Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

UNIVERSITE D'ALGER

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT MINES ET METALLURGIE

Projet de Fin d'Etudes présenté par Abderrah. OULD - ALI

Controles des Analyses Chimiques, au cours de l'expertise des rèserves des Gisements Minéraux

Sujet proposé :
par M. OUSSIKOV

Dirigé :
par M. OUSSIKOV
et DESCHAMPS

— 1974 - 75 —

REMERCIEMENTS :

Qu'il me soit permit de remercier particulièrement M. J.J. LECOMTE pour l'aide appréciable qu'il m'a apporté et les précieux conseils qu'il n'a cessé de me prodigué pour la préparation et l'élaboration de la partie informatique de ce présent projet ;

Que M. OUSSIKOV (Promoteur de mon présent projet) trouve ici la marque de ma profonde sympathie ainsi que mes remerciements les meilleurs pour son aide appréciable, ses conseils et son expérience, qu il n'a céssé de m'apporter tout au long de la préparation de mon projet ;

Enfin que toutes les personnes qui m'ont aidé de prés ou de loin dans mon travail, trouvent ici l'expression de ma profonde reconnaissance ainsi que le signe de mes remerciements les plus sincères.

Abderrahmane OULD-ALI

SOMMAIRE :

§ ~~**********************~~ §

1 - Introduction.

2 - TYPES DE CONTROLES :

2.1. La vérification interne

2.2. La vérification externe

2.3. La vérification par des échantillons étalons

2.4. Comment comparer deux populations

3 - INTRODUCTION AU CALCUL STATISTIQUE :

3.1. Limite de confiance

3.2. Application à l'analyse

3.3. Moyenne et écart-type d'une série infinie de mesures . Fidélité

3.4. Valeurs estimées de la moyenne et de l'écart-type

3.5. Ecart-type éstimé sur la moyenne

4 - DETERMINATION DES ERREURS ACCIDENTELLES :

4.1. Cas d'une seule série de mesures

4.2. Estimation de l'écart-type dans le cas où l'on a plusieurs séries de mesures

4.2.1. Comparaison de deux moyennes

4.2.2. Méthode proposée par PROKOFIEV

4.2.3. Méthode proposée par BARATCHEV

5 - DETERMINATION DES ERREURS SYSTEMATIQUES PAR LE CONTROLE EXTERNE :

5.1. Méthode proposée par YOUFA

5.2. Méthode proposée par R. MURARD

6 - METHODE DE Y. OUSSIKOV

6.1. Loi Log-normale

6.2. Estimation de la variance de l'écart-type sur les écarts (xi - yi)

ou (Log xi - Log yi)

6.3. Graphes d'une distribution normale des écarts (xi -yi)

6.4. Test 0,8 de normalité

6.5. Graphes d'une distribution Log-normale des écarts (xi - yi)

6.7. Détermination de la constante C.

6.8. Carte de contôle

6.9. Marche à suivre pour entreprendre les calculs

6.10. Applications numériques

7 - CONCLUSION

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

****

UNIVERSITE D'ALGER

****

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT MINE ET METALLURGIE

PROJET DE FIN D'ETUDES PRESENTE PAR ABDERRAHMANE [illegible] *

CONTROLE DES ANALYSES CHIMIQUES AU COURS DE L'EXPERTISE DES RESERVES DES GISEMENTS MINERAUX.

Sujet Proposé :

par M. OUSSIKOV

Dirigé :

par M. OUSSIKOV

et M. DESCHAMPS

I N T R O D U C T I O N

------ooOoo------

L'expert mineur. A pour tache d'etudier, de verifier, et de systematiser les renseignements venant de l'étude du gisement. En plus du compte rendu principal, il doit prêter une attention particulière aux Documentations provenant des organismes d'exploitation et des projets, en essayant d'adapter ces renseignements aux conditions économiques et industrielles actuelles de la région du pays.

L'évaluation d'un gisement necessite une analyse approfondie dans quatre domaines essentiels.

1) La géologie et la prospection.
2) Les problèmes miniers.
3) Les problèmes de la Technologie.
4) Les problèmes Economiques.

Il devra analyser avec precision les reserves évaluées de minerai, c'est à dire de verifier l'exactitude des calculs des reserves et les conditions industrielles car il arrive parfois que les indices d'évaluation des gisements de valeur non industrielle différencient peu de ceux des gisements d'une valeur industrielle. Le changement d'un seul de ces indices (ameliorations economiques de la Région, élaboration d'une nouvelle et plus efficace technologie de traitement des matières premières) peut suffire pour que le gisement non industriel devienne un gisement d'une valeur industrielle .

Dans l'xpertise des Reserves on verifiera la precision des analyses chimiques, des dépendances corrélatives calculées entre des grandeurs géologiques, des constructions graphiques, des calculs analytiques, de même que les erreurs techniques de prospection ; celles des mesures d'epaisseur, de la teneur moyenne de la réserve...

L'important est de verifier l'authenticité des chiffres des reserves en fixant une limite maximum et minimum d'estimation.

..../....

On devra donc verifier. Six points fondamentaux.

1) La valeur industrielle du Minerai.
2) La possibilité d'extraction du Minerai du point de vue minier et Technologique.
3) Le volume de production (Rythme d'exploitation).
4) Etablir le profil de l'entreprise.
5) Les dépenses principales de l'entreprise et déduire le prix de Revient de laproduction.
6) La rentabilité de l'entreprise minière.

On arrive ainsi à donner au gisement etudié une appreciation générale assez complète.
Certains paramètres fournis après l'analyse des echantillons pris d'un certain nombre de travaux miniers de surfaces et de profondeur sont particulièrement interressant pour l'expert ; se sont le tonnage ou réserves geologiques Q_g et la teneur T il déduira ainsi le tonnage du concentré Tc

$$Tc = Q_g \times T$$

Il faudra evaluer ces grandeurs et surtout de savoir aves quelle <u>Précision</u> l'estimation qu'il a faite represente la realité.

Le but de mon étude sera de determiner et d'evaluer les erreurs commises à l'analyse chimique des échantillons en faisant appel aux lois de probabilité qui fourniront l'outillage Mathématique nécessaire à une telle réalisation.

- Si nous prënons par exemple un gisement filonien exploité par Blos de 40 x 60 m. La difference entre les reserves calculées et les resultats obtenus à l'exploitation peut varier de + 200 % à – 80 % mais notons que pour l'ensemble des Blocs (depassant la dizaine) l'ecart ne dépasse pas ± (4 – 5)%.

Une erreur commise sur la teneur peut entrainer une sous-evaluation ou une surevaluation des reserves d'où l'importannee du problème.

- Au niveau de l'evaluation des reserves.
- De la teneur limite.
- De la rentabilité de l'entreprise qui pourrait être déficitaire.
- De l'établissement des dimensions des réserves.

Une erreur sur la teneur faussera le profil que devra suivre l'entreprise minière, d'où la nécessité de fixer un optimum d'erreur qu'on devra respecter au niveau de l'analyse.
L'etude comportera certaines methodes mathématiques proposées par différents auteurs R. MURARD de la revue L'INDUSTRIE MINERAL, YOUFA, PROKOFIEV, OUSSIKOV...Afin d'estimer les erreurs aleatoires ou systématiques dans les séries d'analyses de contrôles internes ou externes. Vous trouverez un ensemble d'exemples concrets d'application de la statisque à l'art de l'ingénieur et plus particulièrement à l'art du Mineur.

LES ERREURS SYSTEMATIQUES ET ALEATOIRES OU ACCIDENTELLES.

Les différences entre les réserves reelles et estimees du Mineral utile sont dues à des erreurs techniques et a des erreurs dites d'analogie (ou d'extension) qui peuvent être.

ACCIDENTELLES ET SYSTEMATIQUE.

Dans les experiences de mesure, l'ecartentre le resultat x de la mesure et la vraie valeur xo de la quantité mesurée s'appellle l'erreur c'est la somme de deux termes :

1) L'erreur systématique : c'est la différence m - xo entre la valeur moyenne m de la variable qui constitue le résultat de la mesure et la vraie valeur Xo. L'erreur systématique est dangereuse, puisqu'elle conditionne seulement la surestimation ou au contraire la sous-estimation des resultats recherchés. C'est-à-dire c'est une erreur à un signe. (positif ou négatif).

2) <u>L'erreur Aleatoire ou erreur accidentelle</u> :

L'erreur aleatoire c'est la différence X-m qui est une variable aleatoire. Dont la valeur moyenne est nulle. Il en résulte que si N le nombre d'observations est suffisamment grand l'erreur accidentelle sur la moyenne arithmétique est très faible, (sauf dans des cas très peu probables). Car les erreurs aleatoires sont caracterisées par un signe variable et de ce fait se compendent mutuellement.

En revanche, la répétition des expériences n'a aucun effet sur l'erreur syst ématique qui réside inchangée.

On peut distinguer quatres causes essentielles (ou bien groupés de causes) donnant naissance à la marge entre les résultats de base et ceux de verification.

1) Difference insurmontable entre la teneur reelle en éléments utiles de l'échantillon de base et celle de l'échantillon à titre de verification due aux résultats d'analyse des échantillons conjugués.

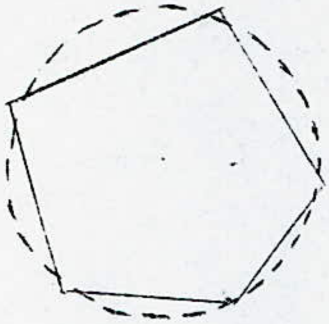
2) Erreurs accidentelles inévitables de l'analyse dues à l'imperfection des appareils, de l'oeil humain etc...

3) Graves fautes variées et erreurs de calculs aux analyses, négligence de l'operateur...

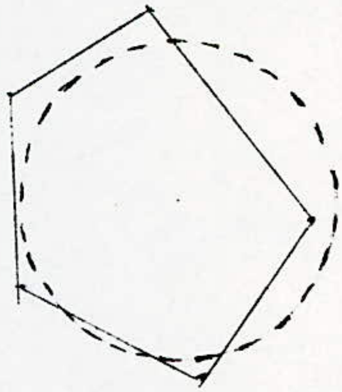
4) Défauts propres, dans les conditions données au procédé quelconque de prélèvement et de traitement (ou d'analyse) des échantillons.

Les erreurs dues aux deux premiers groupes de causes sont accidentelles lorsqu'on calcule la teneur moyenne, elles se compensent considérableme et influencent peu sur les résultats finaux.

Les erreurs conditionnées par les défauts de procédés de prélèvement ou d'analyse et parfois même de traitement d'echantillons sont contrairement aux erreurs accidentelles les erreurs à un signe. De ce fait, elles peuvent causer de sérieuses fautes aux conclusions générales. Telles que, report de secteur riche en elements utiles à ceux qui n'ont pas de valeur industrielle. Ce sont les erreurs syst ématiques et le but preponderant de la vérification est de les mettres en évidence opportunement.



estimation avec
erreurs aleatoires.

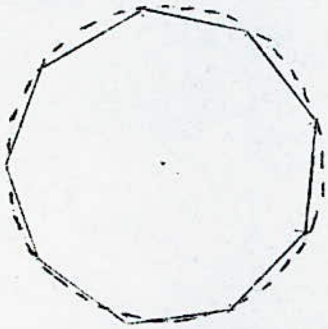


estimation avec
erreurs systhématiques.

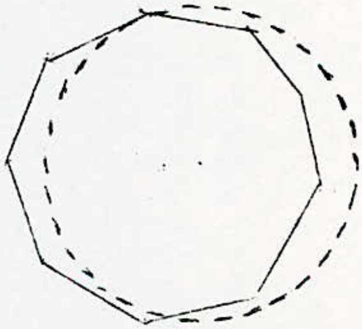
. — — .Contour reelle du gisement

. . ——Contour estimé.

Si on augmente le nombre N d'observations



Erreurs ~~systhématiques~~ aleatoires.



Erreurs ~~aleatoires~~ systematiques.

....../.....

2 TYPES DE CONTROLES :

La fidélité de la détermination des éléments utiles ou bien des impuretés nocives à l'aide des analyses chimiques est arrêtées par voie des operations de vérification spéciales qu'on considère obligatoires au cours de l'etude de la qualité des mineraux utiles. Les operations de controle spéciales de ce genre so nt :

1) Analyses de vérification internes.
2) Analyses de vérification externes.

2.1 LA VERIFICATION INTERNE.

Se fait dans le même laboratoire où on effectue les analyses de masse des echantillons de recherches ; elle est realisée par voie de l'analyse repétee d'une certaine part d'echantillons du matériau des doubles. Pour cette operation le matériau qu'on doit analyser est à chiffrer. La quantité d'echantillons pour la verification interne doit être telle qu'on puisse tirer des conclusions sur la presence et les dimensions des erreurs accidentelles des analyses chimiques.

2.2 LA VERIFICATION EXTERNE.

Est essentiellement destinée à définir les erreurs syst ématiques dans le travail du laboratoire, chargé de réaliser les analyses des échantillons de masse. A cet effet on envoie dans le laboratoire de controle les doubles des echantillons. On indique la composition minérale et la teneur approximative en constituants de chaque échantillon, mais on ne communique pas des données précises des analyses de chaque échantillon. Qu'on a reussi a obtenir dans les conditions du laboratoire local.

2.3 LA VERIFICATION PAR DES ECHANTILLONS ETALONS.

On prepare les échantillons qu'on soumet à l'analyse dans plusieurs laboratoires en respectant la précision maximum, Possible. Ensuite

....../.....

à intervalles periodique on envoie le materiel de ces echantillons dans le laboratoire locale en vue de faire les determinations necessaires .Ainsi on peut etablir une erreur systematique des analyses du laboratoire lo--cale , sana avoir recours aux laboratoire externe pour chaque étape de controle. On pourra aussi etablir les erreurs aleatoires ce mode de veri--fication est le plus interressant.

2.4 COMMENT COMPARER DEUX POPULATIONS.

Nous considerons simultanement deux populations P_2 et P_1 telles qu'à tout individu i_1 de P_1 correspond un individu et un seul i_2 DE P_2 et recipro--quement . Les deux populations P_1 et P_2 SONT dites APPAREILLEES.

Nous supposons qu'à tout prelèvement d'un échantillon E_1 dans P_1 corres--pond le prelèvement dans P_2 DE l'échantillon E_2 composé des individus appareillés aux individus composant E_1.

On se propose d'éxaminer par comparaison des echantillons E_1 et E_2 s'il est possible d'admettre l'identité des distributions vraie des populations P_1 et P_2.

Cette question correspond à des problèmes pratiques tels que :

_ Deux laboratoires procèdent à l'analyse en parallèle.On choisit un cer--tain nombre d'échantillons et on les fait analyser dans chacun des deux laboratoires.

Du rapprochement des résultats , peut-on conclure à la concordance des deux laboratoires,?

3 INTRODUCTION AU CALCUL STATISTIQUE.

Chaque fois que l on fait une mesure, on exprime par une valeur numérique x l'estimation d'une grandeur, dont la valeur réelle, inconnue est μ

La différence entre x et μ provient d'une serie de causes d'erreurs, ou éléas. Si l'on fait de nouvelles mesures de la même grandeur , on obtiendra une serie de valeurs x1, x2, x3, ect... différentes entre elles.

31 LIMITE DE CONFIANCE.

Soit x une valeur estimée ; on peut par différents procédés que nous examinèrons plus en détail par la suite, fixer pour la valeur vraie inconnue μ des limites de confiance, par exemple :

$$x - \varepsilon < \mu < x + \varepsilon$$

Plus précisement, on affirme qu'il y a 90 % de chances (ou 95 ou 99 %) pour que la valeur vraie μ soit comprise à l'intérieur de l'intervalle $x - \varepsilon$, $x + \varepsilon$.

3.2 APPLICATION A L'ANALYSE.

Dans certains cas le résultat de l'analyse n'a besoin d être connu qu'avec une certaine précision que l'on fixe à priori. Par exemple dans bien des cas, en pratique, on a pas besoin de connaître un résultat à mieux de ± 1 % près (erreur relative) c'est à dire qu'il suffit que l'intervalle de confiance soit inferieur ou égal à 2 % de la grandeur mesurée. Dans d'autre cas, dosage des traces par exemple, un résultat

l'intervalle de confiance soit inferieur ou égal à 2 % de la grandeur
mesurée. Dans d'autre cas, dosage des traces par exemple, un résultat

est satisfaisant s'il est connu à $\pm$ 20 % près (erreur relative). Il suffit que l'intervalle de confiance soit inférieur à 40 % de la grandeur mesurée. La plupart du temps on choisit une méthode, ou bien l'on met au point une méthode, telle que les mesures faites réellement comportent un intervalle de confiance nettement inférieur à la limite qu'on s'est ainsi fixée à priori, Par exemple dans un dosage volumétrique, on peut estimer les limites superieures des erreurs qui peuvent être dues à la pesée, aux erreurs de graduation des appareils, à l'appreciation du virage, etc... On pourra ainsi estimer par exemple que l'intervalle de confiance est inferieur à $\pm$ 0,5 % de la valeur estimée.

Si une precision de $\pm$ 2 % suffit en pratique, on en concluera qu'on a pas besoin de tirer le maximum de parti des informations obtenues. On admettra alors que toute mesure donne unes estimation suffisante de la valeur vraie qu'on cherche à mesurer ; et on cherchera seulement à se garantir contre les "erreurs grossieres" qui peuvent provenir par exemple d'une erreur de lecture, pour cela, on fait généralement une analyse en double et si les deux analyses donnent des résultats suffisamment voisoins, on admet qu'il n'y a pas lieu d'effectuer d'autres determinations.

Il arrive parfois que les méthodes dont on dispose ne remplissent pas ces conditions, il est alors necessaire de tirer maximum d'informations possible des resultats experimentaux que l'on peut obtenir, dans ce cas, des méthodes existent qui permettent d'arriver à ce résultat, ce sont les méthodes statistiques dont nous exposerons l'utilisation.

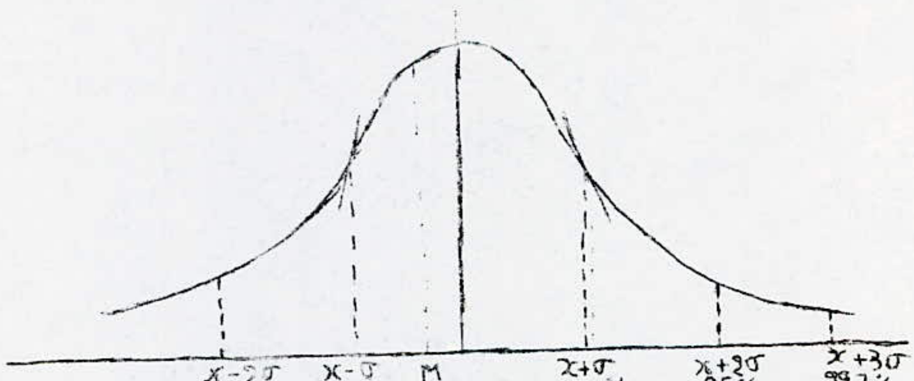
... / ...

3.3. MOYENNE ET ECART-TYPE D'UNE SERIE INFINIE DE MESURE. FIDELITE.

Soit une grandeur μ et supposons que l'on fasse une infinité de mesures on a ainsi une infinité de valeurs estimées xi. On peut tracer une courbe de frequences de xi pour cela, on porte en abscisses les valeurs experimentales xi en ordonnées les frequences, c'est à dire le nombre de mesures comprises dans l'intervalle xi $\pm \Delta$ x.

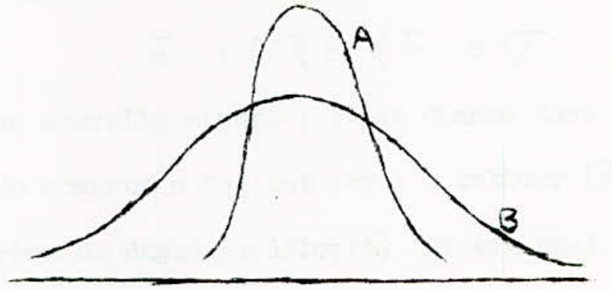
Si les valeurs experimentales correspondent à ce qu'on appelle une "distribution normale" c'est à dire si les causes d'erreur sont en grand nombre et libres de jouer au hasard independamment les unes des autres cas qui se trouve souvent réalisé, au moins d'une façon approximative dans la pratique, on obtiendra une courbe sous le nom de COURBE DE GAUSS.

La fréquence est maximum pour la valeur $\bar{x}$ moyenne de l'ensemble des mesures et décroit symetriquement de part et d'autre. La courbe présente 2 points d'inflexion ; la distance horizontale qui sépare ceux ci de la valeur moyenne est ce qu'on appelle l'écart type σ.



Cette valeur caracterise la dispersion des mesures ou encore la fidelité de la méthode de mesure : plus σ est petit et plus la méthode est fidèle.

.../...



Courbe A : mesure plus fidèle que la courbe B car σ de A est plus petit que l'ecart type σ de B.

Or quelle que soit la distribution normale que l'on considère il y a 30 % environ des mesures qui comporte un ecart

$$\varepsilon = |xi - \bar{x}|$$

Superieur à σ, 5 % superieur à 2 σ et 0,3 % superieur à 3 σ un ecart superieur à 2 σ peut donc être considéré comme un évenement assez peu probable.

Si l'on pouvait effectivement faire une infinité de mesure et par conséquent connaître σ on pourrait définir ainsi les intervalles de confiance pour toute nouvelle mesure xi.

- il y a 95 % de chance pour que $\bar{x} - 2\sigma < xi < \bar{x} + 2\sigma$
- et 99 % de chance pour que $\bar{x} - 3\sigma < xi < \bar{x} + 3\sigma$

3.4 VALEURS ESTIMEES DE LA MOYENNE ET DE L'ECART-TYPE.

Dans la pratique on n'effectue jamais qu'un nombre fini, n, de mesures; A l'aide de ces n résultats, on peut calculer leur moyenne

$\bar{x} = \dfrac{\sum x}{n}$; avec l'information dont on dispose, alors $\bar{x}$ est la meilleure estimation possible de la valeur cherchée. D'autre part la meilleure estimation possible de l'ecart type σ est :

$$\sigma = \left\{\frac{\sum(\bar{x} - xi)}{n - 1}\right\}^{\frac{1}{2}}$$

Si donc nous adoptons comme estimation de x, non plus une mesure quelconque xi, mais la moyenne $\overline{x}$, nous pouvons fixer un nouvel intervalle de confiance : si x est la moyenne de 5 mesures (n = 5)

- avec la probabilité 95 % : $\overline{x} - \left(\frac{2,8\ \sigma}{\sqrt{5}}\right) \ (\ xm\ (\ x + \frac{2,8\ \sigma}{\sqrt{5}})$
- avec la probabilité 99 % : $\overline{x} - \left(\frac{4,6\ \sigma}{\sqrt{5}}\right) \ (\ xm\ (\ x + \frac{4,6\ \sigma}{\sqrt{5}})$

En adoptant comme resultat, au lieu d'une valeur experimentale quelconque, une moyenne de n mesures, on a donc divisé l'intervalle de confiance par $\sqrt{n}$.

3.6 REMARQUES

3.6.1

Il est très important de bien tenir compte du fait que les résultats précédents ne sont valables que si les n mesures utilisées ont été choisies absolument au hasard parmi l'infinité de mesures possibles c'est à dire que toutes les causes d'erreurs possibles ont été mises à même de jouer independamment les unes des autres. Ce n'est que dans ce cas que l'on peut appliquer la formule $Sm = \frac{S}{\sqrt{n}}$ et tous les résultats relatifs au cas d'un petit nombre de mesures.

Or, dans la pratique, cette condition est loin d'être toujours réalisée par exemple, il est frequent qu'un chimiste conduise de front deux ou plusieurs analyses dans des conditions tout à fait semblables ; les résultats ont alors des chances d'être très voisins, de nombreuses causes d'erreur ayant joue de la même façon ;mais il ne s'ensuit pas pour autant que la moyenne des resultat obtenus soit une bonne estimation de la valeur vraie.

3.6.2 EXACTITUDE

Les condition précédentes sont valables s'il s'agit d'erreur accidentelles; il faut que toutes les causes d'erreur soient libres de jouer séparement et dans tous les sens. Si au contraire il existe une erreur systematique, c'est à dire une cause d'erreur jouant toujours dans le même sens, la valeur relle μ est alors differente de $\bar{x}$ la moyenne d'un nombre infini de mesures.

Par exemple si l'on pése un précipité hygroscopique, les valeurs trouvées seront systematiques trop fortes et on aura $\bar{x} > \mu$ l'écart μ - x caractérise l'exactitude de la méthode.

Ceci peut être mis en évidence en effectuant les mesures sur un echantillon connu. Une correction systematique peut ensuite parfois être faite.

3.6.2.1 - <u>La fidelité</u> caracterise les causes d'erreurs dues à la dispersion des resultats par suite des erreurs accidentelles.

3.6.2.2 - <u>L'exactitude Precision</u> : caracterise les causes d'erreur dues à la dispersion des resultats par suite des erreurs systematiques.

En pratique, on tâche de n'utiliser que des méthodes chimiques ou des appareils n'introduisant pas d'erreur systematique appreciable souvent aussi on a aucun moyen de connaître la valeur réelle, d'ou les opérations de controle

4 . DETERMINATION DES ERREURS ACCIDENTELLES

4.1. CAS D'UNE SEULE SERIE DE MESURES.

4.1.1. 1er METHODE : UTILISATION DE L'ECART-TYPE

Par exemple, on dose dans un échantillon un élément pour lequel il n'existe pas de méthode suffisamment précise, et l'on a fait un certain nombre de dosages dont on cherche à tirer le maximum d'information

On donnera les renseignements suivants :

- Valeur moyenne : $\bar{x}$
- Ecart-type : σ
- Nombre de mesures : n

4.1.1.1 exemple : dosage du fluor dans les cryolites, on a une serie de résultats très dispersés :

xi	$\bar{x}$ - x	$(\bar{x} - xi)^2$
53,2	0,9	0,81
53,6	0,5	0,25
54,9	0,8	0,64
56,3	2,2	4,84
53,6	0,5	0,25
53,1	1,0	1,00
324,7		7,79

$\bar{x} = 54,1$

$\sigma = \dfrac{7,79}{5} = 1,25$

on applique la méthode citée dans le paragraphe 3.4.

L'ecart type est=1,25 : or, pour N = 5 on a pour la probabilité 95 % t = 2,6. Il y a donc 95 % de chances pour que toute nouvelle mesure soit comprise dans l'intervalle. :

.../...

Reciproquement :

Si au lieu de nous donner a priori ε , nous nous donnons la probabilité limite au delà de laquelle nous considérons que les probabilités deviennent negligeables, nous pouvons calculer ε. Par exemple, négligeons les probabilités inférœurs à 1/20 soit Pr = 0,05 nous aurons k = 2,447 dons avec notre exemple.

$$\varepsilon = 2{,}447 \times 0{,}5 = 1{,}2$$

nous dirons que, la teneur moyenne vraie est comprise dans l'intervalle

$$54{,}1 - 1{,}2 < \mu < 54{,}1 + 1{,}2$$

$$\underline{52{,}9 < \mu < 55{,}3}$$

La table de Student-Fischer donne pour cette deuxième methode les valeurs de $k = \dfrac{\varepsilon}{\frac{\sigma}{\sqrt{n}}}$

$\bar{x}$ = moyenne observée des mesures ; P = probabilité pour que ;

$\dfrac{x - a}{\frac{\sigma}{\sqrt{n}}} > k$; n = nombre d'essais correspond

aussi au nombre de degrés de liberté N

La deuxième méthode parait plus complète que la méthode proposée ou paragraphe 4.1.1 car en plus de la détermination de la limite de confiance, elle permet d'évaluer la probabilité que la valeur estimée soit comprise dans l'intervalle.

Pour le géologue en général il ne soumet pas son laboratoire à un contrôle serré. L'étude de l'écart-type de la dispersion des résultats à l'interieur d'un seul laboratoire est donc pour lui suffisant.

4.2 CONTROLE INTERNE

Le problème posé : on effectue une serie de déterminations on a obtenu un certain nombre n de resultats. On fait une nouvelle serie de dosage sur les doubles des échantillons on obtient n résultats l'opération de contrôle s'effectue dans le même laboratoire [illegible] on ne pourra dégager que l'erreur accidentelle et l'évaluer.

4.2.1 ESTIMATION DE L'ECART TYPE DANS LE CAS OU L'ON A PLUSIEURS SERIES DE MESURES.

Il arrive assez souvent qu'on dispose de plusieurs series de mesures dont on est certain quelles possèdent la même dispersion. Supposons par exemple qu'une même méthode d'analyse ait été appliquée un certain nombre de fois à des échantillons peu différents ; les différentes series de mesures nous donnent alors des estimations de différentes de la valeur vraie μ_1, μ_2, $\mu_3 \ldots$

Pour chaque serie de mesures, l'écart-type estimé est calculé par la formule déjà vue :

$$\sigma_1 = \sqrt{\frac{\sum (\bar{x} - xi)^2}{n\ 1}}$$

L'écart-type estimé à l'aide de l'ensemble des résultats est :

Pour 3 echantillons $\sigma = \sqrt{\frac{(n1 - 1)\ \sigma_1^2 + (n2 - 1)\ \sigma_2^2 + (n3 - 1)\ \sigma_3^2}{n1 + n2 + n3 - 3}}$

<u>Degrés de liberté</u> - Dans l'exemple ci-dessous on a au total 12 mesures qui ont servi à estimer trois grandeurs μ_1 μ_2 μ_3 Or, si l'on avait fait une seule mesure sur chacun des echantillons, on aurait aucun renseignement sur la dispersion des resultats, le nombre de degrés de liberté est donc 12 - 3 = 9 :

	ECHANTILLON 1	ECHANTILLON 2	ECHANTILLON 3
	x_{11} x_{12} x_{13} x_{14}	x_{21} x_{22} x_{23} x_{24} x_{25}	x_{31} x_{32} x_{33}
Moyennes	$\bar{x}_1$	$\bar{x}_2$	$\bar{x}_3$
Nombre de mesures	$n_1 = 4$	$n_2 = 5$	$n_3 = 3$
Degrés de liberté	$N_1 = 3$	$N_2 = 4$	$N_3 = 2$
Ecart type estimé	σ_1	σ_2	σ_3

4.2.1 COMPARAISON DE DEUX MOYENNES (TES T)

Une serie de determinations a été faite, on a obtenu un certain nombre n_1 de resultats d'où l'on tire une moyenne $\bar{x}_1$. Une nouvelle serie de dosages est faite sur un echantillon présumé identique au premier, soit n_2 dosages, moyenne $\bar{x}_2$. La difference constatée entre $\bar{x}_1$ et $\bar{x}_2$ est elle due aux erreurs aleatoires ou au fait que le deuxième echantillon n'est pas identique au premier ?

Prenons un exemple :

Dosage du fluor avec analyse de controle interne.

Première serie

	x	$\bar{x} - x$	$(\bar{x} - x)^2$
	53,2	0,9	0,81
	53,6	0,5	0,25
	54,9	0,8	0,64
	56,3	2,2	4,84
	53,6	0,5	0,25
	53,1	1,0	1,00
TOTAL	324,7		7,79

$\bar{x}_1 = 54,1$

$$\sigma_1 = \sqrt{\frac{7,79}{5}} = 1,25$$

Deuxième serie :

	x	$\bar{x} - x$	$(\bar{x} - x)^2$
	55,4	0,2	0,04
	55,9	0,3	0,09
	54,6	1	1
	56,7	0,9	0,81
TOTAL	222,4		1,94

$$\bar{x}2 = 55{,}6$$

$$\sigma 2 = \frac{1{,}94}{3} = 0{,}8$$

$\bar{x}1 = 54{,}1$ $\qquad$ $\bar{x}2 = 55{,}6$

$n1 = 6$ $\qquad$ $n2 = 4$

$\sigma 1 = 1{,}25$ $\qquad$ $\sigma 2 = 0{,}8$

L'écart-type estimé de l'ensemble des résultats est calculé par la formule.

$$\sigma = \sqrt{\frac{(n1 - 1)\ \sigma_1^2 + (n2 - 1)\ \sigma_2^2}{n1 + n2 - 2}}$$

$$\sigma = \frac{7{,}79 + 1{,}94}{8} = 1{,}1$$

La question qui se pose est de savoir si la difference constatée entre $\bar{x}$ 1 et $\bar{x}$ 2 doit être considérée comme indiquant une différence entre les deux echantillons. Pour cela on calcule T par la formule :

$$t = \frac{|\bar{x}1 - \bar{x}\ 2|}{\sigma} \cdot \sqrt{\frac{n1 \cdot n2}{n1 + n2}}$$

$$t = \frac{1{,}5}{1{,}1} \sqrt{\frac{24}{10}} = 2{,}1$$

En se reportant à la table des t (Student-Fischer) pour 8 degrés de liberté $(n1 + n2 - 2 = 8)$ on constate $t = 2{,}3$ au niveau de probabilité 95 % ; cela signifie que si toutes les mesures proviennent d'une même

... / ...

population, un ecart $\bar{x}1 - \bar{x}2$ se produira 5 fois sur 100 ; un ecart t $>$ 2,1 se produira un peu plus de 5 fois sur 100 ; cet événement n'est donc pas très rare, et on ne peut pas affirmer que la difference $\bar{x} - \bar{x}2$ soit significative c'est à dire que les deux echantillons soient différents. Si l'on vou lait se prononcer d'une façon catégorique il faudrait faire un plus gran d nombre d'analyses des deux echantillons.

4.2.2 METHODE PROPOSEE PAR PROKOFIEV.

Soit 2 series d'analyses xi et yi, à chaque echantillon on fait une double analyse on obtient ainsi deux résultats xi et yi Prokofiev propose d'estimer les erreurs absolue M_a comme une estimation des erreurs accidentelles;

$$Ma = \frac{\sum / Xi-Yi /}{n}$$

n nombres de paires d'analyse.

les erreurs relatives seront

$$Mr = \frac{2Ma}{\bar{X} - \bar{Y}} \times 100$$

avec $\bar{X} = \frac{\sum Xi}{n}$ et $\bar{Y} = \frac{\sum Yi}{n}$ Ma =

4.2.3 METHODE PROPOSEE PAR BARATCHEV.

Il estime l'ecart-type de la difference xi - yi par la formule suivante :

$$Ma = \sqrt{\frac{(xi - yi)}{2n}}$$

σ sera l'erreur d'estimation des écarts aleatoires qui existent entre xi et yi pour une probabilité égale à 68 %

$$\underline{(\overline{x - y}) - Ma < xi - yi < (\overline{x - y}) + Ma}$$

l'erreur relative sera égale :

$$Mr = \frac{Ma}{\bar{y}} \quad 100$$

EXEMPLE : CONTROLE INTERNE SUR DES ECHANTILLONS DE CUIVRE

T A B L E A U

Application par :

La méthode de Prokofiev.

$$n = 25$$

$$\bar{x} = \frac{137,77}{25} = 5,51 \qquad \bar{Y} = \frac{137,63}{25} = 5,50$$

l'erreur absolue sera

$$M_a = \frac{\sum |xi - yi|}{n} = \frac{3,58}{25} = 0,143$$

l'erreur relative :

$$M_R = \frac{2 M_a}{\bar{x} + \bar{y}} = \frac{0,286}{11,01} \cdot 100 = 2,6\ \%$$

Methode de Baratchev :

$$M_a = \sqrt{\frac{\sum (xi - yi)^2}{2n}} = \sqrt{\frac{0,7216}{50}} = 0,12$$

erreur relative

$$M_P = \frac{M_a}{\bar{y}}\ 100 = \frac{0,12}{5,5}\ 100 = 2,2\ \%$$

On remarque que les 2 resultats sont voisins pour les erreurs absolue et relative, mais néanmoins la méthode de Baratchev parait plus précise du point de vue statistique, vue que la formule de l'erreur absolue est plus proche que celle employée par les statistiques pour estimer l'ecart-type. Par contre Prokofiev estime que l'erreur absolue comme étant une

... / ...

CONTROLE INTERNE SUR LE CUIVRE

	X	.Y	X - Y	$(x - y)^2$
	9,79	9,98	- 0,18	0,0361
	7,30	7,12	+ 0,18	0,0324
	6,37	6,51	- 0,14	0,0196
	8,97	8,60	+ 0,37	0,1369
	3,51	3,54	- 0,03	0,0009
	4,20	4,12	+ 0,08	0,0064
	8,28	8,33	- 0,05	0,0016
	9,01	8,97	+ 0,04	0,0441
	4,08	4,29	- 0,21	0,0225
	4,24	4,09	+ 0,15	0,0196
	3,41	3,55	- 0,14	0
	3,64	3,64	0	0,0025
	3,20	3,15	+ 0,05	0,0324
	3,56	3,74	- 0,18	0,0196
	5,92	5,78	+ 0,14	0,0025
	6,64	6,69	- 0,05	0,1444
	4,66	4,28	+ 0,38	0,0441
	5,97	6,18	- 0,21	0,0081
	3,17	3,08	+ 0,09	0,0196
	6,40	6,54	- 0;14	0,0121
	4,66	4,55	+ 0,11	0,0196
	4,53	4,39	+ 0,14	0,0576
	5,32	5,56	- 0,24	0,0169
	6,30	6,17	+ 0,13	0,0196
	4,64	4,78	- 0,14	
TOTAL	137,77	137,63	3,58	0,7216

5 : DETERMINATION DES ERREURS SYSTEMATIQUES PAR LE CONTROLE EXTERNE.

La vérification externe est essentiellement destinée à définir les erreurs systématiques dans le travail du laboratoire, chargé de réaliser les analyses des échantillons de masse. A cette effet, on envoie dans le laboratoire de controle les doubles des échantillons.

1 METHODE PROPOSEE PAR YOUFA :

Une serie de determinations a été faite ; on a obtenu un certain nombre N de résultats dans le laboratoire principale X. Le double de ces échantillons sont envoyés au laboratoire de contrôle Y.

Du Laboratoire X on tire une Moyenne $\bar{x}$

Du Laboratoire Y on tire une Moyenne $\bar{y}$

La différence entre $\bar{x}$ et $\bar{y}$ est elle due aux erreurs systématiques ?
Youfa propose de faire la comparaison de deux moyennes par le test t.

Teneur moyenne du Laboratoire X : $\bar{x} = \dfrac{\sum xi}{N_x}$

Teneur moyenne du Laboratoire Y : $\bar{y} = \dfrac{yi}{N_y}$.

Plus frequemment N x = N y.
L'écart type estimée sur la moyenne.

$$M\,x = \frac{\sigma\,x}{\sqrt{n\,x}}$$

$$My = \frac{\sigma y}{\sqrt{n\,x}}$$

Avec x et y écart type estimé sur l'ensemble Xi ou Yi.

$$x = \sqrt{\frac{\sum(xi - \bar{x})2}{n\,y.}}$$

$$y = \sqrt{\frac{\sum(yi - \bar{y})2}{n\,y.}}$$

On calcule le coefficient de correlation R.

$$R = \frac{\sum((x\,i - \bar{x}))((y\,i - \bar{y}))}{\sqrt{\sum((x\,i - \bar{x})2.\ \sum(y\,i - \bar{y})2.}}$$

On déduit le coefficient t par la formule;

$$t = \frac{/ \bar{X}-\bar{Y} /}{\sqrt{m_x^2 + m_y^2 - 2m_x \cdot m_y \cdot r}}$$

En se reportant à la table des t (Student-Fisher) on pourra deduire que les erreurs systematiques existent où non .En cherchant dans la table on deduit la probabilite d'existance des erreurs systematiques.

Si elles existent Youfa propose de rectifier les valeurs de Xi par une équation de correction ,en supposant que le laboratoire Y fait des erreurs négligeables par rapport au laboratoire X .

$$Y-\bar{Y} = r \frac{\sigma_x}{\sigma_y} (X - X_o)$$

Ainsi pour chaque valeur x trouvée on pourra eliminer l'erreur systematique

5.1.1 REMARQUE

Si nous avons un grand nombre d'echantillons dont les teneurs varient sur grand intervalle,il sera preferable de diviser les n grandeur s en classes de teneurs,et effectuer pour chaque classeles calculs cités précedemment. Les resultats seront plus cohérents que si l'on effectuait les calculs sur tout l'ensemble.

5.1.2 APPLICATIONS

CONFRONTATION DES ANALYSES DE VERIFICATION EXTERNE ENTRE LE LABO X ET Y

Le laboratoire d'une mine d'or pour s'assurer de la correction de ses résultats a prelevé au hasard 44 échantillons dans1lot d'echantillons provenant de la mine.Chaque échantillon a été partagé en deux ,une moitié a été analysée dans le laboratoire X de lamine,l'autre dans le laboratoire Témoin Y

Xi teneurs obtenues au laboratoire de la mine

Yi " " e " " " témoin

(VOIR TABLEAU N° 1)

$N_x = 44$ $\sum Xi = 310,3$

$N_y = 44$ $\sum Yi = 255,3$

Teneur en OR en (g/t)

CONTROLE EXTERNE DES ANALYSES. SUR L'OR (gr/t).

CONFRONTATION DES ANALYSES EXTERNES DE VERIFICATION AVEC LES ANALYSES PRINCIPALES x_i

Par la methode proposée par YOUFA (1951)

TABLEAU N° 1

N° d'ordre.	Teneur labo ~~central~~ mine x_i	$\alpha_x = x - M_x = \alpha_x$	α_x^2	Teneur labo ~~mine~~ contrôle y_i	$y - M_y = \alpha_y$	α_y^2	$\alpha_x \cdot \alpha_y$
1	5,1	-1,9	3,61	4,5	-1,3	1,69	+2,47
2	1,9	-5,1	26,01	0,8	-5,0	25,00	+25,50
3	3,4	-3,6	12,96	2,0	-3,8	14,44	+13,68
4	4,1	-2,9	8,41	3,6	-2,2	4,84	+6,38
5	1,4	-5,6	31,36	0,2	-5,6	31,36	+31,36
6	5,6	-1,4	1,96	4,5	-1,3	1,69	+1,82
7	2,6	-4,4	19,36	1,6	-4,2	17,64	+18,48
8	3,1	-3,9	15,21	2,2	-3,6	12,96	+14,04
9	3,0	-4,0	16,00	1,8	-4,0	16,00	+16,00
10	4,2	-2,8	7,84	2,4	-3,4	11,56	+9,52
11	8,5	+1,5	2,25	7,6	+1,8	3,24	+2,70
12	2,9	-4,1	16,81	1,9	-3,9	15,21	+15,99
13	4,8	-2,2	4,84	3,2	-2,6	6,76	+5,72
14	4,3	-2,7	7,29	2,6	-3,2	10,24	+8,64
15	3,1	-3,9	15,21	2,1	-3,7	13,69	+14,43
16	10,2	+3,2	10,24	9,0	+3,2	10,24	+10,24
17	6,5	-0,5	0,25	3,8	-2,0	4,00	+1,00
18	5,9	-1,1	1,21	4,7	-1,1	1,21	+1,21
19	20,7	+13,7	187,69	18,7	+12,9	166,41	+176,73
20	7,3	+0,3	0,09	5,5	-0,3	0,09	-0,09
21	9,5	+2,5	6,25	8,8	+3,0	9,00	+7,50
22	15,0	+8,0	64,00	13,8	+8,0	64,00	+64,00
23	13,9	+6,9	47,61	12,7	+6,9	47,61	+47,61
24	9,6	+2,6	6,76	7,9	+2,1	4,41	+5,46
25	10,5	+3,5	12,25	9,1	+3,3	10,89	+11,55
26	6,8	-0,2	0,04	4,1	-1,7	2,89	+0,34
27	6,8	-0,2	0,04	4,7	-1,1	1,21	+0,22
28	6,7	-0,3	0,09	5,1	-0,7	0,49	+0,21
29	8,3	+1,3	1,69	5,0	-0,8	0,64	-1,04
30	27,2	+20,2	408,04	24,4	+18,6	345,96	+375,72
31	19,5	+12,5	156,25	16,5	+10,7	114,49	+133,75
32	8,4	+1,4	1,96	6,6	+0,8	0,64	+1,12
33	22,4	+15,4	237,16	20,5	+14,7	216,09	+226,38
34	5,7	-1,3	1,69	7,7	+1,9	3,61	-2,47
35	3,9	-3,1	9,61	2,8	-3,0	9,00	+9,30
36	4,2	-2,8	7,84	3,6	-2,2	4,84	+6,16
37	2,7	-4,3	18,49	2,0	-3,8	14,44	+16,34
38	1,8	-5,2	27,04	1,4	-4,4	19,36	+22,88
39	1,6	-5,4	29,16	0,9	-4,9	24,01	+26,46
40	0,9	-6,1	37,21	0,8	-5,0	25,00	+30,50
41	3,8	-3,2	10,24	3,7	-2,1	4,41	+6,72
42	3,8	-3,2	10,24	3,0	-2,8	7,84	+8,96
43	4,7	-2,3	5,29	3,6	-2,2	4,84	+5,06
44	4,0	-3,0	9,00	3,9	-1,9	3,61	+5,70.
$\sum$	308	+2,3	1496,55	255,2	+0,1	1307,55	+1384,25

TABLEAU N°1

$\sum \alpha x_i = +2,3$ $\qquad$ $\sum \alpha_{y_i} = +0,1$

$\bar{X} = \dfrac{310,3}{44} = 7,0$ $\qquad$ $\sum \alpha^2_{x_i} = 1496,55$

$\bar{Y} = \dfrac{255,3}{44} = 5,8$ $\qquad$ $\sum \alpha^2_{y_i} = 1307,55$

$$\sigma_x = \sqrt{\frac{\sum \alpha^2_{x_i}}{n_x}} = \sqrt{\frac{1496,55}{44}} = 5,83$$

$$\sigma_y = \sqrt{\frac{\sum \alpha^2_{y_i}}{n_y}} = \sqrt{\frac{1307,55}{44}} = 5,45$$

$$m_x = \frac{\sigma_x}{\sqrt{n_x}} = \frac{5,83}{\sqrt{44}} = 0,88 \qquad m_y = \frac{\sigma_y}{\sqrt{n_y}} = \frac{5,45}{\sqrt{44}} = 0,82$$

$$r = \frac{\sum(\alpha_{x_i} . \alpha_{y_i})}{\sqrt{\sum \alpha^2_{x_i} \cdot \sum \alpha^2_{y_i}}} = \frac{1384,25}{\sqrt{1496,55 \times 1307,55}} = +0,99$$

$$t = \frac{|\bar{x} - \bar{Y}|}{\sqrt{m_x^2 + m_y^2 - 2 m_x m_y . r}} = \frac{1,2}{0,13} = 9,23 \qquad \underline{t = 9,23}$$

En se reportant à la table des t on voit que l'on a 99, 9 % de chances pour que les erreurs systématiques existent.
Pour une probabilité aussi élévee il est préférable que le laboratoire refasse ses mesures en modifiant la méthode d'analyse ou changer le matériel de mesure.
Sinon rectifier les mesures en fonction des mesures obtenues dans le laboratoire de controle en supposant que le dernier ne donne pas d'erreur systématique.
On rectifiera à l'aide de l'équation de regression.

$$(1)\ Y - \bar{Y} = r \frac{\sigma x}{\sigma y} (\cancel{X}i - \bar{x})$$

Si on veut effectuer une nouvelle mesure ni on supprimera l'erreur systématique en tirant y i qui sera la mesure à prendre en condération en fonction de x i mesure obtenue dans le Laboratoire de la mine.

Dans notre exemple l'équation de regression est /

$$y\,i - 5,8 = 0,99 \times \frac{5,83}{5,45} (x\,i - 7,0).$$

$$\underline{y\,i = 1,06\,x\,i - 1,61}$$

5.2 METHODE PROPOSEE PAR R MURARD

Au lieu d'admettre que la variable Xi - Yi satisfait à la loi normale, on admettra simplement qu'elle satisfait à une loi symétrique.

Si lavaleur moyenne $(\overline{X - Y})$est nulle Xi - Yi a une probabilité 0,5 D'être positif,et une probabilité 0,5 d'etre négatif.

En faisant appel aux moments d'une distribution observée .

LE moment du premier ordre ,où valeur moyenne observée ,m

$$m = \frac{\sum(Xi - Yi)}{n}$$

le moment du second ordre , M

$$M = \frac{\sum(Xi - Yi)^2}{n}$$

La variance de la distribution Xi - Yi aura pour expréssion

$$V = \frac{\sum((Xi - Yi) - m)^2}{n} = M - m^2$$

L' écart type de la distribution σ sera égal à racine de V

5.2.1. EXECUTION DES CALCULS

$$T = (Xi - Yi)$$

$$S = (Xi - Yi)^2 - \frac{T^2}{n}$$

$$V = S / N$$

$$\sigma = \sqrt{V}$$

On applique la loi de Student pour determiner les limites de confiance de m pour une probabilité α on déduit t_α (test t)

$$m \pm t_\alpha \frac{\sigma}{\sqrt{n-1}}$$

Si la valeur 0 est comprise dans l'intervalle de confiance de m on ne peut pas conclure à un ecart systematique entre les resultats des deux labo--ratoire.Laconcordance des deux series de resultat sest satisfaisante.

Dans lecas contraire on pourra dire que les errurs systématiques éxistent.

5.2.1 APPLICATION NUMERIQUE.

Pour s'assurer de la correction des résultats de la mine on a prélevé au hasard 10 échantillons dans un lot d'échantillons provenant de la mine ; pour chacun d'eux on a conservé les deux moitiés d'échantillons provenant de la première opération de quatage ; une moitié a été analysée dans le Laboratoire de la mine X l'autre dans un Laboratoire témoin Y. Pour chaque échantillon on dispose ainsi de 2 résultats d'analyse : x i et y i donnés dans le tableau ci-dessous (% de Cu.)

Nº	X	Y	X - Y	(X - Y)2
1	1, 95	1, 72	+0, 23	0, 0529
2	2, 22	1, 90	+0, 32	0, 1024
3	1, 45	1, 60	-0, 15	0, 0225
4	1, 60	1, 35	+0, 25	0, 0625
5	1, 11	1, 21	-0, 10	0, 0100
6	1, 78	1, 88	-0, 10	0, 0100
7	2, 45	2, 13	+0, 32	0, 1024
8	1, 90	1, 70	+0, 20	0, 0400
9	1, 64	1, 69	-0, 05	0, 0025
10	1, 73	1, 70	+0, 03	0, 0009
			T=0, 95	0, 4061

$$m = \frac{T}{n} = \frac{0,95}{10} = 0,095.$$

$$S = 0,4061 - \frac{T^2}{N} = 0,4061 - 0,0903 = 0,3158.$$

$$V = S/N = 0,3158/10 = 0,0316.$$

$$\sigma = \sqrt{V} = 0,178.$$

Au seuil 95%

$$t \frac{\quad}{\sqrt{n-i}} = 2,262 \times \frac{0,178}{\sqrt{9}} = 2,262 \times 0,059 = 0,133.$$

Limite de confiance de m.

$$m \pm t_{\alpha} \frac{\sigma}{\sqrt{n - i}} = 0?\,095 \pm 0,133 \text{ soit.}$$

CONFRONTATION DES ANALYSES EXTERNES DE VERIFICATION
AVECC LES ANALYSES PRINCIPALES x_i.

- METHODE PROPOSÉE PAR R. MURARD.

Teneur en OR (en g/t).

Teneur en OR x_i mine Labo ~~central~~	Teneur en or y_i contrôle Labo	$x_i - y_i$	$(x_i - y_i)^2$
5,1	4,5	0,6	0,36
1,9	0,8	0,8	0,64
3,4	2,0	1,4	1,96
4,1	3,6	0,5	0,25
1,4	0,2	1,2	1,44
5,6	4,5	1,1	1,21
2,6	1,6	1,0	1,00
3,1	2,2	0,9	0,81
3,0	1,8	1,2	1,44
4,2	2,4	1,8	3,24
8,5	7,6	0,9	0,81
2,9	1,9	1,0	1
4,8	3,2	1,6	2,56
4,3	2,6	1,7	2,89
3,1	2,1	1,0	1
10,2	9,0	1,2	1,44
6,5	3,8	2,7	7,29
5,9	4,7	1,2	1,44
20,7	18,7	2,0	4
7,3	5,5	1,8	3,24
9,5	8,8	0,7	0,49
15,0	13,8	1,2	1,44
13,9	12,7	1,2	1,44
9,6	7,9	1,7	2,89
10,5	9,1	1,4	1,96
6,8	4,1	2,7	7,29
6,8	4,7	2,1	4,41
6,7	5,1	2,6	6,76
8,3	5,0	3,3	10,89
27,2	24,4	2,8	7,84
19,5	16,5	3,0	9,00
8,4	6,6	1,8	3,24
4,0	3,9	0,1	0,01
22,4	20,5	1,9	3,61
5,7	7,7	− 2	4,00
3,9	2,8	1,1	1,21
4,2	3,6	0,6	0,36
2,7	2,0	0,7	0,49
1,8	1,4	0,4	0,16
1,6	0,9	0,7	0,49
0,9	0,8	0,1	0,01
3,8	3,7	0,1	0,01
3,8	3,0	0,8	0,64
4,7	3,6	1,1	1,21

$T = \sum = 55,7$ $\sum = 107,87$

$\sum |x_i - y_i| = 59,7$

TABLEAU N°2

$$- 0{,}038 \; / \; m \; / \; +0{,}228$$

La valeur 0 etant comprise dans l'intervalle de confiance de m les ecarts entre Xi et Yi ne sont pas dus aux erreurs systématiques.

5.2.2. REMARQUES

-On a admis que les differences Xi -Yi suivait la loi normale (pour cet exemple cet hypothèse est valable car les teneurs Xi et Yi appartiennent à une classe de teneur assez) pour rechercherla limite de confiance de m

-Pour compléter cette etude préliminaire il faudrait disposer de résultats plus nombreux.

-Calculer pour chaque classe l'écart type

-Admettre ou si possible vérifier dans chaque classe ladispersion des écarts satisfait à une loi normale

-Faire des controles réguliers dans le laboratoire témoin et en re porter regulièrement les ré sultats sur une carte de controle.

-Si on constate une divergence systématique rien ne permet de savoir lequel a raison.

--La valeur de l'écart type des differences Xi-Yi caractérise la précision de l'opération déchantillonnage et d'analyse.

5.2.3. REPRENONS L'EXEMPLE DU 5.1.2(voir tableau N°2)

$n = 44$

$T = 55{,}7$

$$m = \frac{55{,}7}{44} = 1{,}27$$

$$S = 107{,}87 - \frac{55{,}7^2}{44} = 37{,}36$$

$$V = S / N \neq 0{,}85$$

$$\sigma = 0{,}92$$

Au seuil 95%

$t = 2$

$$t \times \frac{\sigma}{\sqrt{n-1}} = 2 \times \frac{0{,}92}{\sqrt{43}} = 0{,}28$$

Limites de confiance :de m :

$$1{,}27 - 0{,}28 < m < 1{,}27 + 0{,}28$$

$$+0{,}99 < m < +1{,}55$$

La valeur 0 n'étant pas comprise dans l'intervalle de m on peut conclure à un écart systématique entre les résultats des deux Laboratoires.

Pour plus de précision reprenons la même méthode de calcul mais par classe de teneur.

1) Teneurs supérieur à 10 g/t d'or. Tableau 3 : A

$n = 8$

$T = 14,7$

$m = 1,838$

$$S = 30,73 - \frac{(14,7)^2}{8} = 3,72$$

$$V = \frac{3,72}{8} = 0,47$$

$\sigma = \sqrt{V} = 0,68$

Au seuil 95%

$t = 2,365$

Limites de confiance : $\pm\ 0,609$

$$1,838 - 0,609 < m < 1,838 + 0,609$$

$$\underline{+\ 1,228 < m < 2,447}$$

2) Pour les teneurs comprises entre 6 - 10

$n = 10$

$T = 20,7$

$m = 2,07$

$$S = 47,31 - \frac{20,7^2}{10} = 4,46$$

$V = 0,45$

$\sigma = 0,67$

Au seuil 95%

$t = 2,262$

Limite de confiance : $\pm\ 0,51$

$$\underline{+\ 1,56 < m < 2,58}$$

3) Pour les teneurs comprises entre 3 - 6.

$n = 17$

$T = 13,2$

$m = 0,78$

$$S = 23,16 - \frac{13,2^2}{17} = 12,91$$

A: classe de teneur superieur à 10 g/t.

xi	yi	$xi-yi$	$(xi-yi)^2$
10,2	9,0	1,2	1,44
20,7	18,7	2,0	4,00
15,0	13,8	1,2	1,44
13,9	12,7	1,2	1,44
10,5	9,1	1,4	1,96
27,2	24,4	2,8	7,84
19,5	16,5	3,0	9,00
22,4	20,5	1,9	3,61

n = 8 T = 14,7 30,73

B : classe 6 - 10 gr/t

8,5	7,6	0,9	0,81
6,5	3,8	2,7	7,29
7,3	5,5	1,8	3,24
9,5	8,8	0,7	0,49
6,8	4,1	2,7	7,29
6,8	4,7	2,1	4,41
6,7	5,1	2,6	6,76
8,3	5,0	3,3	10,89
8,4	6,6	1,8	3,24
9,6	7,9	1,7	2,89

n = 10 T = 13,2 23,16

C : classe 3 - 6 gr/t.

4,7	3,6	0,7	1,21
3,8	3,0	0,8	0,64
3,8	3,7	0,1	0,01
4,2	3,6	0,6	0,36
3,9	2,8	1,1	1,21
5,7	7,7	-2	4,00
4,0	3,9	0,1	0,01
5,9	4,7	1,2	1,44
3,1	2,1	1,0	1,00
4,3	2,6	1,7	2,89
4,8	3,2	1,6	2,56
4,2	2,4	1,8	3,24
3,1	2,2	0,9	0,81
5,6	4,5	1,1	1,21
4,1	3,6	0,5	0,25
3,4	2,0	1,4	1,96
5,1	4,5	0,6	0,36

n = 17 T = 13,2 23,16

D : classe 0 - 3 gr/t

0,9	0,8	0,1	0,01
1,6	0,9	0,7	0,49
1,8	1,4	0,4	0,16
2,7	2,0	0,7	0,49
2,9	1,9	1,0	1,00
3,0	1,8	1,2	1,44
2,6	1,6	1,0	1,00
1,4	0,2	1,2	1,44
1,9	0,9	0,8	0,64

n = 9 T = 7,1 6,67

CONTROLE EXTERNE PAR CLASSE DE TENEUR

TABLEAU N°3

V = 0, 76

σ = 0, 87

Au seuil 95%

t = 2, 12

Limite de confiance : ± 0, 46

$$+0,32 < m < 1,14$$

4) Classe de teneur 0 - 3

n = 9 $\quad +0,13 < m < +1,45$

A chaque classe de teneur on constate toujours que les erreurs systématiques existent. Si l'on considère que le Laboratoire Y ne commet pas d'erreur systématique il est recommandable de proposer au Laboratoire de modifier sa méthode du travail.

Il sera possible de modifier les valeurs xi pour éliminer en partie les erreurs systématiques en déterminant l'équation de regression de Youfa.

$$y_i - \bar{y} = r \frac{\sigma_x}{\sigma_y} (x_i - \bar{x})$$

On par une méthode plus simple qui consiste à trouver un coefficient de correction K (méthode proposée par PROKOFIEV).

$$K = \frac{\bar{x}}{\bar{y}}$$

Ainsi si on considère que le Laboratoire Y est plus précis que le Laboratoire X, à chaque x i obtenu on pourra rectifier sa valeur qui comporte une erreur systématique par l'équation.

$$x'_i = K x_i$$

x'i étant la valeur à considérer

Les résultats seront plus efficaces si on divise l'ensemble des valeurs en classes de teneur.

REMARQUES IMPORTANTES :

- Toutes ces méthodes indiquées sont evidemment critiquables puisque les répartitions statisques ne suivent pas toujours la loi de Gauss, mais généralement si elles n'obeissent pas à la loi normale elles ont tendance à suivre la loi lognormarle.
- Malgré cela l'application de la loi statisque, en admettant que la loi de distribution est normale, permet neanmoins d'apprecier l'ordre de grandeur de la dispersion.

D'autre part un geologue en général ne soumet pas non Laboratoire à un contrôle aussi serré. L'étude de l'écart-type de la dispersion des résultats à l'intérieur d'un seul Laboratoire est donc du plus haut intérêt.

6 METHODE DE Y OUSSIKOV.

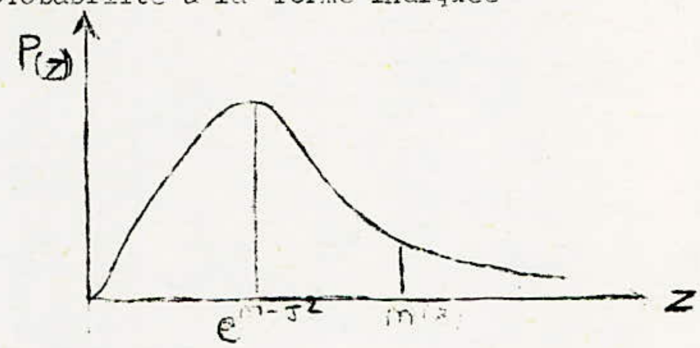
6.1 : LOI LOGNORMALE.

On appelle loi lognormale la loi obtenue à partire de la loi normale par le changement de variable $x = \operatorname{Log} z$

valeur moyenne : Forme :

la valeur moyenne de z est : $m(z) = \exp\left(m + \frac{\sigma^2}{2}\right)$

la courbe de probabilité à la forme indiquée



elle est fortement dissymétrique le maximum correspond à :

$$Z = \exp\left(m - \sigma^2\right)$$

6.2 ESTIMATION DE LA VARIANCE, DE L'ECART TYPE SUR LES ECARTS $(xi - yi)$ et $(\log xi - \log yi)$

Dans le cas d'une distribution normale ou lognormale, à chaque analyse ou niveau de teneur nous pouvons déterminer la limite de confiance de telle sorte que nos écarts admissibles soient compris dans un intervalle (a, b), avec une certaine probabilité fixée à priori.

$$\Pr\left\{ m \in (a, b) \right\} = 1 - \alpha$$

étant le coeficient de risque

si étant la valeur réelle, et si xi est la grandeur mesurée.

$$\Pr\left\{ xi - t\sigma < \mu < xi + t\sigma \right\} = 1 - \alpha$$

.../...

34

si la différence xi - yi est aleatoire suivant la loi normale, la varience d'estimation sera :

$$\sigma'^2 = \frac{\sum (xi - yi)^2}{2\,n}$$

démontrons cette expression

soit $xi = x'i + dx$

$yi = y'i + dy$

xi et yi sont les valeurs observées

x'i et y'i sont les valeurs réelles, (pour une confrontation des resultats

x'i = y'i car x'i et y'i représente le même echantillon).

dx et dy sont les écarts,

d'où $\Delta U = xi - yi = dx - dy$

$$(\Delta U)^2 = dx - dy - 2\,dx\;dy$$

si nous prenons les valeurs moyennes

$$\overline{\Delta} = \overline{dx} - \overline{dy}$$

$$\overline{(\Delta U)^2} = \overline{dx^2} - \overline{dy^2} - 2\,\overline{dx\;dy}$$

d'où $(\overline{\Delta U}) = 2\,\sigma^2$ car $\overline{dx^2} = \overline{dy^2} = \sigma'^2$

et $2dx, dy = o$ car $\overline{dx} = \overline{dy} = o$ car la valeur moyenne d'une variable aléatoire est nulle.

nous avons demontré que $\sigma^2 =$

$$\sigma'^2 = \frac{\sum (xi - yi)^2}{2\,n} \quad \text{variance}$$

$$\text{et } \sigma' = \sqrt{\frac{\sum (xi - yi)^2}{2\,n}} \quad \text{ecart type}$$

on considerera l'écart absolu moyen comme étant égal à :

$$\Delta' = \frac{\sum |xi - yi|}{2\,n}$$

6.3 GRAPHES D'UNE DISTRIBUTION NORMALE DES ECARTS (xi - yi).

6.3.1 GRAPHE (xi, yi).

(Voir figure 1) on porte les points (xi, yi) sur un graphe. Si les ecarts suivent la loi normale de points se repartit le long de la droite y = x d'une façon symetrique les limites de confiances de ce nuage de points seront deux (2) droites symètriques ci la droite y = x, la largeur de l'intervalle dépend de la probabilité fixée.

l'écart absolue Ma1 = M N = M L pour une teneur x1

Ma2 = M'N' = M'L' pour une teneur x

on remarque que $|Ma1 - | = |Ma1 + | = |Ma2 - | = |Ma + |$ $\underline{ma = t\sigma'}$

pour la loi normale.

6.3.2 : GRAPHE (x, x -y) ou (y, x - y)

(Voir Figure 2)

Si les écarts suivent la loi normale le nuage de points (x, x - y) se repartira de part et d'autre le long d'une droite(x - y)= constante.

6.3.3 GRAPHE $\left(\frac{1}{2} , \frac{x - y}{y} \right)$

(Voir Figure 3)

$Y' = \frac{xi - yi}{yi}$ est l'écart relatif au niveau d'une mesure i

$X' = \frac{1}{xi}$ ou $\frac{1}{yi}$

La repartition du nuage de points (x', y') aura pour droite de regréssion une droite qui passera par l'origine $\underline{Y' = b\ x'}$

voir. aussi le graphe G 1 comme exemple d'application.

6.4 TEST 0,8 DE NORMALITE.

C'est un test rapide et approximatif, permet de savoir si on est en présence d'une distribution normale.

... / ...

GRAPHES D'une DISTRIBUTION NORMALE DES ÉCARTS

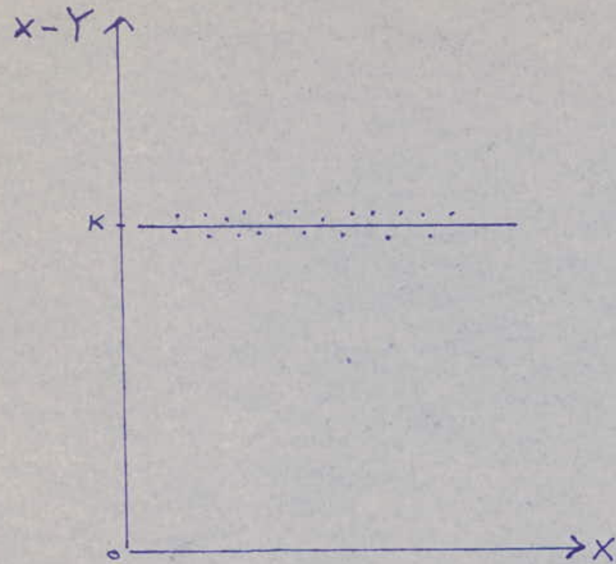


FiG : 2

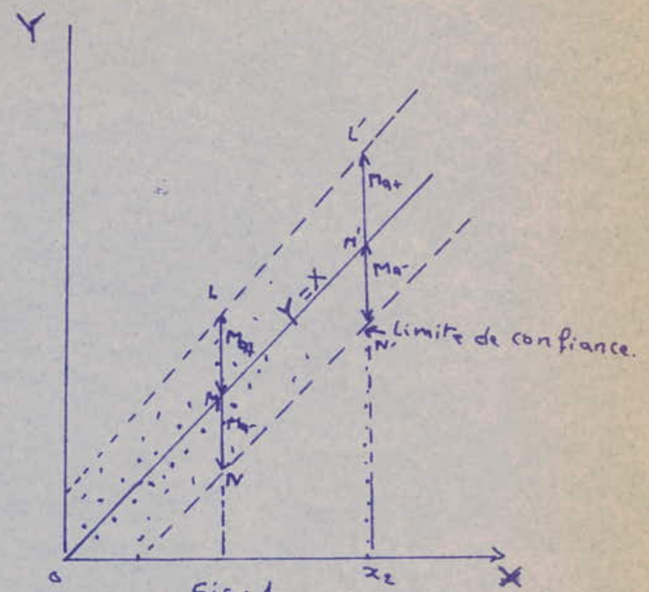


FiG : 1

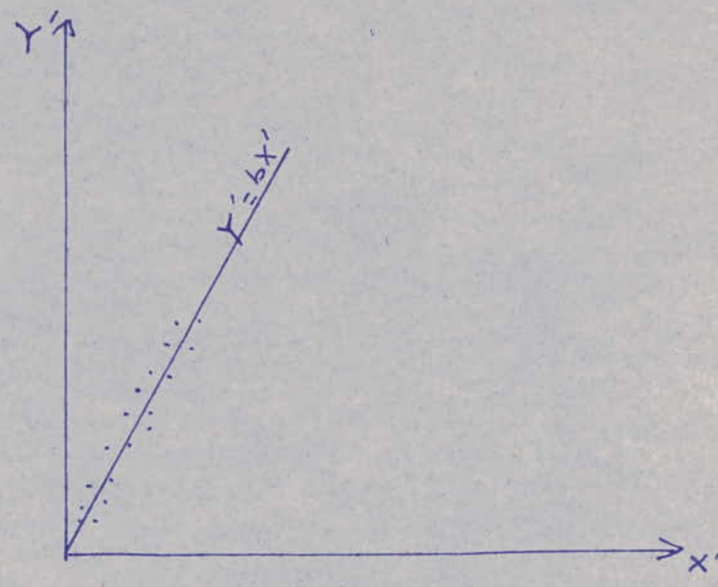


FiG : 3

On fait le rapport si $\frac{\Delta/\sigma}{\sigma} \simeq 0,8$ on est en présence d'une distribution normale

36

<u>Remarque</u> : on peut construire l'histogramme des écarts (xi - yi) et voir si l'allure générale est une courbe en forme de cloche (courbe de Gausi).

6.5 GRAPHES D'UNE DISTRIBUTIONS LOGNORMALE. DE 5 ECARTS (xi - yi).

6.5.1 : GRAPHE (xi, yi). (voire Figure 4)

Le nuage de points (xi, yi) se repartit de part et d'autre le long de la droite y = x d'une façon symetrique, les écarts (xi - yi) augmentent lorsque xi et yi croissent les limites de confiances sont deux droite concurantes à l'origine et symétrique à la droite y - x

La loi lognormale est une loi dissymetrique nous remarquons que pour un même niveau de teneur. $Ma- \neq Ma+$

Remarquons que si l'on fait le changement de variable X = log x et Y = LogY on obtiendra le graphe de la figure 1.

6.5.1.1 LIMITES DE CONFIANCE :

soit le niveau de teneur y

$$\Pr \quad \Pr \left\{ \log y \pm \sigma_1 \right\} = 1 - \alpha = \Pr \left\{ y \in (a, b) \right\}$$

$$\Pr \left\{ \log y - t\sigma_1' < \log < \log y + t\sigma_1' \right\} = 1 - \alpha$$

avec $\sigma_1 = \sqrt{\frac{\sum(\log xi - \log yi)^2}{2\,n}}$

d'ou $a = y.\ 10^{+t\sigma_1'}$

$b = y.\ 10^{-t\sigma_1'}$

l'ecart absolu sera égale à :

$$Ma = y\,(10^{\pm \sigma_1} - 1)$$

l'ecart relatif $Mr = \frac{Ma}{y}$

$$Mr = (10^{\pm \sigma_1} - 1)$$

... / ...

GRAPHES D'une DISTRIBUTION LOGNORMALE DES ÉCARTS.

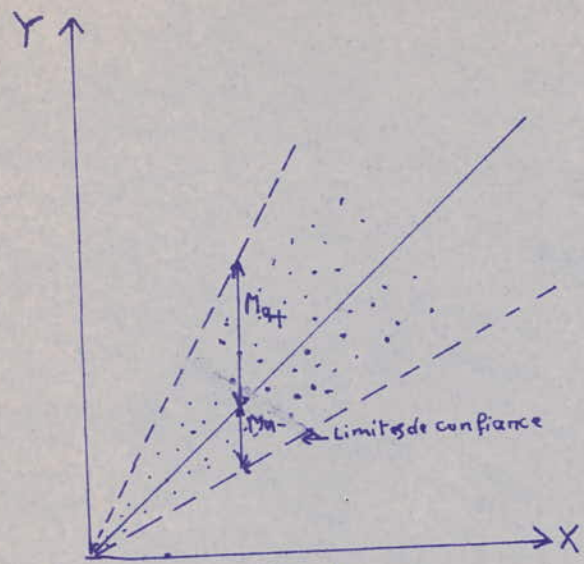


FiG: 4

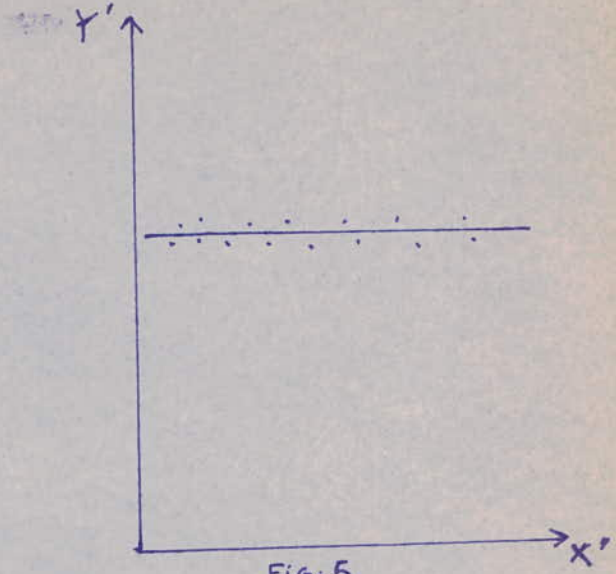


FiG: 6

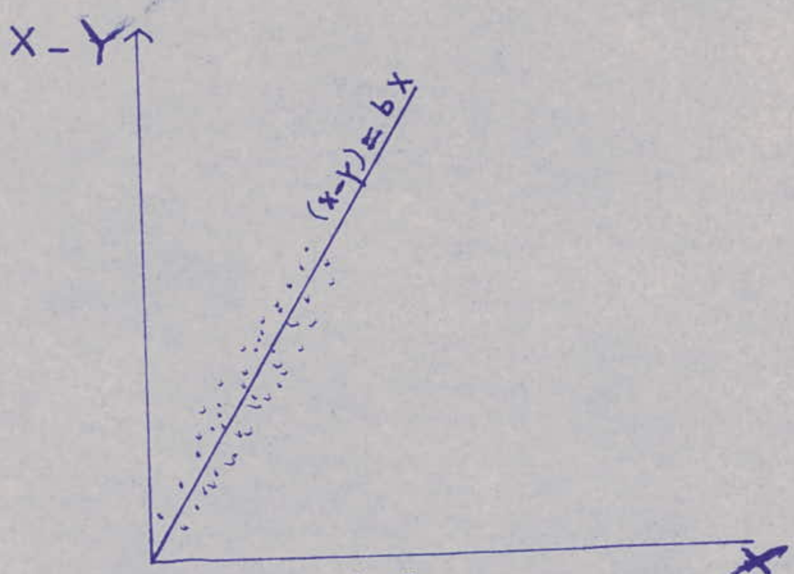


FiG: 5

Nous remarquerons que l'ecart absolue, varie en fonction de la teneur considerée selon une droite d'equation Ma = ky
37

par contre l'ecart relatif Mr est indepandant de la teneur considérée.

6.5.2. GRAPHES (x, x - y).

(Voire Figure 5)

Le nuage de points se répartit de part et d'autre d'une façon symétrique le long d'une droite d'equation $(x - y) = b\,x$ car comme nous venons de le voire l'ecart absolue dépend de x.

6.5.3 GRAPHES (x', y')

(Voire Figure 6)

L'ecart relatif Y étant indepandant de x donc de X' le nuage de point se repartira de part et d'autre d'une droite Y' = constante d'une façon symetrique.

6.5 BUT DE LA METHODE.

Dans toutes les methodes citée s precedemment dans les operations de controle, on considere les écarts entre xi et yi comme se distribuant normalement. Frequemment à cause de l'insuffisance des informations ne peut verifier d'une façon rigoureuse ni la distribution est normale ni définir la véritable loi de distribution des écarts qui peut ne pas être normale ni lognormale. Etant donné que la loi normale nous permet de définier à l'aide de l'écart type et de la moyenne, une bonne évaluation des erreurs aleatoires, c'est à dire des erreurs accidentelles. Nous nous proposons de transformer la loi inconnue de distribution en une loi lognormale. Le but de cette nouvelle méthode est de définir une constante C qui en l'ajoutant à xi et à yi donne une distribution lognormale les différences [illegible] + c) - log (yi + c) se distribuerant normalement.

... / ...

6.7 DETERMINATION DE LA CONSTANTE C.

On suppose que le nuage de poi nts (X'i, Y'i) a pour équation de regression une equation du premier degré, c'est à dire que le nuage de points se distribue d'une façon symétrique par rapport à une droite $Y' = b X' + a$ qui est l'équation de regression. dont on déterminera les constantes a et b par la méthode des moindres carrés. On sait que si a = o $Y' = b X'$ on a une distribution normale (6.3.3) si Y' = constante = a on a une distribution lognormale (6.5.3). On définit la constante $C = \frac{b}{a}$. On veut que notre distribution soit lognormale après avoir ajouté la constante c. En ajoutant C à xi et yi on a Y' constante = k on trouve alors que $\underline{C = \frac{b}{a}}$

6.7.1 CAS PARTICULIERS.

6.7.1.1

Si a est grand par rapport à b on a la droite $Y' = b X' + a$ a.
donc C = très petit o Y' = constante donc on est en présence d'une distribution lognormale des écarts xi - yi et il sera inutile d'ajouter la constante C qui sera negligeable. Donc pour une loi lognormale C = o.

6.7.1.2

Si b est grand par rapport à a on a la droite $Y' = b X' +$ b X' sera très grand par rapport à la plus grande valeur obtenue, nous sommes en présence du cas où la distribu tion des écarts est normale. Dans ce cas on pourra appliquer les régles de la loi normale sans ajouter C pour une distribution normale : C est infinie vis à vis des grandeurs étudiees

6.7.2 LIMITE DE CONFIANCE.

Pour un niveau de teneur x, l'écart absolue Ma sera.

$$\underline{Ma = (x + c)\,(10^{\pm t(\sigma_1')} - 1)}$$

et l'écart relatif.

$$Mr = \frac{(10^{\pm t}(\sqrt{1} - 1)}{} \times \frac{(x \pm C)}{x}$$

(Voire Figure 7) en ajoutant C Mr dépend des grandeurs étudiees.

Ainsi en ajoutant la constante C à xi et yi revient à faire une translation d'axe Y = y + c et X = x + c, de telle façon que les droites de limites de confiance se croisent en O' nouvel origine (voir les cas particuliers suivant le signe de a, b et c) (figures 8; 9, 10).

6.8, CARTE DE CONTROLE.

En ajoutant la constante c à x et y on a obtenu une distribution lognormale on pourra ainsi établir une carte de contrôle qui consiste à tracer les limites de confiances pour une probabilité donnée. Nous pouvons alors porter les points (xi, yi) si ils appartiennent à l'intervalle de confiance on considerera que les écarts entre xi et yi comme étant acceptable. Si par contre un point n'appartient à l'intervalle de confiance on devra reconsiderer l'analyse en charchant la cause de cet écart anormal ou en refaisant une autre analyse.

6.9 MARCHE A SUIVRE POUR ENTREPRENDRE LES CALCULS.

On presente tous les resultats sous forme d'un seul tableau.

Colonne 1 et 2 Présentation des xi et yi.

Colonne 3 et 4 On presente Ai et Bi : si xi > yi on a Ai = xi et Bi = yi

si xi < yi Ai = yi et Bi = xi

A > B

Colonne 5 et 6 On présente A' et B' : A'i = Ai mais A' est présente suivant les valeurs croissantes ou decroissantes de A on fait correspondre à A'i - B'i = Bi.

Colonne 7 : A' - B'

... / ...

ALLURE DES GRAPHES $(X, X-Y)$ ET (X', Y') suivant le signe de a et b

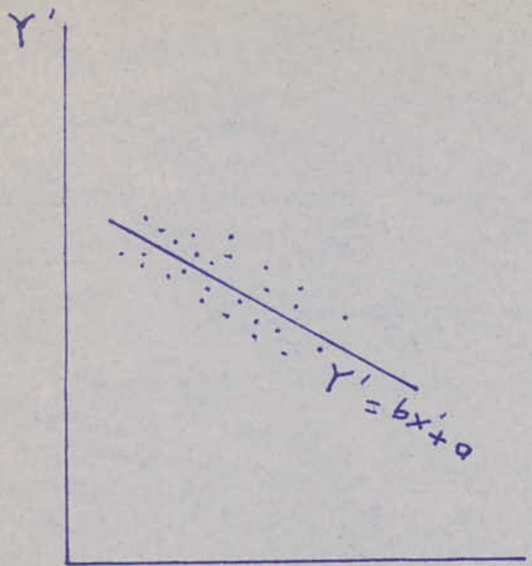


FIG : 11

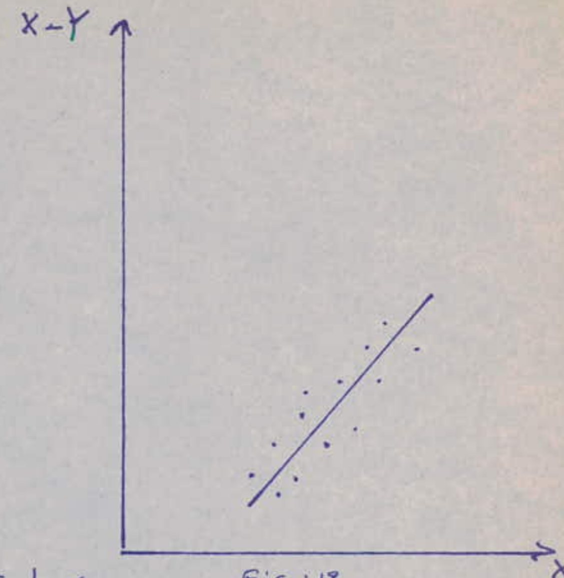


FIG : 12

$a > 0$ et $b < 0$

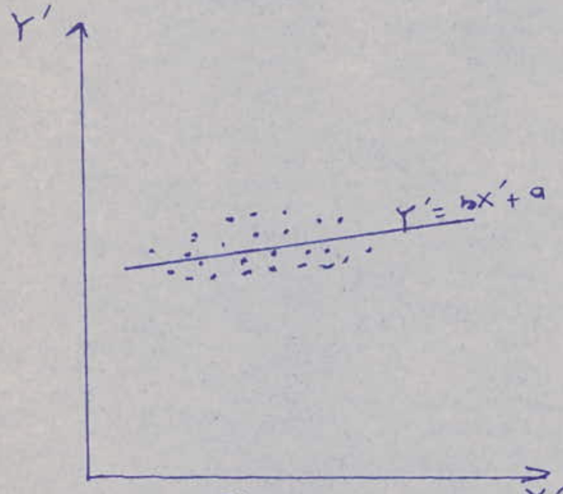


FIG : 13

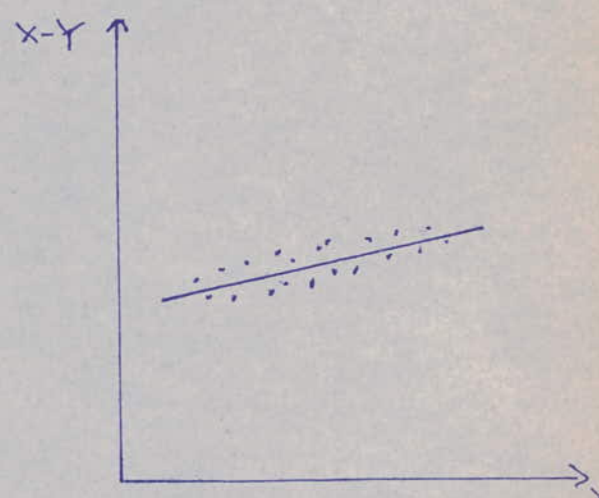


FIG : 14

$a > 0$ et $b > 0$

CARTES DE CONTROLES SUIVANT LES VALEURS ET LE SIGNE DE C

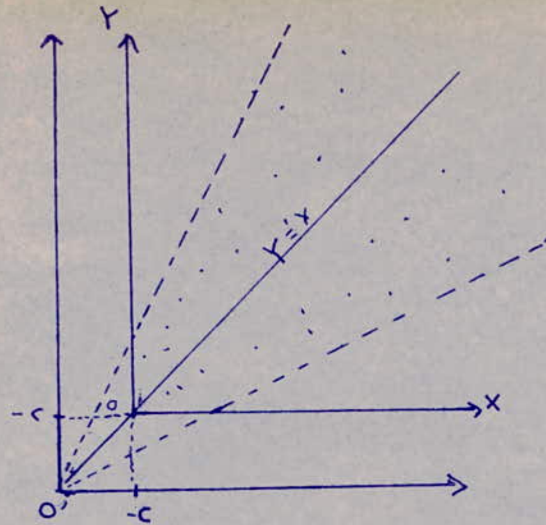


Fig:7 $C>0$. a et $b>0$

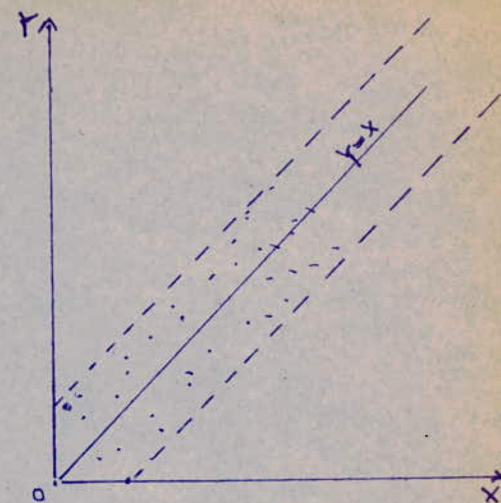


Fig:8 $C=\infty$

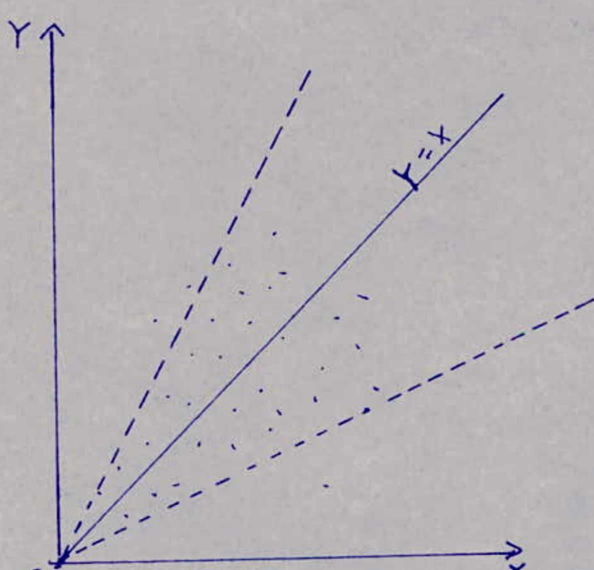


Fig 9 $C=0$

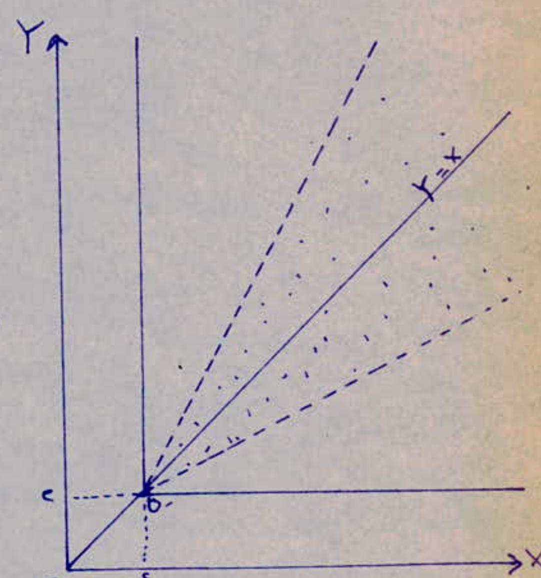


Fig 10 $C<0$ $a>0$ et $b<0$

Colonne 8 : $Y' = \dfrac{A' - B'}{B'}$

Colonne 9 : $X' = \dfrac{1}{X}$

On remarque que les écart $A' - B'$ sont toujours positifs ainsi que Y' grace à la colonne 7, 8, 9 on pourra voire si on est en présence d'une distribution normale ou lognormale. En faisant des graphes.

Pour plus de précaution on calcule a et b pour déterminer C

Colonne 10 : X'^2

Colonne 11 : $X' . Y'$

Par la méthode des moindres carrés on trouve a et b.

$$\sum Y' = na + b \sum x'$$

$$\sum x'Y' = a \sum x' + b \sum x'^2$$

$$\Delta = \begin{vmatrix} n & \sum x' \\ \sum x' & \sum x'^2 \end{vmatrix}$$

$$\Delta a = \begin{vmatrix} \sum Y' & \sum x' \\ \sum x'Y' & \sum x'^2 \end{vmatrix}$$

$$\Delta b = \begin{vmatrix} n & \sum Y' \\ \sum x' & \sum x'Y' \end{vmatrix}$$

$$a = \frac{\Delta a}{\Delta} \qquad b = \frac{\Delta b}{\Delta} \qquad C = \frac{b}{a}$$

Si C n'est pas nul ni infini, on continu les calculs.

Colonne 12 : $Y'' = a \dfrac{B' + c}{B'} = b\,x' + a$

Colonne 13 : $Y' - Y''$

Colonne 14 : $A' + c$

Colonne 15 : $\log (A' + c)$

41

Colonne 16 : $B' + c$

Colonne 17 : $\log (B' + c)$

Colonne 18 : $\log (A' + c) - \log (B' + c)$

Colonne 19 : $(\log (A' + c) - \log (B' + c))^2$

Pour verifier si la distribution est lognormale on fait le test 0,8

$$\frac{\Delta'}{\sigma'_1} = 0{,}8 \text{ avec } \Delta_1 = \frac{\sum |\log (A' + c) - \log (B' + c)|)^2}{\sqrt{2}\, n}$$

$$\sigma'_1 = \sqrt{\frac{\sum (\log (A' + c) - \log (B' + c))^2}{2\, n}}$$

Si on obtient un bon résultat on construira la carte de contrôle.

Pour déterminer, si les erreurs systematiques existent on applique la méthode MURARD pour la détermi nation de l'existance des erreurs systématiques.

Colonne 20 : $x + c$

Colonne 21 : $\log (x + c)$

Colonne 22 : $y + c$

Colonne 23 : $\log (y + c)$

Colonne 24 : $\log (x + c) - \log (y + c)$

Colonne 25 : $(\log (x + c) - \log (y + C))^2$

On calcul m, T, S et σ afin de déterminer l'intervalle de confiance de m

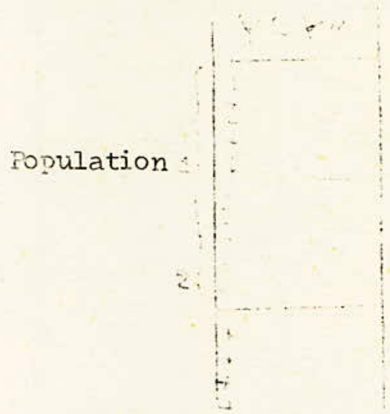
6.9.1 : COLONNE 13.

La colonne 13 a pour but de vérifier que le calcul de a et b s'est fait sans erreur et que l'approximation faite que le nuage de points (X', Y') a pour équation de regression une droite. Si Y' est une variable aléatoire alors la somme des distances entre les points (X'i, Yi) et la

.../...

42

droite Y" = bx + a doit être nulle ou voisine de zéro. D'autre part si on a une succession de signe + ou - puis une autre succession de signes opposées on pourra



alors partager nos données en 2 ou 3 ou n classes. et refaire les calculs pour chaque classe. Les résultats seront meilleurs que si l'on considerait l'ensemble.

REMARQUE:

Il arrive parfois de trouver une valeur de C qui nous indique que la transformation en une loi lognormale n'est pas possible à cause de la valeur élevée de C.Il est possible de trouver une autre valeur de C en calculant Y' = A' - B' / A' au lieu de Y' = A' -B' / B' et

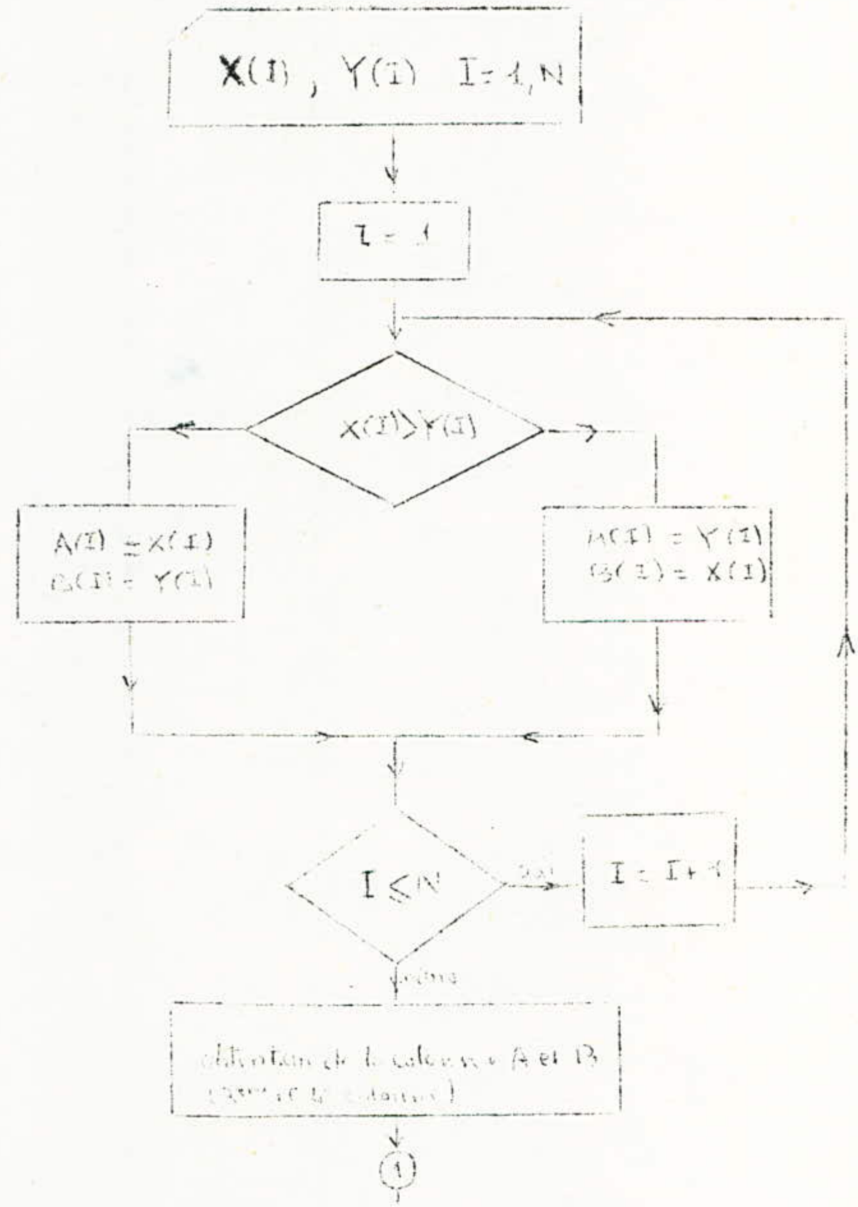
X' = 1 / A' au lieu de X' =1 / B'

(voir exemple sur l'or dans les appliquations numériques)

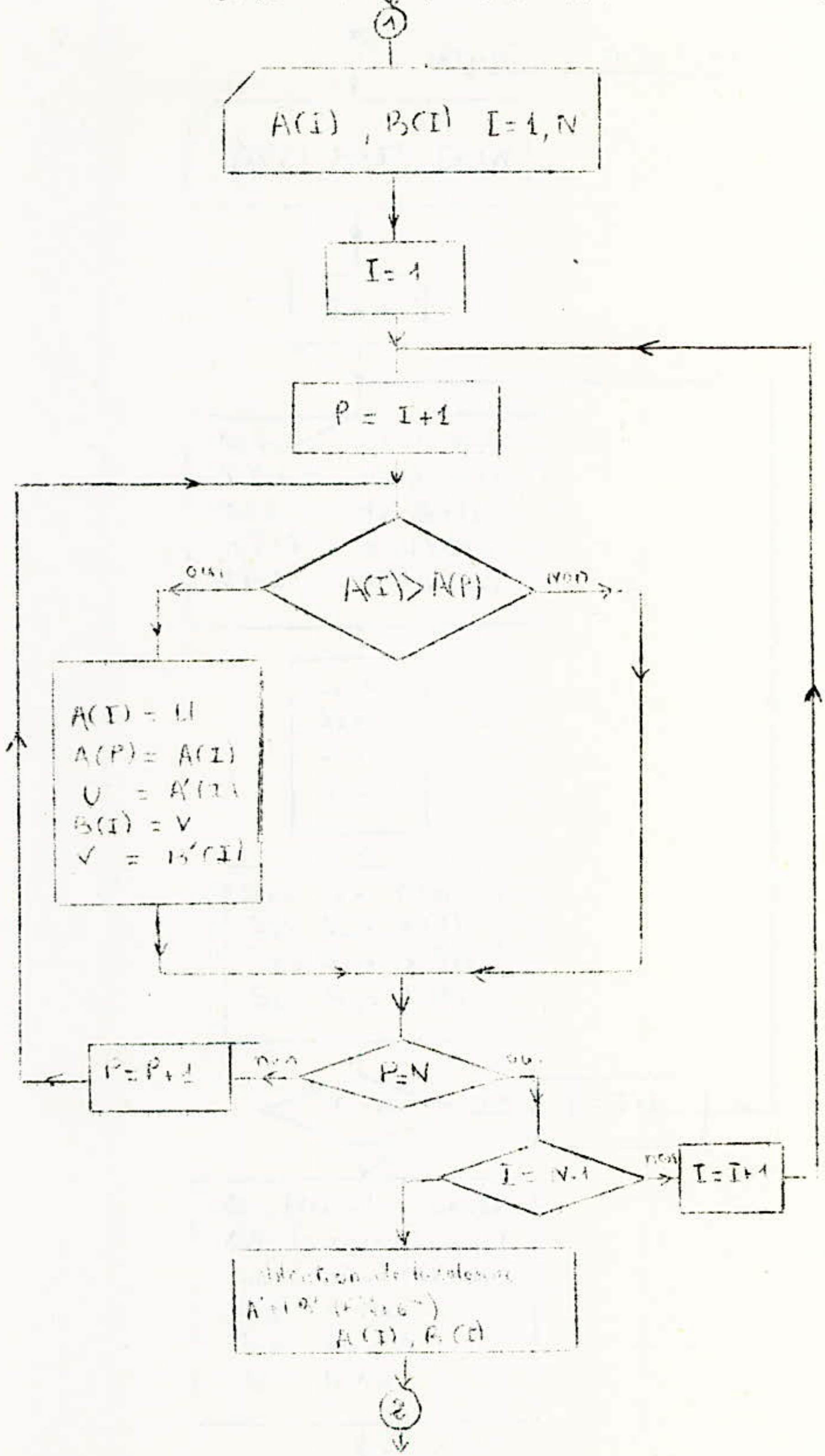
Souvent la seconde valeur de C permet de considérer la loi lognormale.

Les calculs etant tres longs et pénibles à faire ,j'ai conçu un programme permettant d'obtenir les résultats de controle en appliquant la dernière méthode Qui necessite une grande precision dans les calculs. TOUS les exemples que j'ai traite ontété programmés sur ordinateur (voir annexe) et dont je présente 1 ordinogramme simplifié.

ORDINOGRAMME

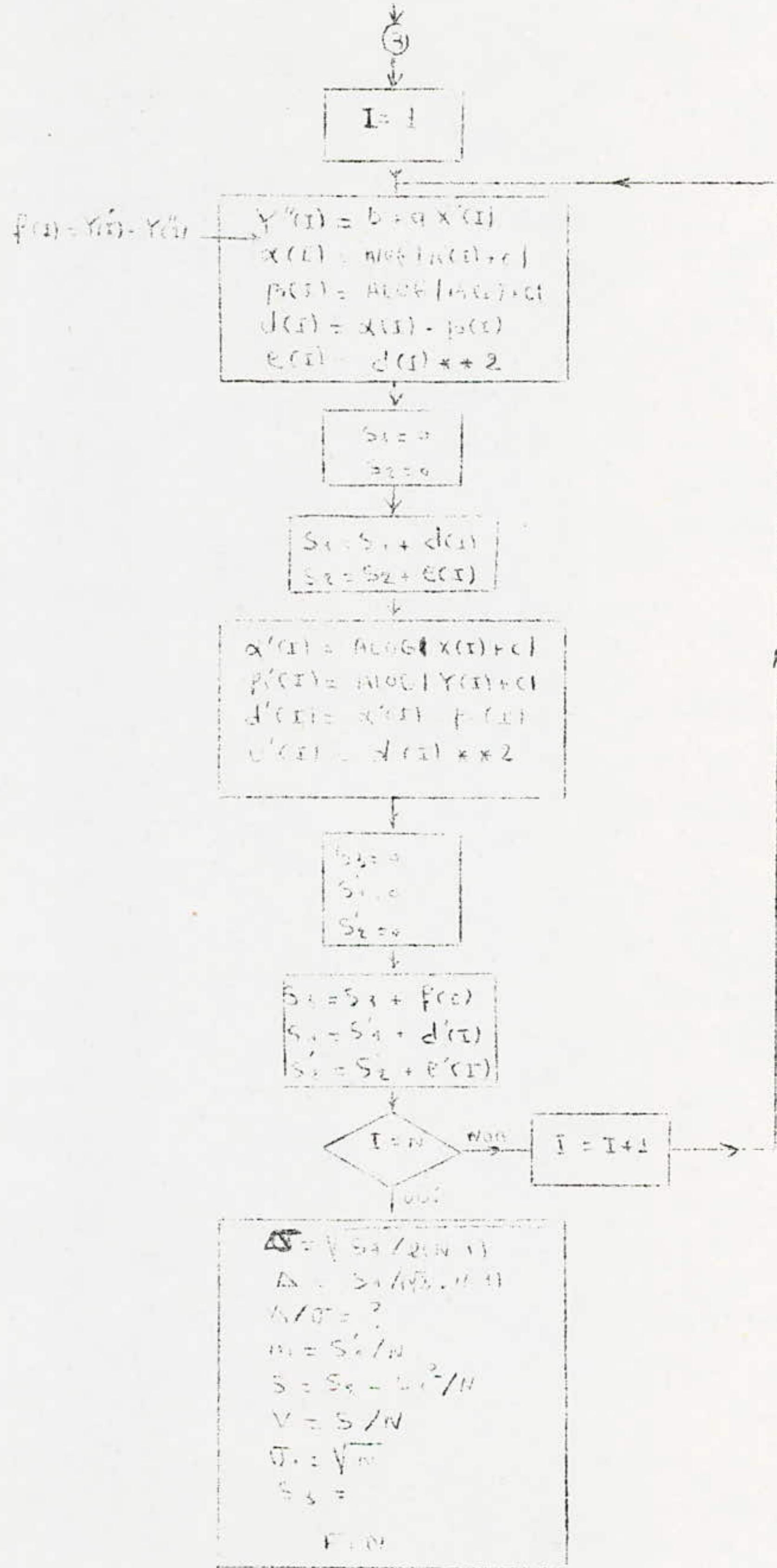


Classement des A(I) selon les valeurs croissantes



..//..

Test 0,8 de normalité, détermination de l'existance des erreurs systématiques



APPLICATIONS NUMERIQUES

Le laboratoire de la mine d'AIN BARBAR à eté chargé d'analyser des echantillons de zinc,de cuivre et de plomb provenant du gisement polymetallique

Pour s'assurer dela correction de ses resultats,on a prelevé au hasard une trentaine d'échantillons provenant de la mine.Pour chaque elément métallique. Pour chacun on a conservé les deux moitiés d'échantillon provenant de la premiere operation de quartage.Une moitié a été analysée puis l'autre moitié quelque temps aprés ,toujour dans le meme laboratoire.Ainsi pour chaque echantillon on dispose de deux resultats d'analyse x et y.

De la comparaison de ces deux series de chiffres,peut on conclure à un ecart aleatoire et mème systematique entre les deux resultats x et y?

1°/ CONTROLE INTERNE DES ANALYSES FAITES SUR LE ZINC:

Soulignons dès le début que nous ne connaissons pas la loi de distribution de x_i et y_i ni de la différence $x_i - y_i$.

Portons sur un graphe les points (A',A' - B').Le nuage de points a pour axe principal une droite qui passe près de l'origine.(voir graphe G3)

De même si nous portons sur un graphe G4 les points(X',Y') nous constatons que le nuage de points admet pour droite de régression une droite qui est presque parallèle à l'axe des abscisses.Ainsi nous pouvons dire que la loi de distribution des écarts entre x_i et y_i est très proche de la loi lognormale.

Calculons les coefficients a et b.

Nous avons 35 échantillons donc n = 35.

$$a = 0{,}071$$

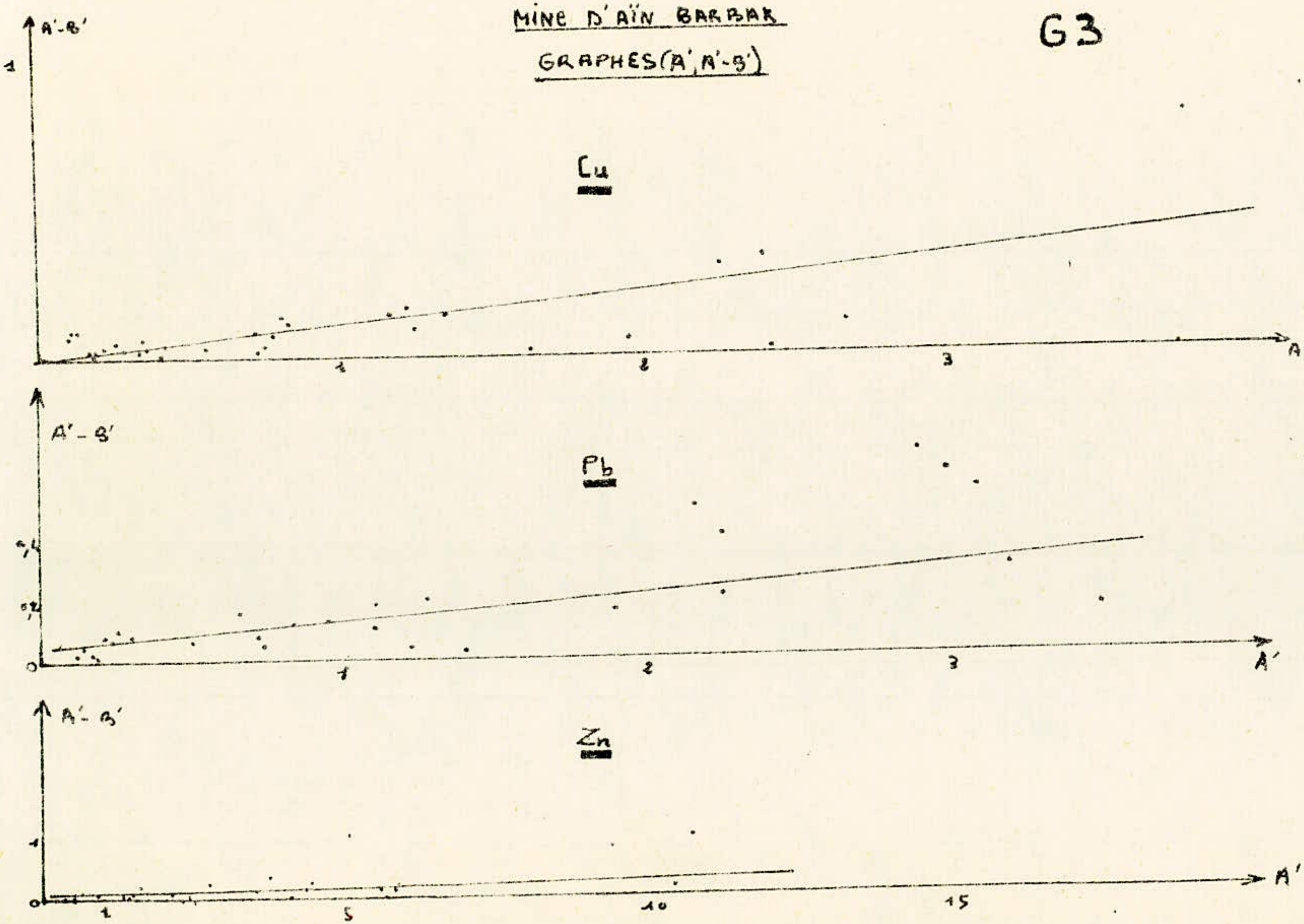
$$b = 0{,}023.$$

d'où $c = \dfrac{0{,}023}{0{,}071} = 0{,}32.$

MINE D'AÏN BARBAR

GRAPHES(A', A'-B')

G3



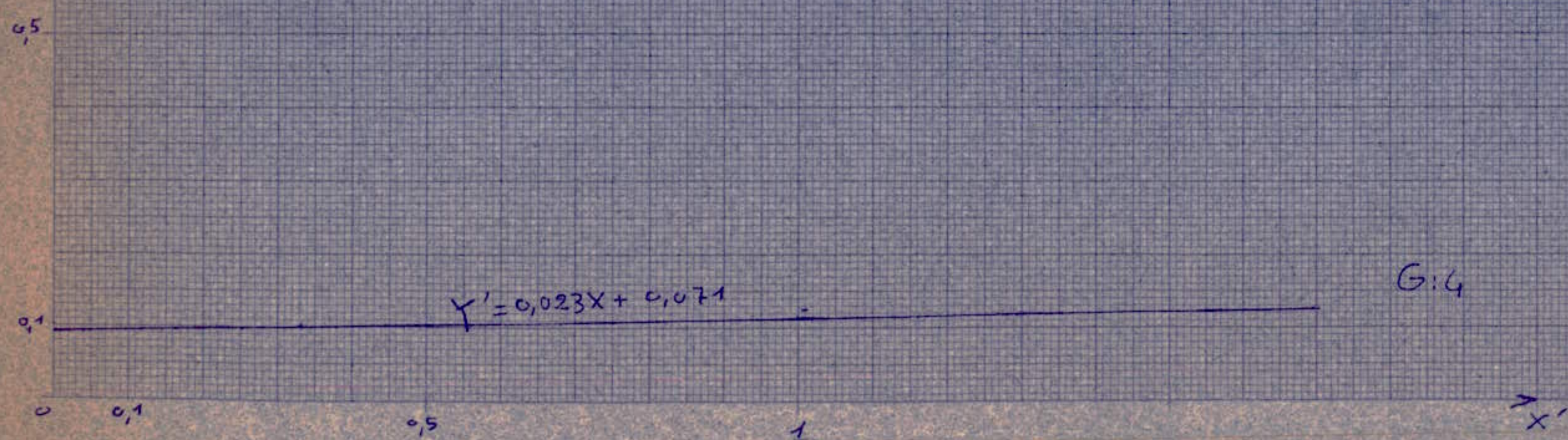
CONTROLE INTERNE Zn

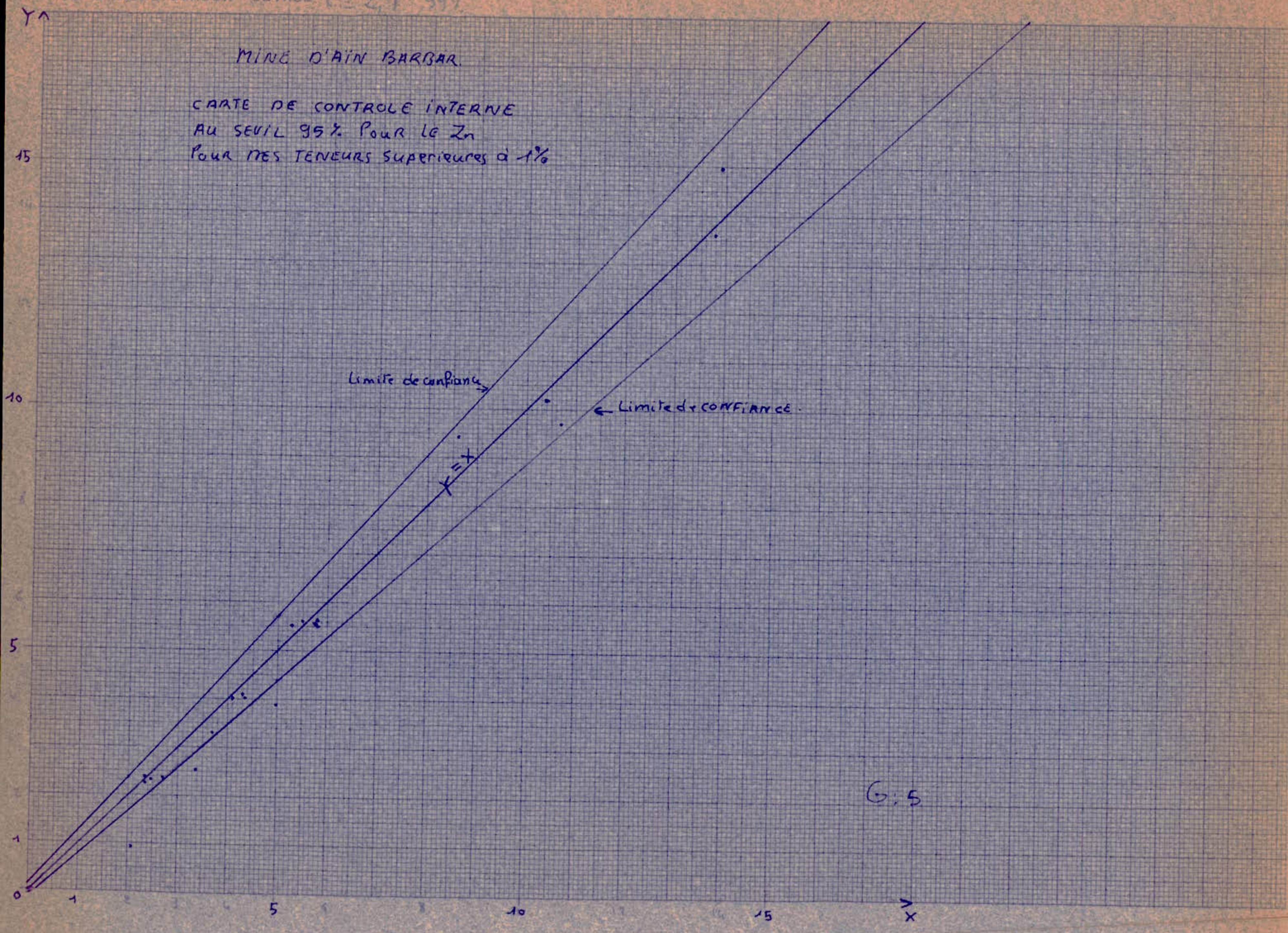
$Y' = bX' + a$

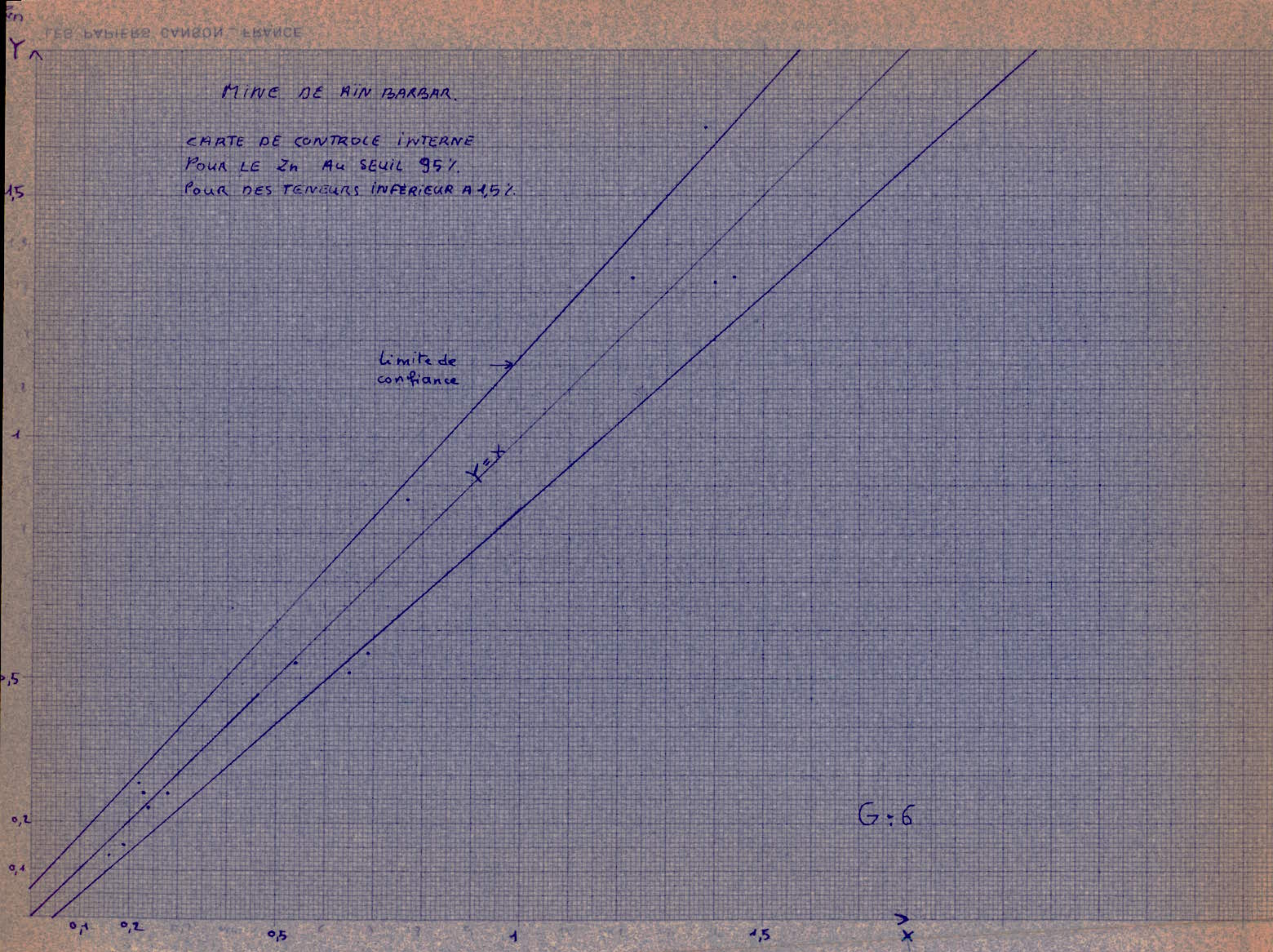
$X' = \frac{1}{X}$

la reparition des points (X', Y') à une répartion dont l'equation de regression à pour équation $Y' = 0{,}023X + 0{,}071$ on a une droite presque // à l'axe des X'. On peut esperer être en presence d'une distribution lognormale des ecarts entre x_i et y_i.

G:4




MINE D'AIN BARBAR.
CARTE DE CONTROLE INTERNE
AU SEUIL 95% POUR LE Zn
POUR DES TENEURS SUPERIEURES À 1%
Limite de confiance
Limite de confiance
Y = X
Y
X
0
1
5
10
15
G: 5


Zn
Y
MINE DE AIN BARBAR.
CARTE DE CONTROLE INTERNE
POUR LE Zn AU SEUIL 95%.
POUR DES TENEURS INFERIEUR A 1,5%.
Limite de confiance
Y=X
G:6
1,5
1
0,5
0,2
0,1
0,1
0,2
0,5
1
1,5
X

L'équation de régression sera:

$$Y' = 0,023.X' + 0,071$$

Si nous ajoutons C à A' et B',et si nous prenons les logarithmes ,les écarts entre log(A' + C) et log(B' + C)suivront la loi normale.

- En faisant l'histogramme des différences $A'_i - B'_i$,nous obtenons une allure qui est loin d'être normale.En prenant les différences: log(A' + C) - log(B' + C) l'allure de l'histogramme est celle de la courbe de GAUSS.Nous montrons ainsi que la transformation que nous avons faite,a changé notre loi de distribution (qui etait quelconque et inconnue) en une loi de distribution lognormale.

(Voir planche histogramme.)

- Faisons maintenant le test 0,8:

Nous avons $\sigma'_1 = 0,0261$

$\Delta'_1 = 0,0211$

Donc le test sera:

$$\frac{\Delta_1}{\sigma_1} = 0,807$$

Avec un tel résultat,nous pouvons dire,qu'en ajoutant C, la distribution des écarts entre A' et B' est une loi lognormale.

La distribution des ecarts entre x' et y' etant lognormale, nous pouvons dresser une carte de controle pour une probabilité 95% (voir les cartes de controle G5et G6) les deux droites qui delimitent les intervalles de confiance ont pour equation :

$$Ma = (x+o,32)(10^{\pm 2\times 0,0261} - 1)$$

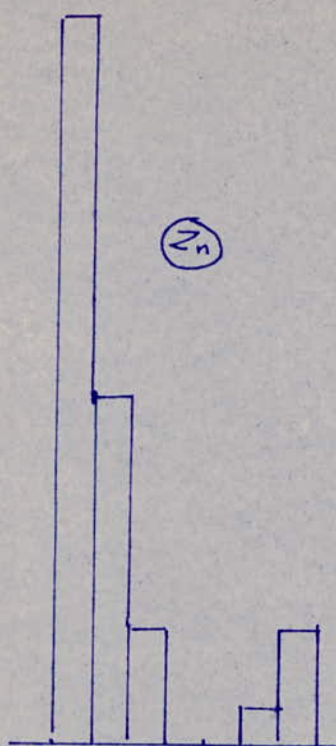
Ce sont deux droites symetriques à la droite y=x

La carte de controle nous indique que sur les 35 analyses de controle 0 etaient hors des limites tolerees.

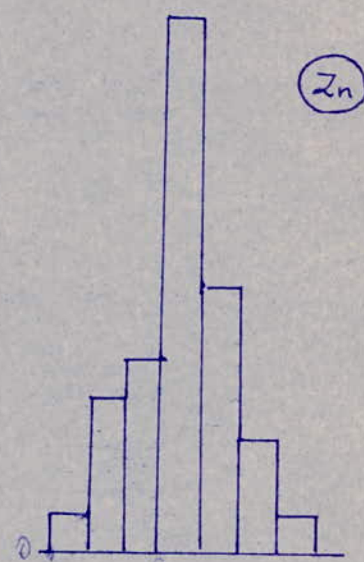
L'erreur absolue Mr au seuil 95%:

$$m \quad Mr = \frac{\bar{x} + 0,32}{\bar{x}} \times (10^{\pm 2\times 0,0261} - 1) \times 100$$

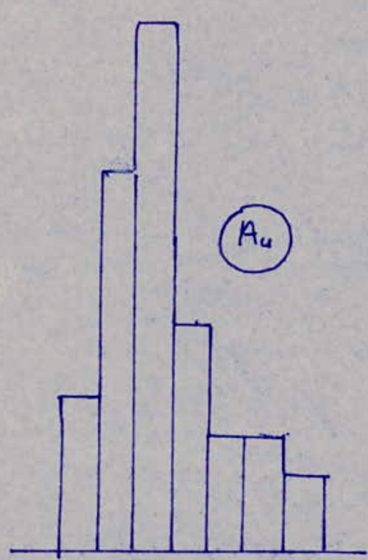
HISTOGRAMME DES ECARTS $x_i - y_i$
(Analyse de controle interne)



Histogramme des écarts
$\log(x_i + c) - \log(y_i + c)$



En ajoutant c à x_i et y_i et en prenant les log on a obtenu une distribution normale.



Histogramme des ecarts $x_i - y_i$.
on a une distribution approxi-
-mativement normale.

PLANCHE : 1

avec $\bar{x} = \frac{\sum Xi}{35} = \frac{128,21}{35} = 3,66$ $\bar{x} = 3,66$

$$Mr = \frac{3,66 + 0,32}{3,66} \times (10^{\pm 2 \times 0,0261} - 1) \times 100$$

$$\underline{Mr = 13,89 \%}$$

Pour une probabilité = 70%:

t = 1

$$Mr = \frac{3,66 + 0,32}{3,66} \times (10^{\pm 0,0261} - 1) \times 100$$

$$\underline{Mr = 6,74\%}$$

VERIFIONS QUE LES ERREURS SYSTEMATIQUES N'INFLUENT PAS SUR LES ECARTS

m = 0,0113

S = 0,0421

V = 0,0012

= 0,0347

Au seuil 95%:

$$t \times \frac{}{n-1} = \frac{2 \times 0,0347}{35-1} = 0,0119$$

Limites de confiance :

$m \pm$ 0,0119

$$0,0113 - 0,0119 < m < 0,0113 + 0,0119$$

$$\underline{-0,0006 < m < + 0,0232}$$

La valeur 0 étant comprise dans l'intervalle de confiance de m on ne peut pas conclure à un ecart systematique entre les resultats x et y. La concordance des deux séris de resultats est satisfaisante du point de vue ecart systématique.

2°/ CONTROLE INTERNE DES ANALYSES FAITES SUR LE PLOMB (MINE D'BARBAR)

Portons surun graphe (A'_1 ,$A'-B'$) (voir graphe G3) ,le nuage de points a pour axe principal une droite à faible coefficient directeur, tendant à passer près de l'origine .

De même la droite de regression du nuage de points (X'_1,Y') a pour equation

$$Y' = 0,028X' + 0,137$$

C'est une droite qui ne passe pas par l' origine,et qui est presque paral--le à l'axe des abscisses X' .

Nous pouvons dire que la loi de distribution des ecarts entre x' et y' est proche de la loi lognormale ;.

N=32

a =0,137

b = 0,028

d'où $C = \frac{0,028}{0,137} = \cancel{0,137}$ $\qquad C = 0,208$

C = 0,21

En ajoutant C à x' ety' et en prenant les logarithmes , les ecarts entre Log(x'+C)et Log(y'+ C) se distribuerons suivant la loi normale.

Les ecarts absolus $\Delta'_1 = 0,040$
L'ecart type $\sigma'_1 = 0,045$

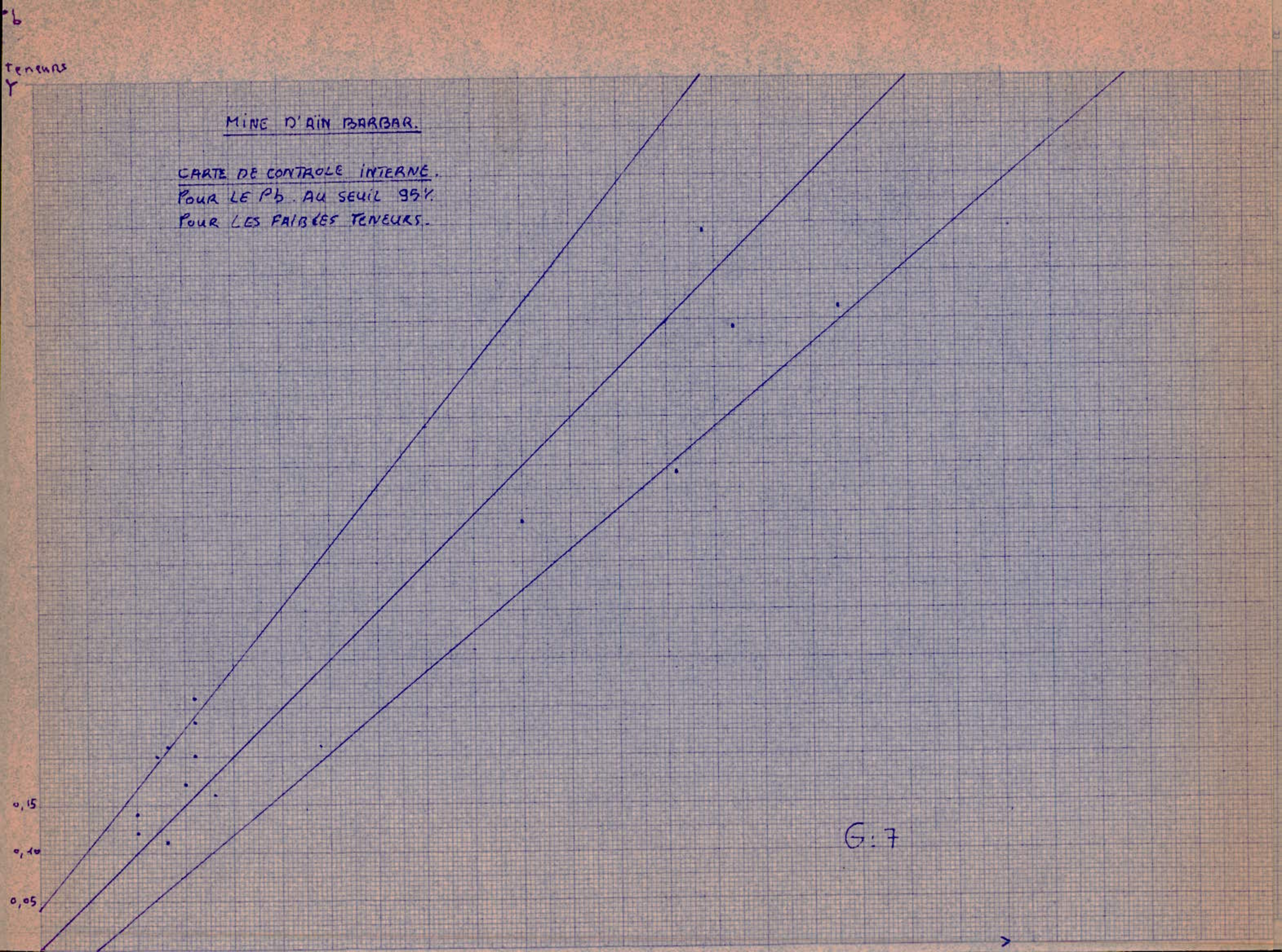
Le test 0,8donne :0,883

nous pouvons considerer le test comme satisfaisant ,et prendre comme loi de référence la loi lognormale,et pouvoir ainsi dresser une carte de controle au seuil 95%.(voir carte de controle G7 ET G8)

Les deux droites qui delimitent les intervalles de confiance,ontpour equation :

$$Ma = (x + 0,21)(10^{\pm 2\times 0,045} - 1)$$

L'ERREUR RELATIVE AU SEUIL 70% :


Teneurs
Y
MINE D'AÏN BARBAR.
CARTE DE CONTROLE INTERNE.
POUR LE Pb. AU SEUIL 95%
POUR LES FAIBLES TENEURS.
0,15
0,10
0,05
G:7

t = i

$$Mr = \frac{\bar{x} + 0,21}{\bar{x}} \times (10^{\pm 0,045} - 1) \times 100$$

$\bar{x} = \frac{36,87}{32}$ $\bar{x} = 1,15$

d'où $\underline{\underline{Mr = 12,91}}$

<u>VERIFIONS QUE LES ERREURS SYSTEMATIQUES N'INFLUENT PAS SUR LES ECARTS</u>

m = 0,0092

S = 0,1221

σ = 0,0618

V = 0,0038

Au seuil 95% :

$$t \times \frac{}{n-1} = \frac{2 \times 0,0618}{31}$$

limites de confiance :

m $\pm$ 0,0222

$$0,0092 - 0,0222 < M < 0,0092 + 0,0222$$

$$\underline{-0,0130 < m < + 0,0314}$$

La valeur 0 étantcomprise dans l'intervalle de confiance de m , on ne peut pas conclure à un ecart systematique entre les resultats x et y .La concordance des deux series de resultats est satisfaisnte du point de vue ecart systematique.

3°/ Contrôle interne des analyses faitessur le cuivre (mine d'AIN BARBAR)

Le nuage de points (A',A' - B') a pour axe principal une droite passant près de l'origine.(voir graphe G3)

La droite de régression du nuage de points (X',Y') a pour équa--tion :

$$Y' = 0{,}015.X' + 0{,}095$$

Cette droite ne passe pas par l'origine,donc nous sommes en pré--sence d'une loi de distribution qui est proche de la loi lognormale.

On a: $c = 0{,}156$

L'écart absolu est $\Delta_1' = 0{,}028$

L'écart type est : $\sigma_1' = 0{,}032$

Le test 0,8 donne un rapport égal à 0,89.

Les écarts entre A' et B' ou X et Y est lognormal (après avoir a--jouté c).

Après avoir dressé la carte de contrôle au seuil 95 %,nous avons sur 34 mesures,deux points qui sont hors des limites tolérées. (Voir graphes G9 et G10).

L'erreur absolue pour t = 1 (Pr = 70 %):

$$M_r = \frac{\bar{x} + 0{,}16}{\bar{x}} \left(10^{+0{,}032} - 1 \right)$$

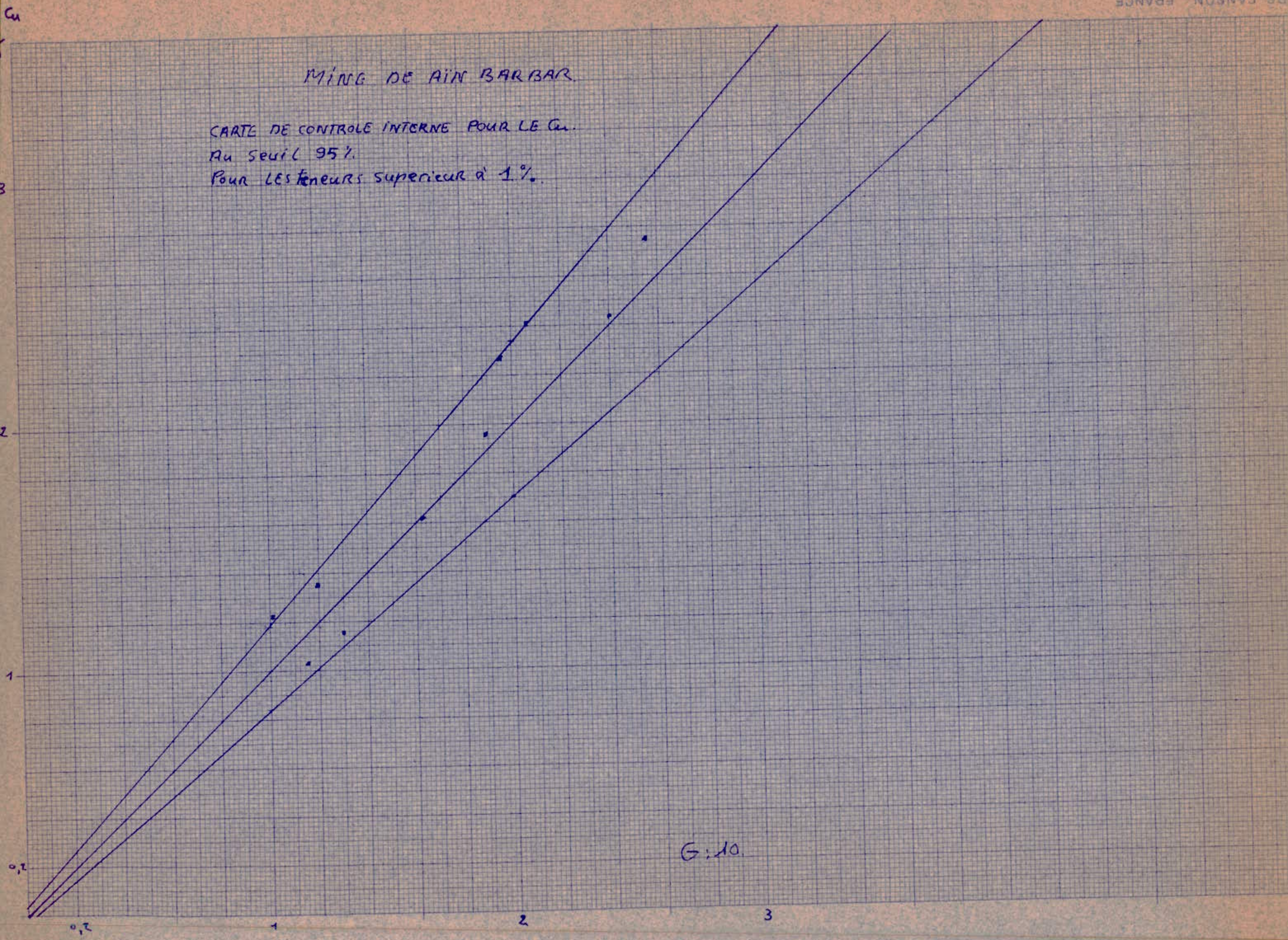
Avec $\bar{x} = \frac{28{,}57}{34} = 0{,}84$.

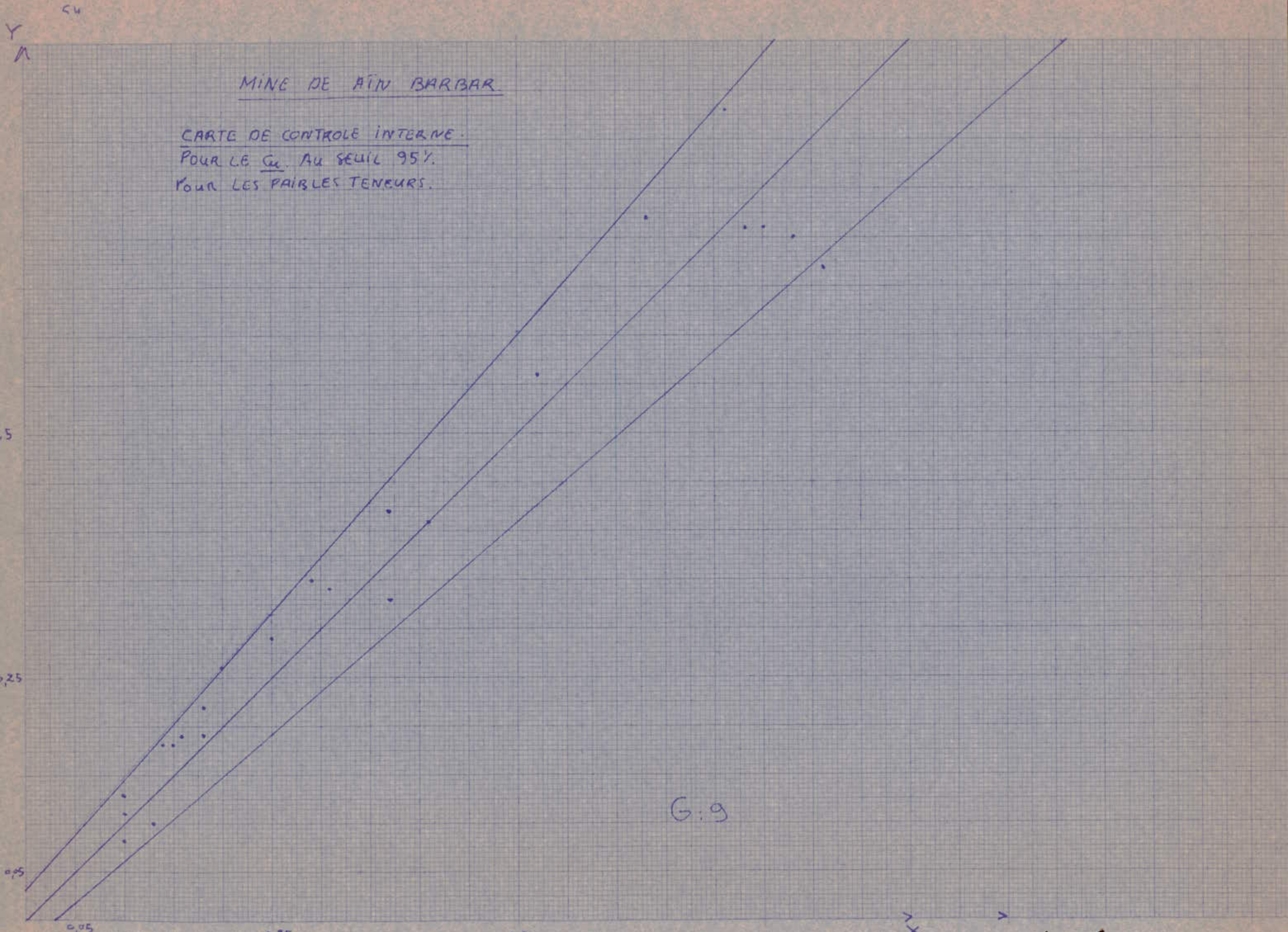
D'où $M_r = 9{,}10$ %.

Vérifions que les erreurs systématiques n'influent pas sur les écarts.

$m = - 0{,}0187$

$S = 0{,}0550$


MINE DE AÏN BARBAR
CARTE DE CONTROLE INTERNE POUR LE Cu.
Au seuil 95%.
Pour LES teneurs superieur à 1%.
G: 10
Cu
3
2
1
0,2
0,2
1
2
3



MINE DE AÏN BARBAR
CARTE DE CONTROLE INTERNE.
POUR LE Cu. AU SEUIL 95%.
POUR LES FAIBLES TENEURS.
G.9
Y
X
0,05
0,25
0,50
,5
0,25
0,05

$V = 0{,}0016$

$\sigma = 0{,}0402.$

Au seuil 95 % :

$$t.\frac{\sigma}{\sqrt{n-1}} = \frac{2 \;.\; 0{,}0402}{\sqrt{34 - 1}} = 0{,}0140$$

Limites de confiance:

$$m \pm 0{,}0140$$

$$- 0{,}0187 - 0{,}0140 < m < - 0{,}0187 + 0{,}0140$$

Soit: $\underline{- 0{,}0327 < m < - 0{,}0047}$

La valeur 0 n'étant pas comprise dans l'intervalle de confiance de m, on peut dire que les écarts entre x et y sont d'origine aléatoires et systèmatiques. Pour éliminer les erreurs systèmatiques, il faudra corriger les valeurs de x en fonction de y [illegible].

APPLICATION DE LA METHODE DE OUSSIKOV SUR L'EXEMPLE DU § 4.2.3.

Reprenons l'exemple du § 4.2.3. nous avions pris comme hypothèse pour le contrôle interne des analyse du cuivre, que les écarts entre x_i et y_i se distribu--aient suivant la loi normale sans pouvoir la vérifier, vu que le nombre des données est restreint.

Appliquons la méthode de OUSSIKOV:

Portons sur un graphe les points (A',A' - B') (voir le graphe G_2).

Nous remarquons que le nuage de points a pour axe une droite qui est parallèle (ou presque) à l'axe des abscisses A'.

On peut considérer que les écarts entr x_i et y_i se distribuent nor--malement, donc que l'hypothèse est vérifiée.

Mais si nous portons sur le graphe (X',Y') (voir graphe G2), on remar--que que le nuage de points a pour axe principal une droite inclinée ne passant pas par l'origine. Nous pouvons donc penser que nous sommes en présence de distribution lognormale des écarts entre x_i et y_i.

Calculons l'équation de régression du nuage de points (X',Y'). Cette équation est de la forme :

$$Y' = bX' + a$$

Nous trouvons que: $a = 0{,}016$

$b = 0{,}057$

Donc nous obtenons:

$$Y' = 0{,}057.X' + 0{,}016$$

D'où nous déduisons: $c = \frac{b}{a} = 3{,}52$

En traçant la droite $Y' = 0{,}57.X' + 0{,}016$, nous constatons que celle-ci ne passe pas par l'origine et qu'elle est presque parallèle à l'axe des abscisses. Donc nous pouvons prendre comme hypothèse la loi lognor-male aprèè avoir éffectué le changement de variables suivant:

$\log(A' + C)$ et $\log(B' + C)$.

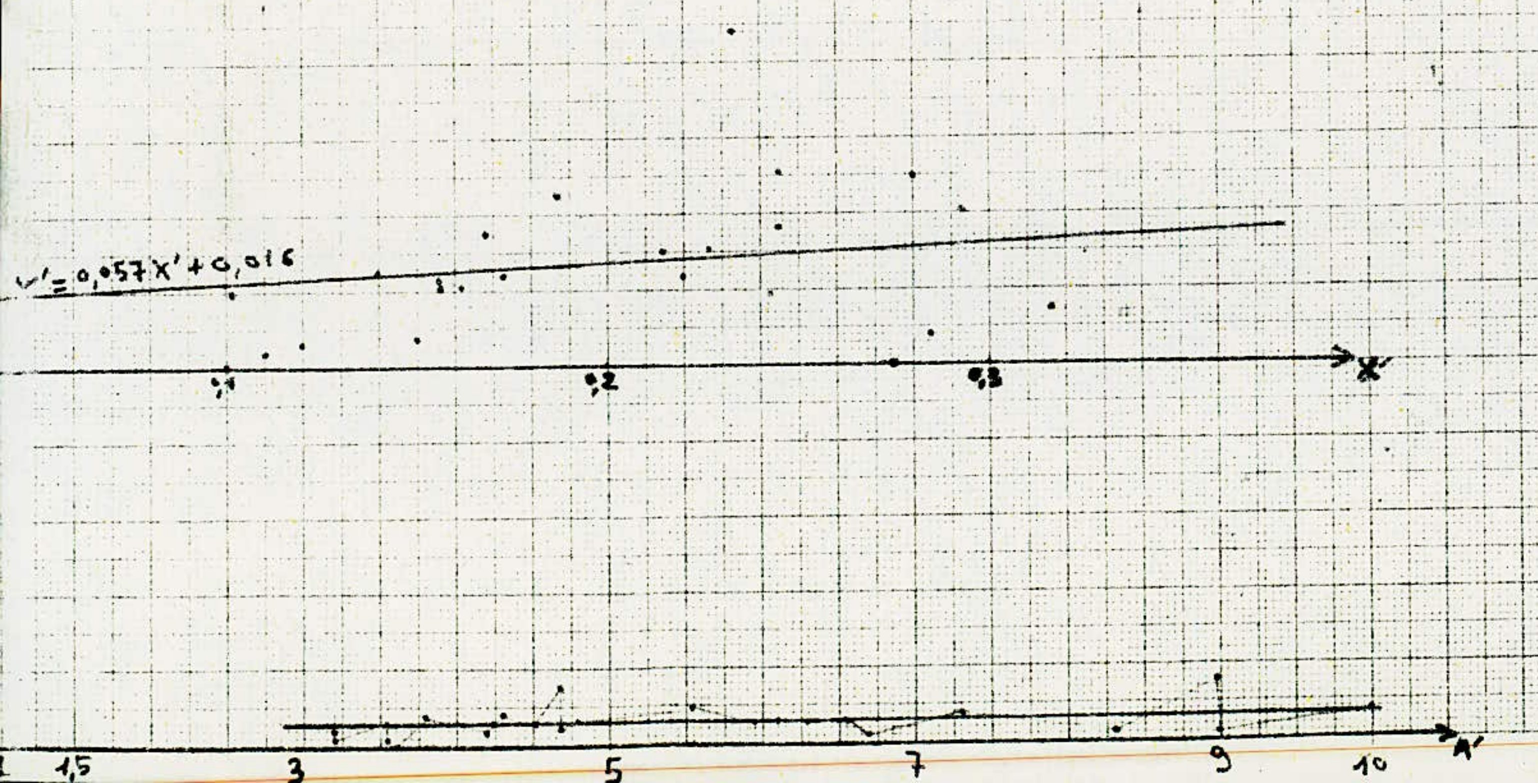
Les différence $\log(A'+ 3{,}52) - \log(B' +3{,}52)$ se distribueront normalement.

L'écart absolu est $\Delta' = 0{,}00514$.

.../...

CONTROLE INTERNE SUR LES ANALYSES DE CUIVRE (4.2.3)

G2



L'écart-type: $\sigma'_1 = 0{,}00595$.

Le test 0,8 nous donne:

$$\frac{\Delta'_1}{\sigma'_1} = \frac{0{,}00514}{0{,}00595} = 0{,}86.$$

Nous pouvons considérer le test comme satisfaisant et nous pouvons donc appliquer les règles de la loi normale.

Traçons une carte de contrôle.

Les limites de confiance sont deux droites d'équation:

$$M_a = (x + c)(10^{\pm t\sigma'_1} - 1).$$

Pour n = 25 et une probabilité égale à 95 % nous avons t = 2,06.

$$M_a = (x + 3{,}52)(10^{\pm t.0{,}00595} - 1).$$

L'erreur relative sur les écarts sera:

$$M_r = \frac{M_a}{\bar{x}} = \frac{(\bar{x} + 3{,}52)}{\bar{x}}(10^{\pm t.0{,}00595} - 1).$$

avec $\bar{x} = 5{,}5$.

$$M_r = \frac{(5{,}51 + 3{,}52)}{5{,}51} . (10^{\pm t.0{,}00595} - 1). 100$$

Si on prend t = 1 c'est à dire pour une probabilité de 70 % ,on trouve :

$$\underline{M_r = 2{,}26\ \%.}$$

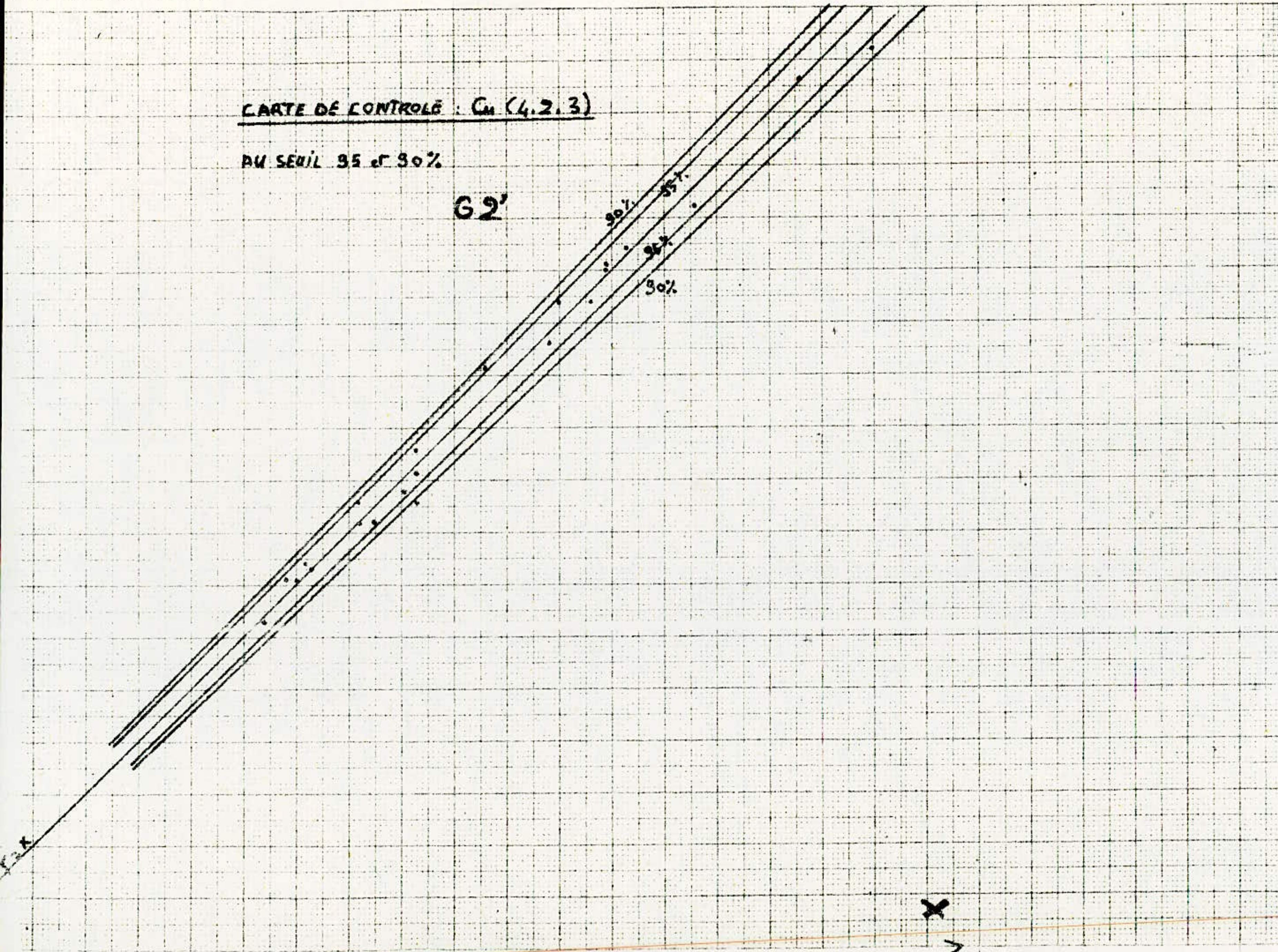
Par la méthode de BARATCHEV en considérant la loi normale:

$$\underline{M_r = 2{,}18\ \%.}$$

CARTE DE CONTROLE : Cu (4.2.3)

AU SEUIL 95 et 90%

G2'



Nous constatons qu'en considérant la loi normale ou la loi lognormale, nous aboutissons aux même résultats du point de vue erreur relative.

Nous sommes en présence d'un cas particuliers où les écarts entre x_i et y_i sont considérés comme suivant la loi normale ou la loi lognormale.

CONTROLE EXTERNE DES ANALYSES FAITES SUR L'OR

Portons sur un graphe les points (X', Y') (voir graphe G1) on remarque que l'axe principal du nuage de points est une droite à fort coefficient directeur et passant pres de l'origine . DEterminons l'équationde re--gression: $Y' = bX' + a$

$Y' = 21,160268$

$X' = 19,337583$

$X'^2 = 33,393550$

$X'Y' = 36,955582$

$$\Delta = \begin{vmatrix} 44 & 19,337583 \\ 19,357583 & 33,39550 \end{vmatrix}$$

$$\Delta_a = \begin{vmatrix} 21,160268 & 19,337583 \\ 36,955582 & 33,39550 \end{vmatrix}$$

$$\Delta_b = \begin{vmatrix} 44 & 21,160268 \\ 19,357583 & 36,95582 \end{vmatrix}$$

$a = -0,0079$

$b = 1,1113$

$C = -140,67$

d'où $\underline{Y' = 1,1113X' + 0,0072}$

Remarquons que a est tres petit devant b l'équtionpourra s'écrire

$\underline{Y' = 1,1113X'}$

Nous pouvons aussi considerer C comme etant infinie,vis àvis des erreurs considerées.

Tout ceci montre que nous sommes en presence d'une distribution normale des ecart entre x et y. Et pouvoir ainsi determiner l'éxistance des erreurs systematique à l'aide de l'ecart type(exp:deja traité)

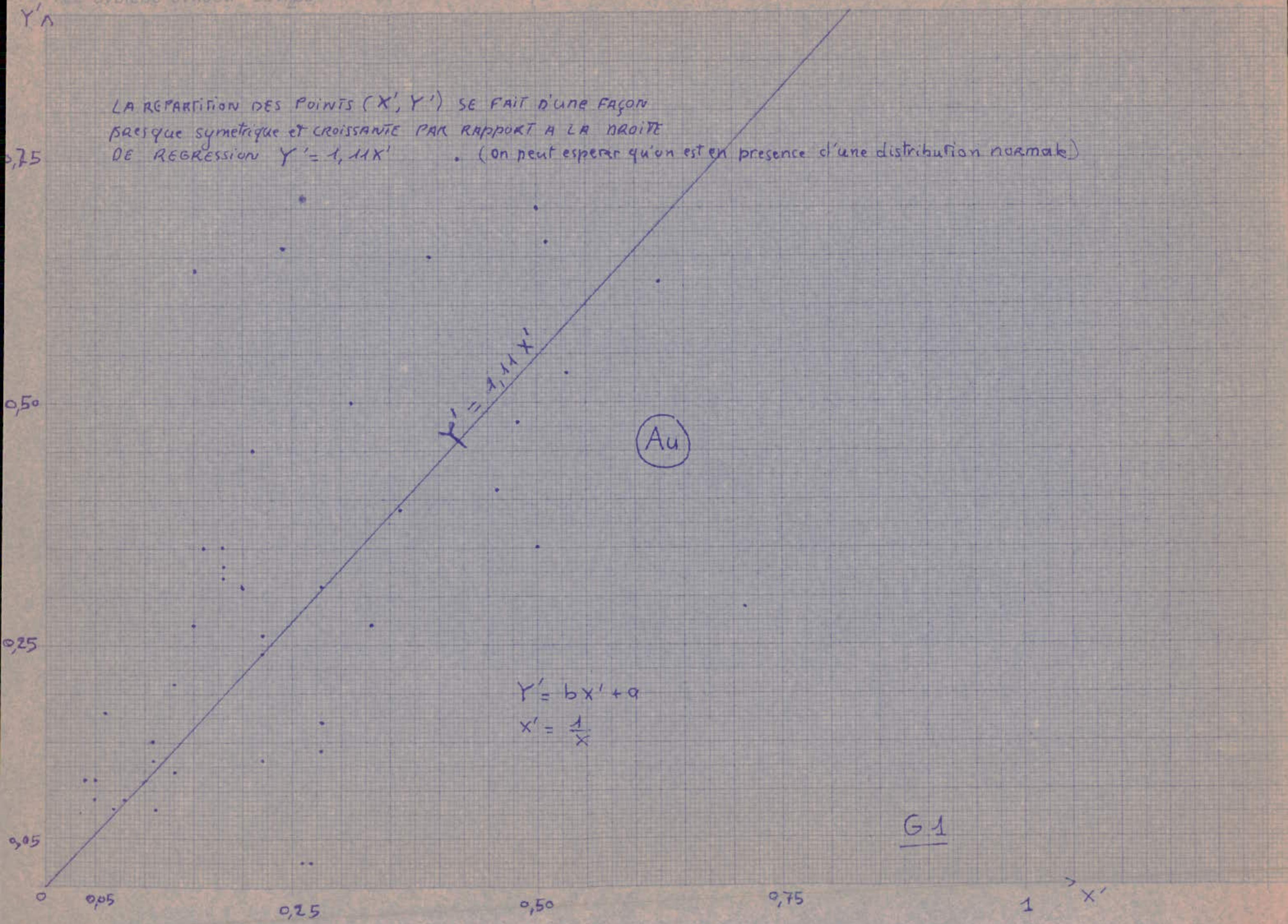
CONFRONTATION DES ANALYSES (CONTROLE EXTERNE SUR L'OR)

X	Y	A	B	A'	B'	A' - B'
20,5	22,40	22,40	20,50	27,20	24,40	2,80
24,40	27,20	27,20	24,40	22,40	20,40	1,90
18,70	20,70	20,70	18,70	20,70	18,70	2,00
16,50	19,50	19,50	16,50	19,50	16,50	3,00
13,80	15,00	15,00	13,80	15,00	13,80	1,20
12 70	13,90	13,90	12,70	13,90	12,70	1,20
9,10	10,50	10,50	9,10	10,50	9,10	1,40
9,00	10,20	10,20	9,00	10,20	9,00	1,20
8,80	9,50	9,50	8,70	9,60	7,90	1,70
7,90	9,60	9,60	7,90	9,50	8,90	0,70
7,70	5,70	7,70	5,70	8,50	7,60	0,90
7,60	8,50	8,50	7,60	8,40	6,60	1,80
6,60	8,40	8,40	6,60	8,30	5,00	3,30
5,50	7,30	7,30	5,50	7,70	5,70	2,00
5,10	6,70	6,70	5,10	7,30	5,50	1,80
5,00	8,30	830	5,00	6,80	4,70	2,10
4,70	6,80	6,80	4,70	6,80	4,10	2,70
4,70	5,90	5,90	4,70	6,70	5,10	1,60
4,50	5,10	5,90	4,50	6,50	3,80.	2,70
4,50	5,60	5,60	4,50	6 90	4,70	1,20
4,10	6,80	6,80	4,10	5,60	4,50	1,10.
3,90	4,00	4,00	3,90	5,10	4,50	0,60
3,80	6.50	6,50	3,80	4,80	3,20	1,60
3,70	3,80	3,80	3,70	470	3,60	1,10
3,60	4,10	4,10	3,60	4,30	2,60	1,70
3,60	4,70	4,70	3,60	4,20	3,60	0,60
3,60	4,20	4,20	3,60	4,20	2,40	1,80
3,20	4,80	4,80	3,20	4,10.	3,60	0,50
3,00	3,80	3,80	3,00	4,00	3,90	0,10
2,80	3,90	3,90	2,80	3,90	2,80	1,10
2,60	4,30	4,30	2,60	3,80	3,00	0,80
2,40	4,20	4 20	2,40	3,80	3,70	0,10
2,20	3,10	3,10	2,20.	3,40	2,00	1,40
2,10	3,10	3,10	2,10	3,10	2,10	1,00
2,00	3,40	3,40	2,00	3,10	2,20	0,90
2,00	2,70	2,70	2,00	3,00	1,80	1,20
1,90	2,90	2,90	1,90	2,90	1,90	1,00
1,80	3,00	3,00	1,80	2,70	2,00	0,70
1,60	2,60	2,60	1,60	2,60	1,60	1,00
1,40	1,80	1,80	1,40	1,90	0,80	1,10
0,90	1,60	1,60	0,90	1,80	1,40	0,40
0,80	1,90	1,90	0,80	1,60	0,90	0,70
0,80	0,90	0,90	0,80	1,40	0,20	1,20
0,20	1,40	1,40	0,20	0,90.	0,80.	0,10

CONFRONTATION DES ANALYSES (CONTROLE EXTERNE SUR L'OR)

	Y'	X'	X'²	X'.Y'	Y''	Y'-Y''
1	0,106557	0,040984	0,001680	0,004367	+ 0,061012	0,04545
2	0,092683	0,048781	0,002380	0,004521	+ 0,038473	0,054210
3	0,106952	0,053476	0,002860	0,005719	+ 0,047524	0,059428
4	0,181818	0,060606	0,003673	0,011019	+ 0,114466	0,067352
5	0,086957	0,072464	0,005251	0,006302	+ 0,006428	0,080529
6	0,094488	0,078740	0,006200	0,007440	+ 0,006984	0,087504
7	0,153846	0,109890	0,012076	0,016906	+ 0,031725	0,122121
8	0,133333	0,111111	0,012346	0,014815	+ 0,009855	0,123478
9	0,215190	0,126582	0,016023	0,027239	+ 0,074519	0,140671
10	0,079545	0,113636	0,012913	0,009039	− 0,047296	0,126841
11	0.118421	0,131579	0,017313	0,015582	− 0,027803	0,146224
12	0,272727	0,151515	0,022957	0,041322	+ 0,104348	0,168379
13	0,660000	0,200000	0,040000	0,132000	+ 0,437740	0,222260
14	0,350877	0,175439	0,030779	0,061557	+ 0,155912	0,194965
15	0,327273	0,181818	0,033058	0,059504	+ 0,125218	0,202055
16	0,446809	0,212766	0,045269	0,095064	+ 0,210362	0,236447
17	0,658537	0,243902	0,059489	0,160619	+ 0,384488	0,271049
18	0,313726	0,196078	0,038447	0,061515	+ 0,095824	0,217902
19	0,710526	0,263156	0,069252	0,186981	+ 0,418079	0,292447
20	0,255319	0,212766	0,045269	0,054323	+ 0,018872	0,236447
21	0,244444	0,222222	0,049383	0,054321	− 0,002512	0,246956
22	0,133333	0,222222	0,049383	0,029630	− 0,113623	0,246956
23	0,500000	0,312500	0,097656	0,156250	+ 0,152719	0,347281
24	0,305556	0,277778	0,077161	0,084877	− 0,003138	0,308694
25	0,653846	0,384615	0,147929	0,251479	+ 0,226423	0,427423
26	0,166667	0,277778	0,077161	0,046296	− 0,142027	0,308694
27	0,750000	0,416667	0,173611	0,312500	+ 0,286958	0,463042
28	0,138889	0,277778	0,077161	0,038580	− 0,169805	0,308694
29	0,025641	0,256410	0,065746	0,006575	− 0,259308	0,284949
30	0,392857	0,357143	0,127551	0,140306	− 0,004036	0,396893
31	0,266667	0,333333	0.111111	0,088889	− 0,103766	0,370433
32	0,027027	0,270270	0,073046	0,007305	− 0,273724	0,300751
33	0,700000	0,500000	0,250000	0,350000	+ 0,144350	0,555650
34	0,476191	0,476191	0,226757	0,226757	− 0,053000	0,529191
35	0,409091	0,454545	0,206612	0,185950	− 0,096045	0,505136
36	0,666667	0,555556	0,308642	0,370370	+ 0,049278	0,617389
37	0,526316	0,526316	0,277008	0,277008	− 0,058579	0,584895
38	0,350000	0,500000	0,250000	0,175000	− 0,205650	0,555650
39	0,625000	0,625000	0,390625	0,390625	− 0,069563	0,694563
40	1,250000	1,250000	1,562500	1,562500	− 0,139125	1,389125
41	0,285714	0,714257	0,510204	0,204082	− 0,508072	0,793786
42	0,777778	1,111111	1,234568	0,864198	− 0,457000	1,234778
43	6,000000	5,000000	25,000000	30,000000	+ 0,443500	5,556500
44	0,125000	1,250000	1,562500	0,156250	+ 1,264125	1,389125
TOTAL =	21,160268	19,357583	37,393550	36,955582		

PLANCHE N°



Y'
LA REPARTITION DES POINTS (X', Y') SE FAIT D'UNE FAÇON
presque symetrique et CROISSANTE PAR RAPPORT A LA DROITE
DE REGRESSION Y' = 1,11X' . (on peut esperer qu'on est en presence d'une distribution normale)
0,75
0,50
0,25
0,05
Y' = 1,11 X'
Au
Y' = bX' + a
X' = 1/X
G 1
0
0,05
0,25
0,50
0,75
1
X'

Comme nous l'avons fait remarquer dans les paragraphes 6, 9 et 1, nous reprenons ici les calculs en considérant cette fois $Y' = \frac{B' - A'}{A'}$ et $X' = \frac{1}{A'}$

Nous trouverons alors :

$$a = -0{,}169$$

$$b = -0{,}333$$

$$\text{d'où} \quad c = 1{,}970$$

L'équation de régression du nuage de points $(X' - Y')$ a pour équation :

$$Y' = -\,0{,}333\,X' - 0{,}169$$

C'est une droite qui est loin de passer prés de l'origine ; dans ce cas on peut considérer que les écarts entre X et Y suivent la loi Log-normale en ajoutant la constante C.

Vérifions que les erreurs systématiques existent même si on considère la loi Log-normale , la méthode de R. MURARD reste toujours applicable :

On a :

$$m = -\,0{,}077$$

$$S = 0{,}125$$

$$V = 0{,}003$$

$$\sigma = 0{,}053$$

Limite de confiance au seuil 95% :

On a $t = 2$

$$t \times \frac{\sigma}{\sqrt{n-1}} = 2 \times \frac{0{,}053}{\sqrt{44-1}} = 0{,}016$$

$m \pm 0{,}016$

$$+61 < m < +93$$

On peut conclure que les écarts entre X et Y sont systématiques.

Grace aux expériences réalisées dans plusieurs laboratoires à travers le monde, on a pu déterminer des limites admissibles pour les erreurs relatives faites à l'analyse, pour un certain niveau de teneur pour une probabilité égale à 70 % (c'est à dire pour t = 1).

Ainsi pour le Zinc les teneurs comprises entre 0,5 % et 10 % l'erreur admissible a pour intervalle de confiance 6 - 15 % .

TABLEAU DES ERREURS RELATIVES ADMISSIBLES A L'ANALYSE:

Analyse	Teneur en %	Erreur relative admissible en %
Fer	plus de 30 % 10 à 30 % 5 à 10	1 à 2 2 à 4 4 à 8
Fe_2O_3	plus de 5 % 1 à 5	2 à 4 4 à 7
Cuivre	plus de 3 % 0,5 à 3	3 à 7 7 à 10
Zinc	plus de 25 % 10 à 25 0,5 à 10 trace à 0,5	2 à 3 3 à 6 6 à 15 15 %
Plomb	plus de 15 % 6 à 15 0,5 à 6	2 à 4 3 à 6 6 à 12
Hg	plus de 2 % 0,25 à 2 0,06 à 0,25	4 à 7 7 à 15 15 à 30
Or(g/tonne)	plus de 50 g/t 20 à 50 5 à 20	1 à 3 3 à 5 5 à 10
P_2O_5	plus de 0,3 0,03 à 0,3	3 à 7 7 à 5

Le laboratoire de la mine de AIN BARBAR a réalisé des analyses sur le cuivre, le zinc et le plomb. J'avais calculé l'erreur relative Mr pour la probabilité 70 %, pour la teneur moyenne $\bar{x}$, vérifions que ces erreurs relatives suivent les normes fixées :

Pour le Zn , on a Mr = 6,74 % pour une teneur $\bar{X}$= 3,66 erreur relative admissible : 6 à 15 %.

Pour le Pb , on a Mr = 12,91 % pour une teneur $\bar{x}$ = 1,15 erreur relative admissible : 6 à 12 %

Pour le Cu , on a Mr = 9,10 % pour une teneur $\bar{x}$ = 0,84 erreur relative admissible : 7 à 10 %.

Nous pouvons dire que le laboratoire de la mine, travaille dans les normes fixées

7. CONCLUSION

Toutes les méthodes de contrôle que j'ai indiqué auparavent :

- Comparaison de deux moyennes,
- Comparaison de deux variances,
- Méthode proposée par POUKOFIEV,
- Méthode de BARATCHEV,
- Méthode de YOUFA,
- Méthode de R. MURARD,

sont des méthodes valables pour mener un calcul des erreurs aléatoires ; cependant, elles supposent que l'on soit en présence de séries obéissant à la Loi Normale et donc que les résultats ne seront valables que si l'on est véritablement (ou presque) près de la Loi Normale.
Mais il arrive parfois que cette hypothèse ne soit pas vraie, cependant avec la nouvelle méthode que j'ai proposé, il sera possible d'aplliquer les règles de la Loi Normale aux calculs d'erreurs grace au changement de variable que j'ai indiqué et ce en déterminant une constante C qui, en l'ajoutant aux variantes X et Y, nous permettra d'approcher de manière plus précise notre série d'une distribution Lognormale.
Ceci est très important si l'on veut effectuer un calcul d'erreur précis.

L'application de ce modèle est valable non seulement pour les analyses de contrôles chimiques mais également dans tous les domaines scientifiques où le controle des résultats est nécessaire.
J'avais indiqué une méthode pour déterminer la constante C, mais eu égard à l'évolution importante de l'informatique (rapidité et précision dans les calculs) il sera préférable d'utiliser l'ordinateur pour determiner cette constante C.

Nous avons pris pour hypothèse que le nuage de points avait pour équation de régression, une droite , mais il arrive parfois que l'équation de régression soit une branche de parabole ou d'hyperbole ; dans ce cas il faudra prendre un ensemble de droites (2 ou plusieurs droites).
On assimilera alors la courbe à un ensemble de droites et, pour chaque droite l'on déterminera une constante C, permettant ainsi de diviser l'ensemble des données par intervalles de classe et mener un calcul d'erreur, plus précis.

On pourra également trouver la constante C en faisant un sous-programme du test d'hypothèse de normalité (Neyman et Pearson , test de Wald....) l'ordinateur testera les valeurs de C qui, en l'ajoutant à X et Y permettra de trouver la valeur de C - qui donnera le meilleur test et, considérer ainsi les ecarts entre X et Y comme suivant la Loi Log-Normale. Ceci ne restera cependant valable que si le nombre de données est grand : nombre dépassant par exemple la centaine.

oooOOooo

BIBLIOGRAPHIE :

-:-:-:-:-:-:-:-:-:-:-:-:-

* Georges MATHERON : Traité de Géostatistique Appliquée (Technip 1962) - Tomes I et II -

* Pierre LAFFITTE : Introduction à l'étude des roches métamorphiques et des gîtes métallifères (Massen et Cie 1957)

* V.M. KREYTER : Recherche et prospection des gisements de minéraux utiles (Ed."Ecole Sup." Moscou 1973)

* R. MURARD : Probabilités et Statistiques in Revue de l'Industrie Minérale N° spécial 15 Octobre 1960

* Gaston CHARLOT : Les méthodes de la chimie analytique ; Analyse quantitative minérale (Ed. Massen et Cie)

* Manuel BLOCH et Bernard GUILLEMARD : Calcul Automatique in Revue de l'Industrie minéralisée - N° spécial 15 Décembre 1967

-------ooOoo-------