

# REVUE DE STATISTIQUE APPLIQUÉE

J. ULMO

## **I. Étude de la précision des déterminations des caractéristiques MICUM et IRSID d'un lot de coke**

*Revue de statistique appliquée*, tome 2, n° 4 (1954), p. 93-101

[http://www.numdam.org/item?id=RSA\\_1954\\_\\_2\\_4\\_93\\_0](http://www.numdam.org/item?id=RSA_1954__2_4_93_0)

© Société française de statistique, 1954, tous droits réservés.

L'accès aux archives de la revue « *Revue de statistique appliquée* » (<http://www.sfds.asso.fr/publicat/rsa.htm>) implique l'accord avec les conditions générales d'utilisation (<http://www.numdam.org/conditions>). Toute utilisation commerciale ou impression systématique est constitutive d'une infraction pénale. Toute copie ou impression de ce fichier doit contenir la présente mention de copyright.

NUMDAM

Article numérisé dans le cadre du programme  
Numérisation de documents anciens mathématiques  
<http://www.numdam.org/>

I

# ÉTUDE DE LA PRÉCISION DES DÉTERMINATIONS DES CARACTÉRISTIQUES MICUM ET IRSID D'UN LOT DE COKE <sup>(1)</sup>

par

**Mlle J. ULMO**

*Chef du Service Statistique à l'IRSID*

en collaboration avec

**M. B. MENUET-GUILBAUD**

*Ingénieur au Service Coke et Fonte de l'IRSID*

A ma connaissance, les méthodes statistiques ne sont utilisées dans la sidérurgie française que dans le domaine de la recherche. Cela me semble provenir :

a) De ce que la structure de cette industrie : fabrication généralement en petites séries de produits volumineux, se prête mal au contrôle statistique classique de la qualité;

b) De ce que l'application des méthodes statistiques pour des comparaisons ou des recherches de lois de variation à partir des données de fabrication courante ne permet en général pas d'obtenir de résultats significatifs en raison de l'intervention simultanée et non contrôlée de très nombreux facteurs dont l'importance est souvent aussi grande, sinon plus grande, que les facteurs étudiés.

Il semble donc que pour aboutir à des résultats intéressants, il faille organiser les essais en vue du but poursuivi et les organiser de façon à éliminer au maximum, physiquement et par le calcul, l'intervention de ces facteurs non contrôlés.

Un rôle de premier plan est donc réservé à la statistique dans l'organisation des essais et le dépouillement de leurs résultats. C'est de quelques-uns de ces essais que je vais vous entretenir.

Les recherches que nous poursuivons à l'IRSID sont surtout des recherches de caractère fondamental sur des sujets intéressant l'ensemble de la profession et dont la plupart sont loin d'être terminées. Aussi, vais-je me contenter de vous donner un aperçu rapide de quelques-unes en espérant que quelques personnes de l'assistance voudront bien nous parler de leurs travaux.

\*  
\*\*

On sait que la résistance au bris et à l'abrasion d'un coke métallurgique est une condition essentielle de son bon comportement au haut fourneau. On a l'habitude de caractériser cette résistance par un essai de dégradation artificielle dans un tambour.

---

(1) On trouvera un exposé plus détaillé de cette étude dans la *Revue de Métallurgie*.

Celui qui est universellement adopté en France et dans les pays avoisinants est l'essai défini par la MICUM (2). Il consiste :

1° A prélever dans le lot à caractériser un échantillon de l'ordre de 200 kg au moins à l'aide d'une fourche dont les dents sont espacées de 50 mm.

2° A prélever dans cet échantillon, avec la même fourche, un sous-échantillon de 50 kg exactement qui est introduit dans un tambour à 4 cornières normalisé.

3° A faire tourner ce tambour pendant 4 minutes à la vitesse de 25 tours par minute.

4° A cribler le produit obtenu sur des passoirs de 40, 20 et 10 mm et à peser les refus.

On désigne par :

$M_{40}$  le pourcentage de refus à la passoire de 40 mm.

$M_{20}$  — — — — — 20 mm.

$M_{10}$  la fraction passée à travers la passoire de 10 mm.

Les opérations 1° à 4° sont répétées trois fois et on prend la moyenne des trois résultats obtenus pour chaque caractéristique.

L'essai proposé par l'IRSID et qui s'adresse aux petits coques ne diffère de l'essai MICUM que par :

1° L'écartement des dents de la fourche de prélèvement qui n'est que de 20 mm;

2° La durée de rotation du tambour qui est portée à 20 minutes.

Etant donné l'importance attribuée aux caractéristiques MICUM d'un coke pour juger de sa qualité, il nous a semblé utile de déterminer la précision avec laquelle les résultats obtenus sur un prélèvement de 200 kg représentent les propriétés d'un lot de 1.000 tonnes environ.

Cette imprécision de l'essai, que l'on caractérise par l'écart-type, ou son double : l'erreur à 95 %, de la distribution des résultats que l'on obtiendrait en répétant un grand nombre de fois les essais à partir d'un même lot, résulte de deux causes différentes : l'erreur due à l'échantillonnage, c'est-à-dire au prélèvement de 200 kg dans un lot important et l'erreur due à l'essai proprement dit, c'est-à-dire à l'opération au tambour telle que nous venons de la définir.

Il nous intéressait de connaître les importances relatives de ces deux erreurs dans l'erreur globale afin d'en tirer des indications sur la manière de procéder éventuellement à une amélioration de la précision de l'essai.

Comme le coke est un produit que l'on peut qualifier de continu en ce sens qu'on n'y peut pas distinguer d'unités de production individualisées, l'erreur d'échantillonnage ne peut être estimée *a priori* en fonction de la grandeur de l'échantillon. Il faut établir un plan d'expérience pour pouvoir chiffrer cette erreur d'échantillonnage en même temps que l'erreur globale.

Le problème se pose de la même façon chaque fois que l'on veut caractériser un produit continu ou de grande dimension par rapport à celle de l'échantillon sur lequel porte la mesure. On rencontre donc très fréquemment en sidérurgie des problèmes du même genre auxquels les plans d'expérience que nous avons utilisés peuvent être très aisément adaptés.

## DESCRIPTION DES PLANS D'EXPÉRIENCE

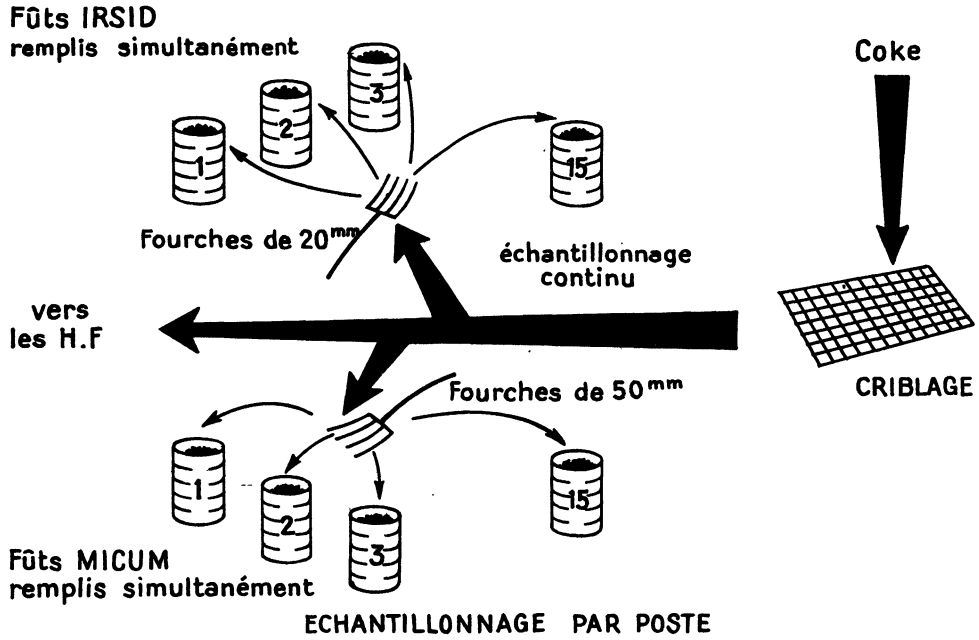
### Expérience préliminaire.

Nous avons voulu voir par un premier essai si, dans le cas particulier d'un échantillonnage parfait, l'erreur d'échantillonnage était importante par rapport à l'erreur due au tambour.

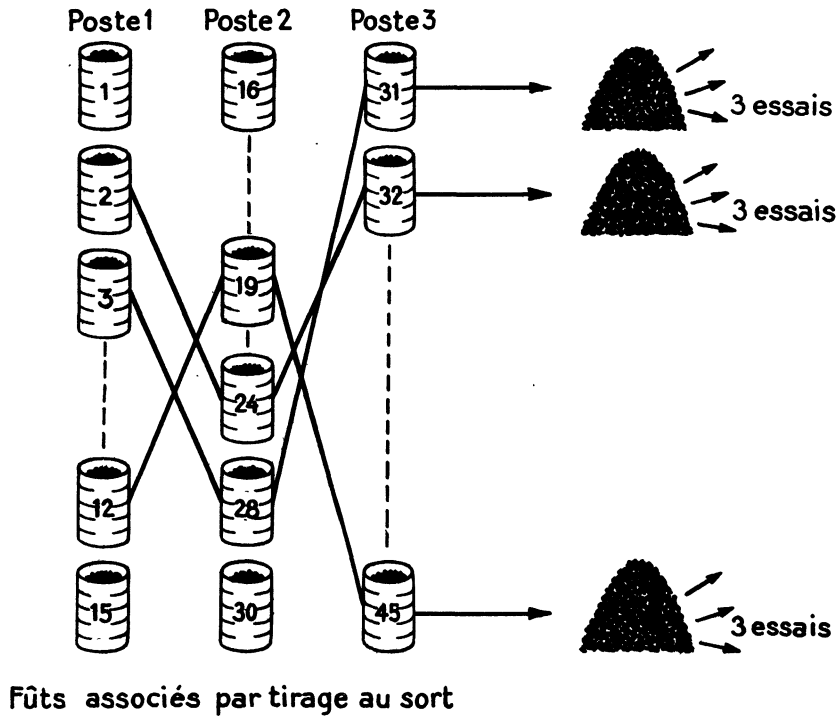
Nous avons donc considéré la production de 24 heures d'une cokerie (soit 1.000 tonnes environ) et avons procédé de la manière schématisée par la figure ci-contre (fig. 1).

---

(2) Mission interalliée de contrôle des usines et des mines.



**REPARTITION, exemple pour le MICUM**



**Fig. 1**

Nous avons donc obtenu pour l'essai MICUM par exemple quinze groupes de trois résultats. Chaque groupe correspond à un échantillon de 200 kg environ prélevé par échantillonnage continu dans la fabrication de la journée (1).

Cet ensemble de résultats correspondant à un plan d'expérience du type split-plot se prête à l'analyse de la variance pour tester la signification de la variance  $\sigma_E^2$  due à l'échantillonnage par rapport à la variance  $\sigma_T^2$  due à la mesure au tambour.

A titre d'exemple on trouvera ci-dessous le tableau d'analyse pour la caractéristique  $M_{10}$ .

Tableau 1

Source de variation	Degrés de liberté	Variance	
Intragroupes	$2 \times 15 = 30$	$s_T^2 = 0,0861$	
Intergroupes	$15 - 1 = 14$	$s_G^2 = 3 s_G^{(1)} = 0,453$	$F = \frac{s_G^2}{s_T^2} = 5,3$
Echantillonnage		$s_E^2 = \frac{s_G^2 - s_T^2}{3} = 0,12$	Significatif à 1%

(1)  $s_G^2$  désigne la variance entre moyennes de groupes. C'est une estimation de

$$\sigma_G^2 = \sigma_E^2 + \frac{\sigma_T^2}{3}$$

Sauf pour la caractéristique  $M_{40}$ , nous avons trouvé une importance significative de l'erreur d'échantillonnage qui est toujours du même ordre de grandeur que l'erreur due à la mesure au tambour. On trouvera les principaux résultats de cette étude dans les tableaux 1 et 2.

### Deuxième expérience.

Encouragés par les résultats de la première expérience, nous avons procédé à une deuxième expérience plus complète.

En effet, notre première expérience présentait deux inconvénients :

— On y avait pratiqué un échantillonnage quasi parfait impossible à réaliser dans la pratique courante;

— Elle n'avait porté que sur une journée alors que l'hétérogénéité du coke peut varier d'un jour à l'autre.

Nous avons donc adopté pour notre deuxième expérience un échantillonnage courant soigné et l'avons fait durer quinze jours.

Nous l'avons organisée de façon à pouvoir en outre estimer les variations de qualité moyenne du coke d'un jour à l'autre (cf. schéma figure 2).

Le plan d'expérience adopté du type split-plot à deux étages se prête à l'analyse de la variance pour tester d'une part la signification de  $\sigma_E^2$  par rapport à  $\sigma_T^2$  et, d'autre part, la signification de la variance entre jours  $\sigma_H^2$  par rapport à la variance globale de l'essai, c'est-à-dire la variance  $\sigma_G^2$  entre moyennes d'échantillons prélevés le même jour.

A titre d'exemple, on trouvera ci-après le tableau d'analyse pour la caractéristique  $M_{10}$ .

Les tableaux 1 et 2 rassemblent les résultats de cette étude.

(1) La régularité de l'échantillonnage et des mesures a été confirmée par la normalité apparente de la distribution des moyennes des groupes.

Ils appellent quelques remarques :

1° Un incident dans la marche de la cokerie s'étant produit le cinquième jour (10 avril), nous avons fait le dépouillement des résultats d'abord en gardant cette journée puis en la supprimant. Cet incident a provoqué une baisse de qualité qui n'a duré que ce

### PLAN D'ESSAI .2<sup>e</sup> ETUDE

Exemple pour le jour J (durée 15 jours)

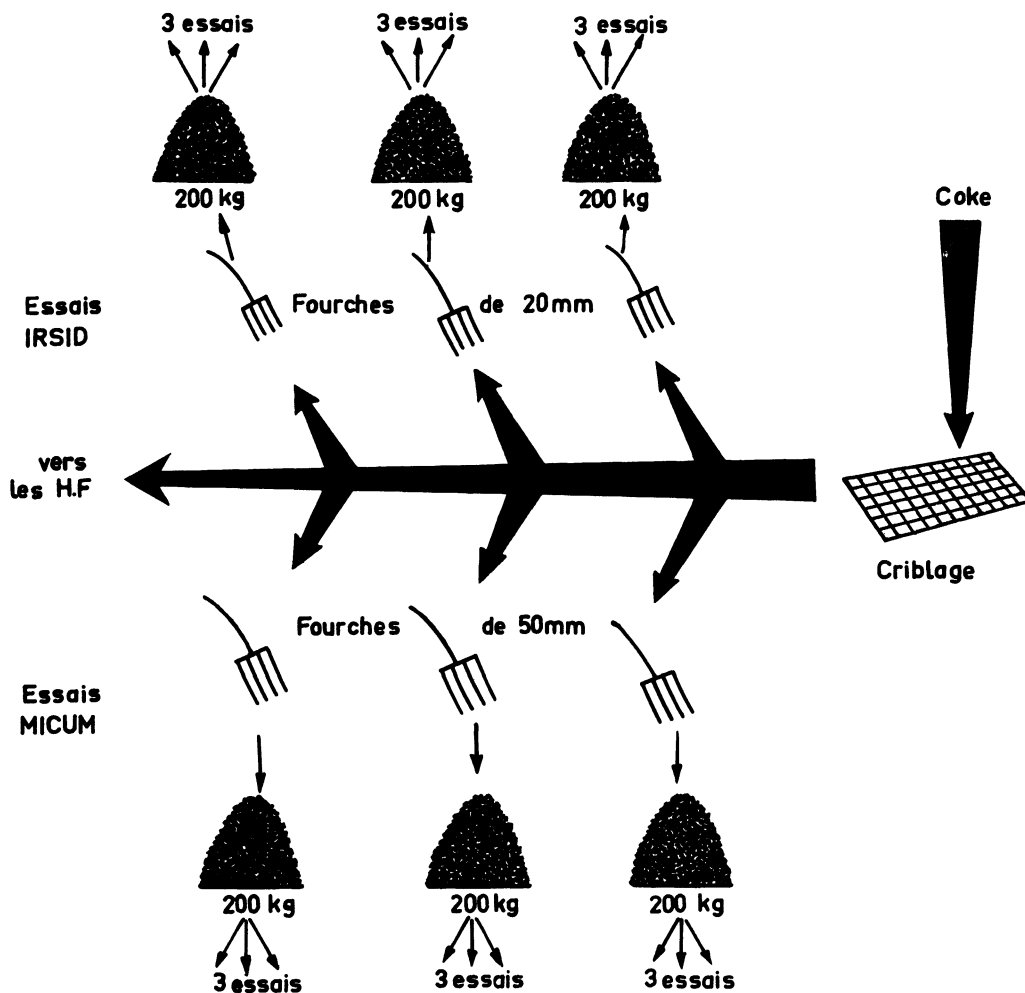


Fig. 2

seul jour, mais a été suivie par un accroissement plus durable de l'hétérogénéité mesurée par la dispersion due à l'échantillonnage.

2° La dispersion due à l'échantillonnage s'est toujours montrée significative par rapport à la dispersion due au tambour sans être toutefois supérieure à celle trouvée dans la première étude.

Ceci conduit à préconiser le remplacement du prélèvement unique de 200 kg environ servant à trois essais dont on fait la moyenne par trois prélèvements indépendants de 70 kg environ sur chacun desquels on pratique un seul essai.

La variance passe ainsi de

$$\sigma_G^2 = \sigma_E^2 + \frac{\sigma_T^2}{3} \quad \text{à} \quad \sigma^2 = \frac{\sigma_E^2 + \sigma_T^2}{3} \quad (1)$$

## COMPARAISON DES « POUVOIRS SÉPARATEURS » DES ESSAIS MICUM ET IRSID

On peut se demander si, étant donné deux coques que l'on veut comparer, il est plus facile de les distinguer avec l'essai MICUM ou avec l'essai IRSID.

Ceci a été le point de départ d'une étude théorique faite par M. F. BASTENAIRE sur la comparaison des pouvoirs séparateurs de deux procédés de mesure. Cette étude sera prochainement publiée ici et repose sur le modèle suivant :

On suppose que les caractéristiques MICUM et IRSID homologues (2) M et I sont toutes deux des mesures d'une même grandeur  $t$  à laquelle elles sont reliées par des relations du type :

$$(1) \quad \begin{aligned} M &= a t + M_0 + \alpha \\ I &= b t + I_0 + \beta \end{aligned}$$

$a$  et  $b$  sont les sensibilités des procédés de mesure (déviations correspondant à une variation unitaire de la grandeur à mesurer  $t$ ), tandis que  $\alpha$  et  $\beta$  sont les erreurs de mesure que nous supposons accidentelles, c'est-à-dire de moyenne nulle, d'écart-type  $\sigma_\alpha$  et  $\sigma_\beta$  et distribuées normalement.

Tableau 2

Source de variation	Degrés de liberté	Variance	
Inter-jours	15 - 1 = 14	$s_1^2 = 9 s_{a_1}^2 = 0,234$	$F_2 = \frac{s_1^2}{s_2^2} = 1,47$ non significatif
Intra-jours Inter-groupes	2 x 15 = 30	$s_2^2 = 3 s_G^2 = 0,159$	$F = \frac{s_2^2}{s_T^2} = 14,7$
Intra-groupes	2 x 45 = 90	$s_T^2 = 0,11$	Significatif à 5%
Echantillonnage		$s_E^2 = \frac{s_2^2 - s_T^2}{3} = 0,02$	
Fluctuation journalière		$s_H^2 = \frac{s_1^2 - s_2^2}{9} = 0,02$	
(1) $s_{G_1}^2$ désigne la variance entre moyennes journalières. C'est une estimation de $\sigma_{G_1}^2 = \sigma_H^2 + \frac{\sigma_G^2}{3}$			

(1) Cette méthode, peu appliquée en pratique, est appelée méthode courante parce qu'elle avait été à juste titre préconisée dans un premier projet de norme.

(2)  $M_{40}$  et  $I_{20}$   
 $M_{10}$  et  $I_{10}$

CARACTÉRISTIQUES		M <sub>40</sub>		M <sub>20</sub>		M <sub>10</sub>		I <sub>20</sub>		I <sub>10</sub>	
Etude		I	II	I	II	I	II	I	II	I	II
Moyenne générale		72,33 (1) II	78,24 78,48 <sup>x</sup>	90,50 II	91,65	7,31 II	6,82	75,63 II	78,79	20,43 II	18,54
Variance due au tambour $s_T^2$		1,55 (NS) (2)	1,06 1,09 <sup>x</sup> (1)	0,13 (NS)	0,14	0,09 (NS)	0,11	0,39 (NS)	0,67 0,45 <sup>xx</sup>	0,35 I (NS) <sup>xx</sup>	0,65 0,41 <sup>xx</sup>
Variance entre moyenne d'échantillons correspon- dant à un même jour $s_G^2$		0,668 (NS)	0,77 0,65 <sup>x</sup>	0,178 (NS)	0,087	0,151 I	0,053	0,366 (NS)	0,35	0,323 (NS)	0,423
Variance due à l'échantillonnage $s_E^2$		0,15	0,41 0,29 <sup>x</sup>	0,13	0,04	0,12 I	0,02	0,24 (NS)	0,13	0,20	0,20
Niveau de signification de la dispersion due à l'échantillonnage (du rapport $3 s_G^2 / s_T^2$ )		NS	I I <sup>*</sup>	II	II	II	I	II	II	I	II
Variance entre moyennes journalières $s_{G_1}^2$			0,94 0,036 <sup>x</sup>		0,104		0,036		0,54		0,39
Niveau de signification de la dispersion due aux fluctuations quotidiennes du coke (du rapport $3 s_{G_1}^2 / s_G^2$ )			II (NS) <sup>x</sup>		II		(NS)		II		I
Variance due aux fluctuations quotidiennes du coke $s_H^2$			0,68 0 <sup>x</sup>		0,08		0,02		0,43		0,25
Méthode	Var. "intra-jours" $\frac{s^2 - \frac{s_E^2 + s_T^2}{3}}{3}$	0,57	0,49 0,46 <sup>x</sup>	0,09	0,06	0,07	0,04	0,21	0,27	0,18	0,28
Courante (3)	Var. "inter-jours" $s_j^2 = s_H^2 + \frac{s_E^2 + s_T^2}{3}$		1,17 0,46 <sup>x</sup>		0,14		0,06		0,7		0,53

- (1) Les croix indiquent les résultats obtenus après suppression des résultats du 10 Avril (groupe V).  
Les doubles croix ceux obtenus après suppression de ceux de la journée du 11 Avril.
- (2) Les symboles (NS), I (significatif au risque 5 %) et II (significatif au risque 1 %) indiquent le degré de signification de la différence entre les résultats de la première et de la deuxième étude.
- (3) La production de la demi-journée est caractérisée par la moyenne des résultats obtenus sur 3 échantillons soumis chacun à une épreuve.



Si on connaissait  $a, b, M_0$  et  $I_0$ , on aurait de  $t$  deux estimations non biaisées :

$$\hat{t}_M = \frac{M - M_0}{a} \quad \text{dont la variance est } \frac{\sigma_\alpha^2}{a^2}$$

$$\hat{t}_I = \frac{I - I_0}{b} \quad \text{dont la variance est } \frac{\sigma_\beta^2}{b^2} \beta$$

et l'on voit que la comparaison des pouvoirs séparateurs des deux procédés de mesure revient au choix de la meilleure estimation de  $t$  (la différence entre deux valeurs  $t_1$  et  $t_2$  de  $t$  sera estimée par  $\hat{t}_1 - \hat{t}_2$  dont la variance est  $2\sigma_t^2$  ; celle-ci est donc d'autant mieux estimée que  $\sigma_t^2$  est plus faible).

Pour choisir entre les deux procédés de mesure, M. BASTENAIRE propose de comparer à 1 le rapport :

$$I/M = \frac{\sigma_{\hat{t}_M}^2}{\sigma_{\hat{t}_I}^2} = \frac{\sigma_\alpha^2}{\sigma_\beta^2} \cdot \frac{b^2}{a^2} .$$

Selon que  $I/M$  sera plus grand ou plus petit que 1, le pouvoir séparateur de l'essai IRSID sera supérieur ou inférieur à celui de l'essai MICUM.

Remarquant que sous l'hypothèse que les erreurs de mesure ne dépendent pas de  $t$ , on déduit des équations (1) :

$$\begin{cases} \sigma_M^2 = a^2 \sigma_t^2 + \sigma_\alpha^2 & (1) \\ \sigma_I^2 = b^2 \sigma_t^2 + \sigma_\beta^2 \end{cases} \quad \frac{a^2}{b^2} = \frac{\sigma_M^2 - \sigma_\alpha^2}{\sigma_I^2 - \sigma_\beta^2} .$$

M. BASTENAIRE propose d'estimer  $\mathcal{C}_{I/M}$  par :

$$\mathcal{C}_{I/M} = \frac{s_I^2 - s_\beta^2}{s_M^2 - s_\alpha^2} \cdot \frac{s_\alpha^2}{s_\beta^2}$$

et détermine ces limites de confiance approchées pour  $\mathcal{C}_{I/M}$  .

Si donc on  $a$ , comme ici, fait un même nombre  $k = 3$  de mesures par échantillon, on voit que  $s_I^2$  et  $s_M^2$  sont les variances entre moyennes d'échantillons égales au quotient par  $k$  des variances entre échantillons, tandis que  $s_\alpha^2$  et  $s_\beta^2$  sont égales au quotient par  $k$  de la variance intra-échantillons.

On a donc :

$$\mathcal{C}_{I/M} = \frac{V \text{ inter } (I) - V \text{ intra } (I)}{V \text{ inter } (M) - V \text{ intra } (M)} \cdot \frac{V \text{ intra } (M)}{V \text{ intra } (I)} .$$

L'application de la méthode à la comparaison des pouvoirs séparateurs des deux opérations aux tambours MICUM et IRSID homologues sur l'ensemble des 60 échantillons prélevés au cours des deux expériences donne les résultats suivants :

$$\mathcal{C}_{I/M} = \frac{M_{40} \text{ et } I_{20}}{0,700} \cdot \frac{M_{10} \text{ et } I_{10}}{0,822} .$$

Ces valeurs ne diffèrent pas significativement de 1. On ne peut donc rien conclure de positif sur les sélectivités relatives des deux opérations aux tambours homologues.

La comparaison des pouvoirs séparateurs des essais proprement dits, c'est-à-dire des ensembles échantillonnage et mesures au tambour à laquelle permet de procéder la

(1) Si  $t$  ne varie pas aléatoirement, mais prend les valeurs  $t_i (i=1,2,..,n)$   $\sigma_t^2$  doit être remplacé par  $\frac{\sum_{i=1}^n (t_i - \hat{t})^2}{n}$

CARACTERISTIQUES		M <sub>40</sub>		M <sub>20</sub>		M <sub>10</sub>		I <sub>20</sub>		I <sub>10</sub>	
		I	II	I	II	I	II	I	II	I	II
Etude		I	II	I	II	I	II	I	II	I	II
Moyenne générale		72,33	78,24 <sub>II</sub> 78,48 <sup>x</sup>	90,50	91,65	7,31	6,82	75,63	78,79	20,43	18,54
Erreur due au tambour 2 s <sub>T</sub>		2,49	2,06 2,09 <sup>x</sup>	0,72	0,74	0,58	0,66	1,24	1,64 1,34	1,18	1,61 1,28 <sup>x</sup>
Erreur sur les moyennes d'échantillons correspondant à un même jour 2 s <sub>G</sub>		1,63	1,75 1,62 <sup>x</sup>	0,84	0,59	0,78	0,46	1,21	1,18	1,14	1,30
Erreur due à l'échantillonnage 2 s <sub>E</sub>		0,78	1,28 1,08 <sup>x</sup>	0,72	0,40	0,69	0,25	0,99	0,67	0,89	0,89
Erreur due aux fluctuations quotidienne du coke 2 s <sub>H</sub>			1,65 0 <sup>x</sup>		0,55		0,27		1,38		1,00
Méthode courante (1)	Erreur sur la caractéristique moyenne d'un lot de coke (une 1/2 journée) $\frac{2 s}{\sqrt{3}}$	1,51	1,40 1,36 <sup>x</sup>	0,60	0,49	0,53	0,40	0,92	1,04	0,85	1,06
	Erreur sur la caractéristique moyenne d'une production estimée sur 1/2 journée 2 s <sub>j</sub>		2,16 1,36 <sup>x</sup>		0,75		0,49		1,67		1,46
Différence minimum entre 2 valeurs obtenues sur des lots (1000t) significative d'une différence ;											
a) entre lots de coke $\frac{2 s}{\sqrt{3}} \sqrt{2}$		2,15	2,00 1,9 <sup>x</sup>	0,85	0,7	0,75	0,6	1,3	1,45	1,2	1,5
b) entre coques 2 s <sub>j</sub> $\sqrt{2}$			3,05 1,9 <sup>x</sup>		1,05		0,7		2,35		2,05

(1) Voir tableau I.

deuxième expérience en considérant comme échantillon le lot journalier et comme mesure le résultat moyen obtenu sur chaque échantillon, conduit, comme il fallait s'y attendre étant donné la faible variation de qualité moyenne du coke d'un jour à l'autre, à des valeurs de  $\mathcal{C}_{I/M}$  encore plus voisines de 1.

Ces résultats ne doivent pas surprendre car les plans des essais n'avaient pas été établis dans ce but. La comparaison des pouvoirs séparateurs des deux essais ne peut se concevoir que sur un large éventail de qualité de coke. Ici, la dispersion entre échantillons est trop faible par rapport à celle de la mesure et au surplus dans la comparaison des seules mesures au tambour, on n'a pas associé des mesures MICUM et IRSID au sein d'un même échantillon.

Je tiens à préciser à nouveau en terminant que je me suis étendue longuement sur ces essais en raison de la généralité du plan d'expérience avec blocs inclus les uns dans les autres qui a été utilisé ici. Ce plan permet de chiffrer les effets d'opérations intermédiaires qui ne peuvent être estimés directement par suite des erreurs commises dans les opérations ultérieures.

J'espère maintenant que quelques-unes parmi les personnes présentes voudront bien nous parler de leurs travaux.

J. ULMO.