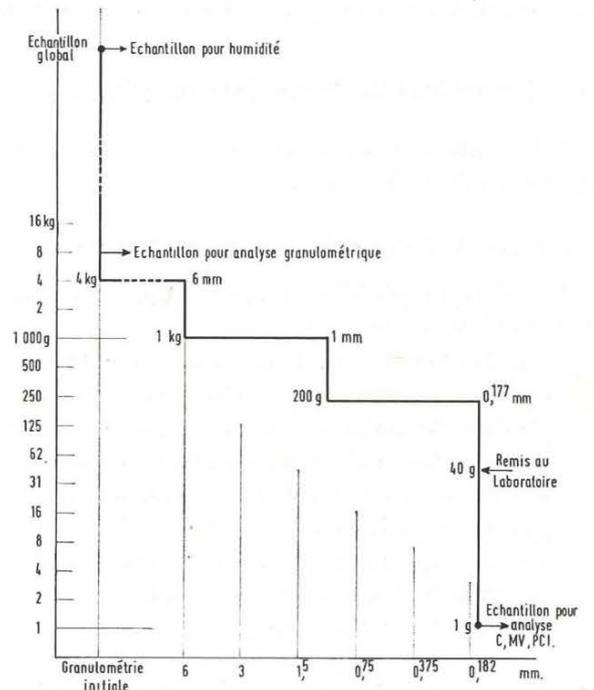


Fig. 5.

Planing de réduction. Laboratoire n° 4.

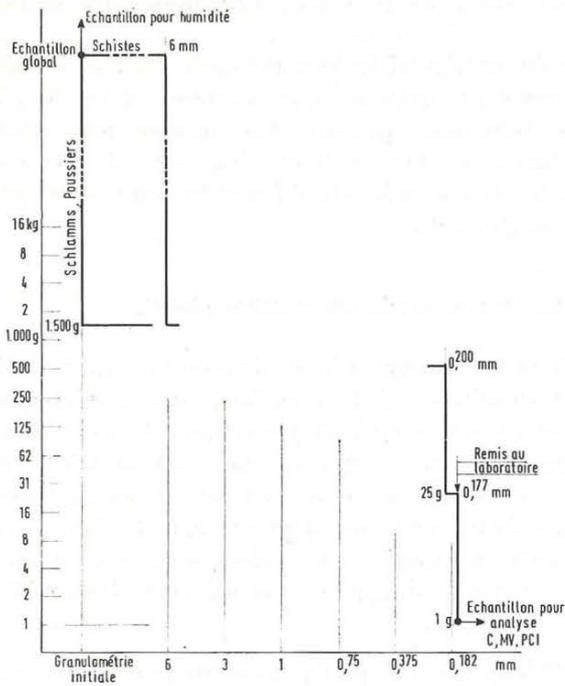


Fig. 6.

Planing de réduction, Laboratoire n° 5.

tion granulométrique par un segment de droite horizontale.

On constate que :

- 1) La réduction pondérale initiale est la plus fréquente; un seul participant effectue un broyage de l'ensemble de l'échantillon global, à l'opposé un seul participant réduit le poids de l'échantillon, initialement, au poids approximatif de la prise remise au laboratoire;
- 2) D'une façon générale, l'ensemble des manipulations peut se caractériser par
 - 4 réductions pondérales (sauf 2 laboratoires qui n'en font que 2),
 - 3 réductions granulométriques (sauf 1 laboratoire qui n'en fait que 1),
 suivies en laboratoire de
 - 1 réduction pondérale;
- 3) Pour chaque manipulation, les seuils granulométriques et pondéraux, initiaux et finals, sont fort différents suivant les laboratoires.

III. TOLERANCES

1. Tolérance d'analyse.

Les tolérances d'analyse sont généralement proposées en valeur absolue.

Résultant soit de l'exigence de la normalisation actuellement en vigueur (norme ABS 56), soit de l'expérience de chacun, elles s'établissent comme suit :

Teneur en cendres.	de 0,1 % à 0,3 % Cendres
Teneur en matières volatiles	de 0,1 % à 0,3 % Mat. Vol.
Humidité	de 0,2 % à 1,0 % Eau
Pouvoir calorifique inférieur	25 ou 50 Calories

Insistons sur le fait que ces valeurs sont incomplètes : elles se réfèrent uniquement aux fines; elles ne doivent donc être considérées que comme un guide.

2. Tolérance totale.

Il est impossible de définir les tolérances de réduction et de prélèvement : pratiquement ces valeurs n'ont pas fait l'objet de recherches particulières; les limites fixées par certains résultent parfois d'interpolations quelque peu hasardeuses.

Par contre, l'erreur totale admissible sur le résultat fait l'objet de déterminations précises : suivant les laboratoires, on cite :

Teneur en cendres	0,4 % C 1,0 % C de 1,5 à 3 % C suivant la nature du produit de 0,2 à 0,5 % C suivant la granulométrie et la teneur en cendres 1 % d'erreur relative (pour des schistes à haute teneur en cendres)
Matières volatiles	0,5 % Mat. Vol. 1,0 % Mat. Vol. 2 % d'erreur relative
Humidité	de 1 à 3 % d'eau 5 % d'erreur relative
Pouvoir calorifique inférieur	15 Calories
Granulométrie	5 % d'erreur absolue 10 % d'erreur relative

IV. CONCLUSIONS

De cet ensemble de constatations, diverses conclusions se dégagent :

1. La méthode d'échantillonnage, unanimement réalisée, implante d'une façon systématique les points de prélèvements élémentaires, que les prélèvements soient très nombreux et de faible poids, ou moins nombreux et d'un poids plus important.
2. La comparaison, citée à dessein, de l'importance pondérale des échantillons globaux suivant le mode de présentation du lot soulève le problème de l'unification des poids des échantillons.
3. Généralement, quatre réductions pondérales et trois réductions granulométriques conduisent à la constitution de l'échantillon analytique; toutefois, la succession des opérations et les seuils granulométriques et pondéraux sont variables suivant les laboratoires.
4. D'une façon générale, l'échantillon analytique est d'un poids de 1 g pour la détermination des teneurs en cendres, en matières volatiles et du pouvoir calorifique inférieur; il est égal au poids de l'échantillon remis au laboratoire lorsqu'il s'agit de la détermination de l'humidité et de la granulométrie.
5. Les tolérances, bien que généralement définies par la normalisation actuellement en vigueur, sont fort diverses suivant les laboratoires.
6. Les tolérances de réduction et de prélèvement sont pratiquement trop peu connues pour qu'il puisse en résulter une tendance particulière quelconque.

V. COMMENTAIRES

A dessein, nous n'avons pas émis d'avis personnel au cours de l'exposé coordonné des réalisations de chacun.

En complément, nous tenons cependant à souligner quelques points particuliers.

1. Prélèvement des échantillons.

Un bon échantillonnage doit répondre aux caractéristiques suivantes : pour chaque grain du lot :

- 1) chance égale d'être soumis à l'opération d'échantillonnage,
- 2) chance égale de devenir constitutif de l'échantillon.

Cela conduit théoriquement au rejet d'une quelconque systématisation et à la mise en œuvre d'un programme de stratification au hasard; pratiquement cependant, l'échantillonnage systématique pourrait être toléré à la condition que le nombre de prélèvements soit très important et que, en corollaire, le poids de chacun d'eux soit relativement faible, *tout en affectant la totalité du lot.*

Dans ce cas, l'importance de l'échantillonnage d'un *lot mobile* (transporteur, courroie,...) est prépondérante.

Sur wagon ou en bateau, l'échantillonnage devrait se faire au chargement ou au déchargement. Ce n'est que s'il est impossible de le pratiquer que l'on mettrait en œuvre une méthode de prélèvement sur *lot statique* avec l'obligation pratique d'un nombre plus réduit d'échantillons, d'un poids plus important; dans ce cas, cependant, une méthode d'échantillonnage au hasard est *indispensable.*

2. Poids minimal de l'échantillon global.

Il est logiquement difficile de concevoir que le poids de l'échantillon global accuse des variations très importantes *suivant le mode de présentation du lot* : wagon, allège ou courroie. Peut-être est-ce dû au fait d'une prise de conscience d'un manque de représentation exacte du lot par l'échantillon à la suite du choix d'une méthode particulière de prélèvement : une illusion d'exactitude serait apportée par des poids d'échantillon plus importants.

Théoriquement et pratiquement, on peut montrer que l'importance pondérale du lot est pratiquement négligeable à condition que la méthode d'implantation des échantillons élémentaires soit rigoureuse.

On serait ainsi conduit au prélèvement d'un poids total de 80 kg pour l'échantillonnage d'un lot de fines lavées 0/10 à environ 8 % d'eau, quelle que soit l'importance du lot; les prises élémentaires devraient toutefois affecter la totalité du lot et leur nombre serait le plus grand possible, compatible avec les exigences technologiques.

3. Poids de l'échantillon soumis au laboratoire.

En pratique, l'importance de l'échantillon soumis au laboratoire pour la détermination des teneurs et du pouvoir calorifique inférieur n'aura que peu d'importance sur la précision finale si l'échantillon est, à ce stade, homogène « sensu lato ».

4. Méthode de réduction.

Il y a un intérêt certain, en vue d'accroître la précision du résultat, d'effectuer une réduction granulométrique de l'ensemble de l'échantillon prélevé à une dimension optimale la plus petite possible.

Si, par contre, il est impossible de le faire, la réduction pondérale initiale ne peut, avant une réduction granulométrique, être que de faible importance : on peut aisément perdre le gain d'un prélèvement correct des échantillons élémentaires par une réduction pondérale de l'ensemble, sans réduction granulométrique intercalée, à un échantillon de poids sensiblement égal au poids remis au laboratoire. Cette remarque est d'autant plus importante que le lot est moins homogène.

Sauf dans le cas de la détermination de l'humidité, où il peut y avoir une erreur systématique importante, il y a toujours intérêt à mélanger d'une façon convenable l'ensemble de l'échantillon prélevé : on homogénéise ainsi dans l'espace le matériau ultérieurement soumis aux manipulations analytiques.

5. Conclusions.

Si l'on peut conclure, à bref délai, en ce qui concerne les tolérances admissibles aux divers stades de réduction

- soit à la suite des essais en cours ou de l'expérience de chacun - il importe par contre de définir :

- la méthode d'échantillonnage *pratiquement* la plus correcte;
 - ensuite, en fonction de cette méthode, le poids de l'échantillon global à prélever et,
 - d'après les possibilités technologiques, la méthode de réduction acceptable compte tenu des tolérances admises ou admissibles.
-