

REVUE DE STATISTIQUE APPLIQUÉE

P. FERIGNAC

Des surprises d'un échantillonnage

Revue de statistique appliquée, tome 9, n° 4 (1961), p. 97-100

http://www.numdam.org/item?id=RSA_1961__9_4_97_0

© Société française de statistique, 1961, 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/>

DES SURPRISES D'UN ÉCHANTILLONNAGE

P. FERIGNAC

Statisticien

I - TOLERANCES.

Le chrome métallique pur est utilisé en alliage dans un grand nombre de fabrications métallurgiques spéciales telles que résistances électriques, thermocouples, outils de coupe, aubes de turbines, ... Il est livré en fûts, de 200 kg environ, concassé en morceaux passant à travers un crible dont la maille est de 25 mm. Un fût contient donc des parcelles de toutes dimensions depuis les fines jusqu'aux grains de 25 mm.

Le chrome est un métal cher qui doit satisfaire à des spécifications strictes en vue de l'élaboration d'alliages de haute qualité sur lesquels on est très exigeant. En particulier, un consommateur de chrome demande à son fournisseur un métal dont la teneur moyenne en azote soit inférieure à 0,1 %. Il y a lieu de remarquer que la répartition de l'azote dans la masse n'est pas en cause. D'ailleurs, bien que cette répartition ne soit pas uniforme dans le lingot, qui pèse environ 1 tonne, le mélange des morceaux au cours des concassages et des criblages successifs tend à homogénéiser le produit.

II - CONTROLE.

Le fournisseur et son client se mettent d'accord sur une méthode d'analyse commune afin d'éviter les écarts systématiques imputables au procédé de dosage. Avant de signer le cahier des charges, l'usine productrice de chrome, soucieuse de tenir ses engagements, contrôle l'azote dans sa production courante.

Le chrome-métal sort des fours sous forme de lingots cylindriques d'environ 1m de diamètre, 0,3 m de hauteur et pesant à peu près 1 tonne. Le métal est ensuite concassé dans un broyeur à mâchoires et un ouvrier soigneux prélève, au hasard, des échantillons sur des coulées provenant de plusieurs fours. Il constitue ainsi, pour chaque coulée, une prise d'essai d'environ 200 g qui est envoyée au laboratoire. La matière première étant bien mélangée au cours des opérations de broyage, le prélèvement étant réparti au hasard dans la masse, on suppose que l'échantillon est représentatif de la livraison.

Les teneurs en azote observées se situent toutes entre 0,02 % et 0,06 %. Dans ces conditions, la production étant conforme aux normes du cahier des charges ($N \leq 0,10$ %), la fourniture est acceptée.

III - LE PROBLEME.

III.1 - Dès les premières livraisons, des contestations s'élèvent :

Les lots en litige, contrôlés à l'usine, contiennent 0,04 % d'azote alors que le client trouve 0,12 %.

A la suite de ces réclamations, le contrôleur de l'usine productrice pensa que les divergences pouvaient provenir d'un mélange insatisfaisant de la matière première au concassage : des concentrations élevées dans certaines régions du lingot pouvaient être responsables des gros écarts observés systématiquement entre les analyses à l'usine et chez le client.

Pour vérifier cette hypothèse, le mode d'échantillonnage est modifié. Le lingot est cassé à la masse (opération facile, le chrome présentant de nombreux plans de clivage), les morceaux sont laissés à terre sans les mélanger, on prélève 50 kg de chrome répartis au centre, sur les bords, en haut et en bas du lingot. Sur ce premier échantillon, concassé en fragments inférieurs à 10 mm et mélangé soigneusement, on fait une prise d'essai d'environ 200 g qui est analysée au laboratoire.

Le résultat est décevant : alors qu'à l'usine les teneurs en azote sont de l'ordre de 0,03 %, le client trouve dans les échantillons qu'il prélève sur les mêmes livraisons des teneurs variant de 0,08 % à 0,12 %.

Le problème est ainsi posé : quel est le facteur contrôlable susceptible d'expliquer les écarts systématiques entre les résultats des deux laboratoires ?

III.2 - Expérience.

Sans idée très précise sur la cause des divergences observées, on procède à des analyses sur des morceaux de lingot répartis selon leur grosseur.

On constitue l'échantillon de la manière suivante : un lot de chrome est concassé, les morceaux sont classés en 3 catégories, gros morceaux, noisettes et fines. Sur chacune des trois classes, on prélève un échantillon par quartage. Cette méthode qui exige une manutention importante est fréquemment utilisée pour l'échantillonnage des minerais : on étale la matière première, on la mélange soigneusement à la pelle et l'on en prélève un quart ; les mêmes opérations sont conduites sur cette fraction et poursuivies jusqu'à la prise finale qui est envoyée au laboratoire.

Le bulletin d'analyse donne les résultats suivants :

| | |
|---------------------|-------------|
| Gros morceaux | N = 0,015 % |
| Noisettes | N = 0,065 % |
| Fines | N = 0,765 % |

Ces chiffres montrent que la teneur en azote est liée à la grosseur des morceaux, elle croît avec la finesse de la matière première. La fragilité du chrome croît avec sa teneur en composés azotés, d'où l'explication des résultats : les fragments les plus menus sont les plus fragiles et présentent donc la teneur la plus élevée en azote.

Afin de préciser ce premier résultat on a poursuivi l'expérience sur les fines seules qu'on a concassées, puis tamisées et divisées en 4 classes, d'après la grosseur des grains. La finesse des tamis est mesurée par le

nombre de mailles au pouce linéaire, elle varie donc dans le même sens que la mesure indiquée. Sur les fines de même grosseur on opère par quartages de manière à prélever un échantillon aussi représentatif que possible. Les résultats d'analyse sont indiqués ci-dessus :

| | | | | | | | | | | |
|--------------|---|---|------|------|-----|-------|---|------------|---|-------------|
| 18 mailles < | | | gros | seur | des | fines | < | 12 mailles | | N = 0,078 % |
| 40 | " | < | | | | | < | 18 | " | N = 0,260 % |
| 80 | " | < | | | | | < | 40 | " | N = 1,153 % |
| | | | | | | | < | 80 | " | N = 2,920 % |

Ces résultats confirment ceux qui ont déjà été obtenus en classant grossièrement les morceaux en gros, noisettes et fines. Ils mettent en évidence la liaison entre fragilité et teneur en azote et la nécessité d'éliminer ce facteur dans la constitution d'un échantillon représentatif de la teneur moyenne en azote des lingots. En conséquence, la prise pour analyse devra être répartie selon la grosseur des grains, leur distribution suivant d'aussi près que possible la distribution réelle dans le fût de métal concassé.

Les propriétés mises en lumière expliquent les contestations entre le fournisseur et son client : le premier prélevait une proportion importante de grains assez gros, les moins fragiles et donc de faible teneur en azote, alors que le second opérait sur une proportion trop élevée de fines qui provenaient des parties les plus fragiles du lingot et donc de haute teneur en azote. Ces modes d'échantillonnage expliquent les différences relevées dans les analyses mais sont sans grande valeur pour l'estimation de la teneur moyenne en azote ; chacune des estimations est entachée d'erreur systématique du fait que toutes les classes de grosseur de grains n'y interviennent pas avec une pondération à l'image de leur importance relative.

III.3 - Nouvelles consignes d'échantillonnage.

La méthode du quartage est trop onéreuse pour le producteur car elle est appliquée à chaque lingot. On a préféré une solution plus mécanique qui consiste à faire passer le chrome concassé dans une série de diviseurs à riffles. Chaque appareil permet avec un minimum de manutentions de diviser le lot de métal concassé en deux fractions à peu près identiques quant à leur poids et à leur constitution. Après passage dans une série d'appareils on a donc une bonne représentation proportionnelle de toutes les grosseurs du lingot concassé.

IV - CONCLUSIONS.

Le producteur et son client, ayant convenu d'une méthode d'échantillonnage commune, leurs analyses furent concordantes et ne soulevèrent plus les contestations pénibles du début des livraisons. Cette régularisation des relations est certainement très heureuse pour l'un et l'autre.

L'exemple développé illustre bien les difficultés qu'on rencontre fréquemment dans l'échantillonnage d'une marchandise en vrac. Lorsque la caractéristique dont on veut contrôler le niveau moyen est liée à une propriété physique de la matière première, il faut éliminer les variations dues à cette propriété par l'adaptation d'une méthode de prélèvement appropriée. Cela n'est pas toujours facile. Dans l'exemple que nous décrivons, la liaison entre la fragilité et la teneur en azote n'était pas soupçonnée au début des livraisons et il a fallu que les contestations apparaissent pour que ce facteur soit mis en évidence et finalement éliminé.

Il s'agissait ici du contrôle de la teneur moyenne en azote des lingots. Lorsque, pour certains usages, l'homogénéité de la masse est importante, il faut concevoir le contrôle à l'aide d'échantillons rationnels aptes à permettre de juger la répartition de la caractéristique dans le lingot.

Dans chaque cas particulier, en regard du but poursuivi, une étude préalable minutieuse doit être entreprise : elle est nécessaire pour une saine définition de la qualité utile.

Nous ajouterons que l'étude sur l'échantillonnage du chrome qui a mis en évidence l'influence des composés azotés du chrome a conduit l'aciérie à mettre en place une méthode d'élaboration sous vide, la teneur en azote peut être alors extrêmement faible. On obtient ainsi des produits dont la teneur moyenne en azote varie de 0,005 % à 0,015 %.

Les contestations initiales se sont donc traduites finalement par une méthode d'échantillonnage valable et par des progrès notables dans la fabrication. Si elles ont posé un problème, sa solution fut doublement heureuse.