

Claude PAYCHENG
ORSTOM, Montpellier

ÉCHANTILLONNAGE Passage du matériau hétérogène à l'échantillon représentatif

1. Introduction

L'analyse est une recherche d'informations, de renseignements ; c'est en quelque sorte une enquête. Il peut y avoir des enquêtes exhaustives comme celle du recensement d'une population, mais la plupart des enquêtes se font par sondage ; c'est une technique statistique où l'on travaille sur un sous-ensemble de la population sur un échantillon. Cet échantillon peut être désigné par hasard ou en fonction de caractéristiques particulières ; mais sa vocation est de représenter le mieux possible l'ensemble qu'on veut connaître.

2. Hétérogénéité et homogénéité

Toute matière, toute population est hétérogène (l'homogénéité n'est qu'un cas particulier de l'hétérogénéité ; elle est son degré zéro). Lorsqu'on veut connaître la teneur d'un lot, il faut prélever un échantillon représentatif. C'est l'hétérogénéité de ce lot qui fait que l'échantillonnage est un problème ; et ce n'est pas seulement un problème de manutention.

3. Échantillonnage et analyse-erreurs

Soit un lot hétérogène dont on veut connaître la composition ou bien sa teneur en un élément donné (exemple : un minerai dont on veut déterminer la richesse en étain). Obtenir de tels renseignements est nécessaire pour des motifs très divers : transaction commerciale, traitement industriel, mise en valeur agronomique recherche scientifique etc. Il faut donc faire un échantillonnage du lot qu'on veut analyser. L'échantillonnage est un préalable incontournable de l'analyse :

**(Échantillonnage + analyse) est une séquence indissociable
pour qui veut estimer une ou plusieurs teneurs d'un lot.**

L'échantillonnage comme l'analyse sont des opérations non exactes génératrices d'erreurs.

L'erreur globale d'estimation EG qui entache un résultat est la somme des erreurs ET d'échantillonnage et EA d'analyses :

$$EG = ET + EA$$

Chaque étape d'échantillonnage conduisant du lot L à l'échantillon final F engendre une erreur donc :

$$ET = ET_1 + ET_2 + \dots + ET_n$$

Chaque étape est-elle même une suite :

- d'opérations sélectives génératrices d'erreurs au sens strict EE_n
- d'opérations non sélectives génératrices d'erreur de préparations EZ_n

Ces erreurs sont additives et :

$$ET_n = EE_n + EZ_n$$

donc
$$EG = \sum (EE_n + EZ_n) + EA_n$$

$$EE_n + EZ_n = EM_n \text{ (manipulation)}$$

Nous traitons ici des erreurs EE_n et EZ_n mais pas des EA (erreurs d'analyses).

Bref, nous allons commettre des erreurs lors des échantillonnages (comme le dit le bon sens populaire il n'y a que ceux qui ne font rien qui n'en commettent pas). Voyons pour quelles raisons nous sommes mauvais.

4. Méthodes d'échantillonnage

Pour échantillonner un lot on peut utiliser :

- des méthodes probabilistes,
- des méthodes non probabilistes.

Les méthodes dites non probabilistes sont les méthodes par grappillage (on préférera parler alors d'un spécimen) ou même par choix délibéré. C'est la fantaisie complète et c'est totalement incontrôlable. Butiner est sympathique mais si on se veut sérieux on évitera à tout prix ce comportement.

On n'en dira pas plus.

Les méthodes probabilistes se divisent elles-mêmes en :

- échantillonnages par prélèvement,
- échantillonnages par partage.

Les premiers sont destinés aux lots de masse importante, non manipulables et en particulier aux lots en écoulement ; les seconds conviennent aux lots manipulables.

5. Échantillonnage par prélèvement

Un échantillonnage par prélèvement pourra se faire :

- de façon systématique : implantation au hasard d'un premier prélèvement, puis prélèvements à intervalles réguliers (espace ou temps),
- de façon stratifiée au hasard : un prélèvement au hasard dans chaque strate,
- au hasard mais systématiquement (à l'inverse du grappillage).

Il existe des modèles mathématiques susceptibles de représenter l'échantillonnage des lots en écoulement. En préalable, il faut retenir qu'un modèle mathématique est construit sur des prélèvements ponctuels alors que dans la réalité un prélèvement a une certaine dimension, un certain encombrement ; ce qui entraîne des erreurs de manipulation.

5.1. Les erreurs de manipulation

On en connaît trois :

- l'erreur de découpe du prélèvement étendu ED. La découpe d'un prélèvement n'est pas ponctuelle ; on doit bien prendre de la matière concrètement parlant,
- l'erreur du prélèvement discret EP qui consiste à prendre les fragments dont le centre de gravité se trouve dans la zone retenue pour le prélèvement étendu ; on déborde donc la découpe,
- l'erreur de préparation EZ.

L'erreur de manipulation EM est la somme de ces trois erreurs.

$$EM = ED + EP + EZ \text{ comme } EM = EE + EZ$$

$$EE = ED + EP \text{ (opération sélective)}$$

Dans l'industriel il est possible de travailler dans des conditions qui permettent de rendre négligeables les erreurs sélectives de découpe et de prélèvement.

Restent les erreurs de préparation dont les principales sont :

- la contamination par des matières étrangères,
- la perte d'éléments appartenant à l'échantillon,
- l'altération de la composition chimique de l'échantillon,
- l'altération de la composition physique de l'échantillon,
- les erreurs accidentelles résultant d'une faute de l'opérateur,
- les écarts résultant d'une volonté délibérée de biaiser l'échantillon.

5.2. Les modèles mathématiques

5.2.1. *Modèle de l'échantillonnage des lots à une dimension*

(C'est-à-dire un tas très long par rapport à sa largeur, une courroie transporteuse par exemple).

Il y a deux théories. La première utilise un opérateur probabiliste de sélection et caractérise l'hétérogénéité du lot par un variogramme qui a des composantes linéaires paraboliques et sinusoïdales.

Cette théorie a un intérêt surtout didactique et on lui préfère une méthode de calcul point par point des fonctions auxiliaires du variogramme. Elles permettent de déterminer l'erreur dite d'intégration EI.

5.2.2. *Modèle de l'échantillonnage des lots à zéro dimension*

Ce sont des points, par exemple des prélèvements dans une succession de wagon.

On n'insistera pas davantage sur l'échantillonnage par partage et sur les modèles mathématiques. On se reportera aux chapitres correspondants de l'ouvrage de Pierre GY, publié chez Masson, intitulé *Hétérogénéité, Échantillonnage et Homogénéisation*.

6. Échantillonnage par partage

Ces techniques nous sont plus familières. Le partage transforme un lot en un ensemble d'échantillons potentiel jumeaux et on en sélectionne un qui devient l'échantillon réel.

Ces techniques s'utilisent avec les échantillons manipulables ; manipulables à la main à la pelle, pelle qui peut être mécanique.

La distinction principale entre cette technique d'échantillonnage par rapport à l'échantillonnage par prélèvement, en particulier lors de transactions commerciales c'est que si pour une raison quelconque l'opération de partage est biaisée, il est toujours possible de transformer ce biais en erreur aléatoire en tirant au sort l'échantillon réel parmi les échantillons jumeaux, garantissant ainsi l'équité.

On va décrire un certain nombre de techniques.

6.1. Le quartage

Inventé par les mineurs de Cornouailles, il y a plusieurs siècles il consiste :

- à former un cône et à le mélanger (principe du cône d'éboulis),
- à l'aplatir en galette,
- à le diviser en quatre parts (d'où son nom).

La technique n'est pas parfaite car l'homogénéisation laisse à désirer, les gros fragments roulent vers le bas. Le manipulateur peut aisément tricher et le partage en quatre parts est parfois devenu un simple geste symbolique suivi par des prélèvements n'importe comment.

6.2. Le pelletage

Le pelletage fractionné vrai : d'un gros tas, on fait plusieurs petits tas et on en choisit un.

Le pelletage fractionné dégénère : d'un gros tas, on fait un petit tas et un autre tas avec le reste.

Le pelletage alterné : du gros tas, on en fait deux.

Il faut être attentif dans cette technique au taux de remplissage des pelles.

6.3. La tablette japonaise

Le lot est étalé en un tas rectangulaire aplati et on quadrille ce tas comme une tablette de chocolat. Au centre de chaque secteur on prélève une pelletée ; ce qui permet la constitution d'un échantillon secondaire. Les avantages de cette technique ne sont pas flagrants.

6.4. Le diviseur à riffles ou à couloirs

On introduit dans cet appareil familier à nos laboratoires d'analyses de sol, le matériau à traiter avec une pelle rectangulaire de largeur égale à l'ouverture de l'appareil. Il est important de mettre la pelle à raplomb des couloirs. Si tout va bien on obtient deux échantillons parfaitement jumeaux ; on en retient un, au hasard, et on recommence. Il faut éviter les appareils « en cascade » qui ne respectent pas le choix - au hasard - d'un des jumeaux. Il faut savoir que ces appareils s'usent et que le modèle à choisir (largeur des couloirs) dépend de la quantité de matière à traiter. Penser aux phénomènes de collage si l'échantillon n'est pas assez sec, à ceux d'électricité statique s'il l'est trop...

6.5. Autres appareils

Avec les diviseurs rotatifs on aborde les appareils qui ne sont plus manuels. Il en existe de plusieurs types.

Faut-il considérer les spatules vibrantes vendues par les fabricants de balances comme un échantillonneur par partage ? Bien sûr que non. Il est même conseillé de les laisser dans leur boîte car ils engendrent la ségrégation systématique des fragments en fonction de leur taille, de leur forme ou de leur densité.

6.6. Le bon sens

Un appareil qui ne se trouve pas dans le commerce. Nous pourrions tous rapporter des anecdotes concernant des erreurs d'échantillonnage dans nos laboratoires, erreurs dues à un manque élémentaire de réflexion.

L'ouvrage déjà cité précise à ce sujet qu'afin de réduire les erreurs de préparation :

- on doit insister sur la nécessité de placer l'échantillonnage et la préparation des échantillons sous la responsabilité d'un personnel spécialisé car l'échantillonnage est une technique subtile qui devrait être enseignée. A défaut de spécialistes c'est de toute évidence le personnel de qualification analytique qui est le plus apte à diriger et exécuter les travaux d'échantillonnage.
- en aucun cas l'échantillonnage ne doit être confié à des personnels trop impliqués dans les résultats attendus : il n'est pas souhaitable de voir un service ou un individu fournir lui-même les renseignements qui vont permettre de le juger.

C'est l'occasion de rappeler la méthode sans faille de Louis le Débonnaire, fils de Charlemagne. Devant partager les restes du Saint Empire entre ses deux fils, Lothaire et Charles le Chauve, il demande à Lothaire de tracer la ligne qui partagera son empire en précisant que ce sera Charles le Chauve qui choisira en premier. Une telle méthode dissuade de tricher.

7. L'homogénéisation

Un exposé sur l'hétérogénéité ne serait pas complet sans quelques mots sur l'homogénéisation qui a pour but de détruire toute corrélation susceptible d'exister entre particules éléments, fragments. Lorsqu'un lot est homogène (hétérogénéité zéro), tout prélèvement constitue un échantillon correct. Il existe dans l'industrie des instruments permettant d'homogénéiser un lot. Au laboratoire, on connaît des secoueurs de tubes de flacons, des agitateurs à barreau aimanté à hélice,... Ils ont pour but d'offrir la plus grande probabilité de rencontre entre des ions des molécules des fragments solides qui sont destinés à réagir entre eux.

Tous ces dispositifs opèrent une homogénéisation à trois dimensions. Mais l'état d'homogénéité n'est pas toujours stable et on doit se souvenir que des ségrégations peuvent apparaître dans le temps (sélection due à la pesanteur).

8. Conclusion

Je vous remercie pour votre attention à cet exposé très général sur quelques aspects de l'échantillonnage.

L'échantillonnage est un phénomène complexe. Il existe sans doute des lois qui le gouvernent même si jusqu'alors personne n'a su les découvrir. Diverses théories ont été émises ; j'y ai fait allusion et ceux que cela intéresserait peuvent les approfondir.

Nous retiendrons ici que c'est une étape préalable et essentielle à l'analyse et qu'elle mérite tous nos soins. Les exposés qui suivront nous diront comment y parvenir.