

# REVUE DE STATISTIQUE APPLIQUÉE

J. LESAVRE

## Contrôle de l'homogénéité d'un mélange de solides

*Revue de statistique appliquée*, tome 8, n° 3 (1960), p. 75-85

[http://www.numdam.org/item?id=RSA\\_1960\\_\\_8\\_3\\_75\\_0](http://www.numdam.org/item?id=RSA_1960__8_3_75_0)

© Société française de statistique, 1960, tous droits réservés.

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

NUMDAM

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

# CONTROLE DE L'HOMOGENEITE D'UN MÉLANGE DE SOLIDES (1)

J. LESAVRE

Ancien Élève de l'École Polytechnique

Ingénieur de Recherches à la Compagnie de Saint-Gobain,

Chauny et Cirey

*Dans l'étude ci-après, il s'agit plus particulièrement du contrôle de l'homogénéité des compositions vitrifiables que l'on introduit avec du calcin (débris de verre récupéré) dans les fours de fusion du verre. Bien que l'homogénéité de ces compositions ne semble pas être le facteur principal dans l'obtention d'un verre de bonne qualité, il a paru utile d'éliminer l'influence néfaste de mélanges non homogènes.*

*Pour contrôler cette homogénéité nous avons employé, à la demande des services techniques intéressés, la méthode des traceurs colorés. Dans cette étude le statisticien n'a donc eu qu'un rôle de conseil, et d'assistance pour l'exécution des dépouillements des résultats.*

*Les grains colorés introduits dans le mélange se répartissent suivant la loi de distribution de Poisson. De plus les relevés se présentent dans un certain ordre, il est donc possible d'étudier le caractère aléatoire de la série chronologique observée.*

*En examinant les résultats, nombre de grains colorés contenus dans un volume donné, à ce double point de vue : loi de Poisson, et caractère aléatoire de la série chronologique, on dispose d'une méthode qui semble assez générale pour permettre le contrôle quantitatif et qualitatif d'un mélange de solides quelconques.*

## ASPECTS TECHNIQUES DE LA METHODE DES TRACEURS COLORES -

Nous croyons utile de donner ici quelques précisions sur l'aspect technique de la question des compositions vitrifiables.

Il est tout d'abord bien évident que l'homogénéité des mélanges est un facteur secondaire, la qualité des matériaux mis en œuvre, sable, calcaire, dolomie, carbonate, etc. est bien le facteur principal pour l'obtention d'un verre de propriétés définies. Toutefois de gros progrès semblent avoir été faits en ce qui concerne l'homogénéité des matières premières, si bien qu'actuellement, et dans le monde entier, l'intérêt se porte de plus en plus sur l'homogénéité des mélanges et l'efficacité des mélangeuses.

Il n'est pas tellement simple de définir l'homogénéité d'un mélange vitrifiable, et encore moins l'efficacité d'une mélangeuse, si bien que de véritables

-----  
(1) Communication présentée aux journées d'Etude et de Discussion des anciens stagiaires du Centre de Formation, Paris - Juillet 1959.

"écoles" se sont formées sur des impressions vagues et certainement pas scientifiques les uns sont partisans de la mélangeuse à axe horizontal, d'autres au contraire ne veulent entendre parler que de mélangeuses à axe vertical.

Tout d'abord il convient de définir l'ordre de grandeur du volume de matières vitrifiables que le verrier va adopter comme critère. Il est bien évident qu'à sa propre échelle (1 à 2 tonnes) le mélange est homogène et qu'il a la composition désirée si on a enfourné dans la mélangeuse les quantités fixées et soigneusement pesées. L'expérience montre que les erreurs de composition sont heureusement très rares.

Les granulométries des matériaux composants sont très variables, de 0,08 à 3 mm, et même jusqu'à plusieurs cm pour les morceaux de calcin, il est illusoire de vouloir un mélange homogène à très petite échelle. Nous avons finalement opté pour des volumes de l'ordre du litre. A l'usage d'ailleurs, le litre s'est révélé un ordre de grandeur très acceptable.

Une fois cette dimension fixée, on va chercher à s'assurer que l'échantillonnage reproduit le mélange désiré. Pour cela diverses méthodes sont utilisées, soit chimiques, soit physiques. Aucune n'est satisfaisante parce qu'elles sont toutes grossièrement incomplètes :

ainsi par exemple, on pourra doser le soluble dans l'eau (carbonate et sulfate de soude) et le soluble dans l'acide (calcaire et dolomie), ou encore, on pourra doser la teneur en soude par une mesure de conductibilité électrique.

La première méthode, chimique, est de plus très onéreuse, la seconde, physique, a plus d'avenir - il est possible qu'on y revienne, mais depuis un an et demi la méthode qui nous a permis de progresser dans la connaissance des mélanges et des mélangeuses est la méthode des traceurs colorés.

On a employé des grains de calcaire (le mélange en comporte) légèrement plus gros que les grains normaux ; ils sont colorés en vert avec un pigment mélangé à une résine organique. Ces grains sont introduits dans la mélangeuse en quantité convenable. Après l'opération de mélange, au cours de la vidange de l'appareil on prélève un certain nombre d'échantillons, de l'ordre du litre. On sépare, si nécessaire, le calcin, puis les grains colorés qui sont comptés. On s'arrange pour avoir dans chaque échantillon une quarantaine de grains colorés. Au début nous prélevions 20 échantillons par mélange : nous les avons portés à 30, ce qui permet une analyse plus sérieuse de la série chronologique.

Il n'y a aucun inconvénient à envoyer le mélange contenant les traceurs colorés à la fusion, celle-ci ayant lieu à une température assez élevée pour détruire résine et pigment.

Comme toutes les autres cette méthode est partielle et on lui a même fait la critique de ne mesurer que la répartition de grains en quelque sorte anormaux pour un mélange ordinaire. Néanmoins elle s'est révélée très utile par sa grande commodité, qui a permis la multiplication (sans trop de frais) du nombre de mesures sur les mélanges. Avec 30 prélèvements, nous ne contrôlons pourtant que 3 % de chaque mélange et une usine normale produit chaque jour une centaine de mélanges !

#### ASPECTS STATISTIQUES DE LA METHODE DES TRACEURS COLORES -

La loi de Poisson est une loi de distribution statistique, connue comme la loi de probabilité du nombre de points observés sur un segment de droite, lorsque des points sont répartis au hasard avec une égale densité sur la droite toute entière. D'une façon plus concise, on peut dire que c'est la loi des répartitions "uniformes au hasard".

Ce sera également la loi de distribution de nos grains traceurs colorés : leur nombre dans un volume déterminé, choisi au hasard dans le volume total du mélange suivra lui aussi une loi de Poisson. Nous nous trouvons ainsi devant un problème très satisfaisant pour le statisticien, puisque la loi de distribution est au départ bien connue.

Un test global, et presque grossier, de  $\chi^2$  du reste, nous permettra de dire si la loi empirique constatée est bien de Poisson.

Tout cela est excellent quoique un peu trop simple. En effet, ce test n'épuise pas la totalité de l'information qu'on peut tirer des renseignements numériques de base. Au lieu de considérer en bloc l'ensemble des relevés, on se demande s'ils manifestent ou non une organisation interne. Leur caractère aléatoire dépend, à la fois, de la valeur numérique des éléments et de la manière dont ils se succèdent. On va donc prendre en considération les caractères topologiques du graphique chaotique qui traduit le déroulement de l'expérience dans le temps (ici au fur et à mesure de la vidange de la mélangeuse) : fréquence des maxima et minima relatifs, par exemple.

Uncertain nombre de tests, très simples permettent de savoir si une série chronologique est purement aléatoire, c'est-à-dire si tout élément est bien indépendant de celui qui le précède. Deux types de tests sont nécessaires, les uns pour déceler une organisation à court terme, les autres pour dépister une organisation à long terme, mais centrée sur une moyenne lentement fluctuante avec le temps.

C'est un problème réellement fondamental que de tester si une série chronologique est bien aléatoire : car comment oser parler de moyenne et d'écart-type dans le cas d'une série chronologique "organisée" ?

## VERIFICATION DU CARACTERE FORMEL DE LA DISTRIBUTION -

### a) Rappel de quelques notions fondamentales.

Contrairement aux autres lois de probabilité, la loi de Poisson présente le caractère très particulier d'être entièrement définie par une seule valeur : son premier moment ou moyenne :  $m$ . Sa variance (le carré de l'écart-type de la distribution) est aussi égale à  $m$  :

$$\sigma^2 = m$$

En fait, dans la pratique, cette égalité n'est pas rigoureuse. Elle n'est vraie qu'au sens statistique. On démontre que la quantité :

$k \frac{\sigma^2}{m}$  est distribuée comme  $\chi^2$  avec  $k$  degrés de liberté -  $k$  est le nombre des échantillons observés.

Pratiquement,  $m$  et  $\sigma$  ne sont connus que par des approximations, ce qui modifie quelque peu le test. On aura la relation :

$$\chi^2 = \frac{\sum(x_i - \bar{x})^2}{\bar{x}} \quad \text{avec } \bar{x} = 1/k \sum x_i$$

et cette estimation de  $\chi^2$  sera distribuée avec  $k - 1$  degrés de liberté. Un degré de liberté disparaît du fait d'une relation entre les  $x_i$  et  $\bar{x}$ , valeur moyenne estimée à partir des  $x_i$ .

Des tables de  $\chi^2$  permettent de remonter de la valeur constatée de  $\chi^2$  à une certaine probabilité. Donc en fin de compte nous mesurons par une probabilité la "valeur" de l'homogénéité d'un mélange.

Les statisticiens ont l'habitude de considérer que le mélange est acceptable c'est-à-dire ici que la loi de Poisson est vérifiée - si cette probabilité tombe entre 97,5 % et 2,5 %.

Nous donnons au tableau I un extrait de la table de  $\chi^2$  - qu'on trouvera d'ailleurs dans tout livre de statistique mathématique.

On trouvera au tableau IV les limites de  $\chi^2/\nu$  correspondant aux deux niveaux de probabilité qui nous intéressent, savoir 97,5 % et 2,5 %, pour  $\nu = 29$ .

Tableau I  
Extrait de la table de  $\chi^2$   
Valeurs de  $\chi^2$

k	$\nu$	97,5%	2,5%
11	10	3,24	20,48
12	11	3,81	21,92
13	12	4,40	23,33
14	13	5,00	24,74
15	14	5,62	26,12
16	15	6,26	27,48
17	16	6,90	28,84
18	17	7,56	30,19
19	18	8,23	31,52
20	19	8,90	32,85
21	20	9,59	34,17
22	21	10,28	35,47
23	22	10,98	36,78
24	23	11,68	38,07
25	24	12,40	39,36
26	25	13,11	40,64
27	26	13,84	41,92
28	27	14,57	43,19
29	28	15,30	44,46
30	29	16,04	45,72
31	30	16,79	46,98
41	40	24,43	59,34
51	50	32,35	71,42
61	60	40,48	83,30
71	70	48,75	95,02
81	80	57,15	106,63
91	90	65,64	118,13
101	100	74,22	129,56

Tableau IV  
Valeurs de  $\chi^2/\nu$

k	$\nu$	97,5%	2,5%
11	10	0,74	2,05
12	11	0,35	1,99
13	12	0,37	1,94
14	13	0,39	1,90
15	14	0,40	1,87
16	15	0,42	1,83
17	16	0,43	1,80
18	17	0,44	1,78
19	18	0,46	1,75
20	19	0,47	1,73
21	20	0,48	1,71
22	21	0,49	1,69
23	22	0,50	1,67
24	23	0,51	1,65
25	24	0,52	1,64
26	25	0,52	1,62
27	26	0,53	1,61
28	27	0,54	1,60
29	28	0,55	1,59
30	29	0,55	1,58
31	30	0,56	1,56
41	40	0,61	1,48
51	50	0,65	1,43
61	60	0,67	1,39
71	70	0,70	1,36
81	80	0,71	1,33
91	90	0,73	1,31
101	100	0,74	1,30

Si notre  $\chi^2$  expérimental est trop faible, cela veut dire que l'écart-type est anormalement faible. Cela peut se produire fortuitement bien sûr, mais le plus souvent cela indique que les résultats ont été "améliorés" par un opérateur peu scrupuleux.

Si au contraire  $\chi^2$  est trop fort, l'écart-type sera supérieur à celui normalement attendu pour une loi de Poisson. Cela peut se produire fortuitement, mais aussi indiquer que les résultats ont été "détériorés" par un observateur négligent, ou tout simplement que le mélange n'a pas atteint l'homogénéité requise et donc que les mélangeuses fonctionnent mal.

D'une façon générale, nous obtiendrons pour les mélanges normaux, mais mieux mélangés que la moyenne, une probabilité comprise entre 50 % et 97,5 % - pour les mélanges normaux, mais moins bien mélangés que la moyenne une probabilité comprise entre 50 % et 2,5 %.

Les mélanges caractérisés par une probabilité supérieure à 97,5 %, ou inférieure à 2,5 % seront réputés normaux. Néanmoins, en opérant ainsi, on réputera "anormale" une fraction 5 % des mélanges pourtant normaux. C'est le risque normalement accepté dans la statistique appliquée au métier de l'ingénieur : on se trompe ainsi une fois sur 20.

Donc, dans la pratique du contrôle d'une fabrication, si on établit une carte de contrôle pour  $\chi^2$ , (ou pour la probabilité correspondante) on pourra admettre encore 1 valeur sur 40 supérieure à la limite supérieure et 1 valeur sur 40 inférieure à la limite inférieure. Si l'on trouve un résultat anormal, on ne modifiera encore rien à la fabrication, on recommencera l'essai au plus tôt et on ne prendra de décision qu'à la suite des résultats de ce nouvel essai.

Inversement, il y aurait lieu de s'inquiéter si l'on restait, dans les limites de la carte de contrôle, mais systématiquement près d'une de ces limites.

Cela mesure, d'une certaine manière, l'insuffisance de ce seul test et nous verrons comment le compléter par certaines considérations basées sur l'étude des séries chronologiques.

#### b) Application pratique.

D'une usine allemande, nous avons reçu 6 ensembles de 30 mesures, pour contrôler l'homogénéité de 6 mélanges. Il aurait été indispensable que les 30 prélèvements aient rigoureusement le même poids, ce n'est pas possible avec la technique actuelle. Les résultats de base qui nous étaient fournis étaient :

a) le poids du prélèvement,

b) le nombre de grains colorés pour ce prélèvement. Pour chaque ensemble, nous avons calculé le poids du prélèvement moyen et nous avons fait une légère correction, ramenant le nombre de grains effectivement constatés au poids du prélèvement moyen.

Il ne faut pas ramener le nombre de grains à un poids fixé a priori, le kg par exemple, car à ce moment-là la propriété purement numérique sur laquelle nous nous sommes basés pour contrôler la loi de Poisson n'est pas conservée. En effet, la relation  $\sigma^2 = m$  n'est pas homogène, mais seulement numérique.

Nous donnons au tableau II les résultats numériques ramenés au poids du prélèvement moyen. La modification était peu importante et ne dépasse pas deux unités.

Les résultats de nos calculs et de notre test peuvent se condenser dans un tableau (tableau n° III).

Tableau II

Nombre de grains colorés, dans chaque prélèvement, pour  
6 essais d'homogénéité.

Dans chaque essai, le nombre de grains a été rapporté au  
poids moyen du prélèvement.

	1	2	3	4	5	6	
1	58	39	43	36	20	41	
2	55	36	59	66	19	46	
3	41	44	50	49	28	40	
4	73	54	48	67	21	46	
5	58	49	59	52	25	41	
6	46	51	56	57	25	43	
7	41	50	37	55	16	34	
8	54	55	55	48	28	44	
9	46	60	66	71	26	38	
10	53	41	58	58	21	34	
11	56	53	46	42	17	38	
12	61	52	52	40	22	31	
13	60	48	50	53	13	47	
14	54	44	50	42	20	35	
15	56	55	56	53	18	35	
16	47	57	59	38	20	38	
17	52	51	59	60	24	37	
18	45	45	68	65	24	23	
19	55	58	55	49	29	38	
20	59	56	44	48	21	47	
21	48	49	62	57	22	35	
22	47	37	56	58	34	39	
23	60	49	47	50	24	32	
24	56	53	56	56	26	41	
25	54	54	48	43	23	31	
26	53	44	56	52	22	31	
27	45	34	47	52	21	35	
28	51	48	64	42	14	44	
29	60	58	40	36	16	47	
30	58	53	55	48	16	42	
Poids moyen	1,203	1,158	1,185	1,200	1,099	1,120	(en kg)

Tableau III

	1	2	3	4	5	6
$\Sigma(x_i - \bar{x})^2$	1371	1377	1623	2457	646	987
$\bar{x}$	53,40	49,23	53,37	51,43	21,83	38,43
$\chi^2$	25,67	27,97	30,41	47,77	29,59	25,68
Probabilité pour $k-1=29$	entre 70 % et 50 %	environ 50 %	environ 50 %	entre 2 % et 1 %	environ 50 %	entre 70 % et 50 %

Nous avons ici  $k = 30$  d'où  $k - 1 = 29$  degrés de liberté. Pour une simple raison de commodité actuelle, on n'utilise pas la probabilité, mais bien le  $\chi^2$  dans le langage statistique courant. En effet, pour remonter du  $\chi^2$  à la probabilité, il faudrait des tables détaillées qui ne semblent pas exister dans le commerce courant.

Nous ne nous conformerons pourtant pas aux habitudes courantes, préférant donner la valeur de l'accord avec la loi de Poisson sous forme d'un chiffre, un seul chiffre qui serait une sorte de  $\chi^2$  réduit en utilisant le rapport  $\chi^2/v$  où  $v$  est le nombre de degré de liberté.

De cette façon, le chiffre caractéristique d'un bon mélange sera 1. Un mélange mieux mélangé sera caractérisé par un chiffre inférieur à l'unité, mais il y aura une limite inférieure à ne pas dépasser, correspondant au niveau de probabilité de 97,5 %. Un mélange moins bien mélangé sera caractérisé par un chiffre supérieur à l'unité, mais on ne saurait dépasser une certaine limite supérieure correspondant au niveau de probabilité de 2,5 %. Au-delà de cette limite, le mélange sera réputé mauvais, comme ne suivant pas la loi de Poisson.

On trouvera au tableau V les valeurs expérimentales de  $\chi^2/29$  et l'on remarquera que le 4ème mélange caractérisé par 1,65 est mauvais ; la limite est fixée en effet à 1,58.

Il ne faut toutefois pas s'émouvoir outre mesure : ce dernier mélange (le 4ème) n'est pas tellement loin de suivre la loi de Poisson.

Tableau V

	1	2	3	4	5	6
$\chi^2/29$	0,88	0,96	1,05	<u>1,65</u>	1,02	0,88

Les limites autorisées au niveau 95 % sont 0,55 et 1,58.

#### VERIFICATION DU CARACTERE ALEATOIRE DE LA SERIE CHRONOLOGIQUE

On a imaginé toutes sortes de tests dans ce but. Ces tests ne sont pas toujours indépendants les uns des autres ; nous nous limiterons ici à trois tests seulement.

##### a) Dénombrement des points critiques.

On compte les points critiques, c'est-à-dire les maxima et minima relatifs du graphique qui représente le déroulement de l'expérience dans le temps et on compare le chiffre obtenu avec le chiffre théorique d'une distribution aléatoire.

Pour une distribution normale de  $N$  termes on doit avoir un nombre de sommets ( $S$ ) et de creux ( $C$ ),

$$S = C = 1/3 (N-2)$$

En fait, les nombres de sommets et de creux peuvent différer d'une unité, mais on doit avoir la relation :

$$S + C = 2/3 (N-2)$$



Cette relation est une relation statistique et autour de cette moyenne le résultat peut fluctuer avec un écart-type

$$\sigma^2(S + C) = (16 N - 29)/90$$

En général, comme l'on travaille au niveau de probabilité de 5 %, on devra vérifier que le chiffre expérimental est bien compris dans l'intervalle : chiffre théorique  $\pm 1,96$  fois cet écart-type. Dans la pratique, on peut améliorer cette estimation de l'intervalle de confiance en utilisant le t test de Student, ou au contraire se contenter de prendre un intervalle égal à 2 fois l'écart-type.

b) Dénombrement des phases selon leur longueur.

On appelle phase une séquence monotone comprise entre deux points critiques consécutifs, donc nécessairement de nature différente, maximum ou minimum.

Il est d'abord évident que l'on a la relation :

$$P = S + C - 1$$

ou

$$P + 1 = S + C = 2/3 (N - 2)$$

Le premier test, concernant les points critiques, est au fond un test du nombre de phases. C'est un test global. Mais l'analyse peut être poussée plus avant : pour une suite chronologique normale on connaît théoriquement la répartition des phases selon leur longueur. On se contente de dénombrer les phases de longueur 1, 2 et l'on classe ensemble toutes les phases de longueur égale ou supérieure à 3.

Si P est le nombre de phases,

nombre de phases 1	:	$n_1 = 5/8 P + 5/24$
"	2	: $n_2 = 11/40 P - 11/120$
"	3 et plus	: $n_{3+} = 1/10 P - 7/60$

Si le nombre de phases est très élevé on négligera le terme correctif fractionnaire qui n'atteint pas l'unité. Autour de ces chiffres moyens, on peut admettre certaines fluctuations de  $n_1$ ,  $n_2$  et  $n_3$ . Avec une probabilité de 95 %,

$n_1$	doit être dans l'intervalle :	$5/8 P \pm 0,968 \sqrt{P}$
$n_2$	" " " " "	: $11/40 P \pm 0,893 \sqrt{P}$
$n_{3+}$	" " " " "	: $1/10 P \pm 0,600 \sqrt{P}$

Si l'une des valeurs expérimentales ne tombe pas dans ces intervalles de confiance, il y aura lieu de suspecter la normalité de la série chronologique.

c) Test des croisements avec la valeur moyenne.

Le graphique figuratif du déroulement de l'expérience dans le temps doit couper un certain nombre de fois la valeur moyenne. On démontre qu'il doit y avoir un nombre de croisements :

$$R = 1/2 (N + 2)$$

soit sensiblement la moitié du nombre total de valeurs (N).

L'écart-type, autour de cette moyenne, est :

$$\sigma^2 = 1/4 (N - 1)$$

ce qui conduit à un intervalle de confiance, au niveau de probabilité 95 %, I. C. =  $\sqrt{N} - 1$ .

Ce test n'est pas très sensible, il est néanmoins très intéressant, car si le nombre des croisements est trop faible, cela peut permettre de déceler une organisation à long terme dans la série chronologique : fluctuations aléatoires faibles autour d'une moyenne lentement variable.

d) Application pratique de ces tests.

Nous ne donnerons ici aucun détail sur la manière de faire les dénombrements numériques. Il existe des méthodes dispensant de tracer le graphique, elles sont cependant très fastidieuses. Mais nous pouvons penser que dans un avenir très proche, c'est un genre de travail dont pourront se charger les calculatrices électroniques logiques : on leur donnera une série chronologique et elles répondront en disant : cette série est aléatoire (ou non) et en donnant les 4 valeurs numériques caractéristiques d'une distribution, savoir moyenne, écart-type, coefficients d'asymétrie et d'aplatissement.

Ici, par les procédés de calcul classiques, nous arrivons aux résultats numériques suivants, rassemblés dans le tableau n° VI.

Tableau VI

Chiffres expérimentaux								théoriques		
	1	2	3	4	5	6	moy.	moy.	Limites de confiance	
									inf.	sup.
S+C	16	16	18	20	17	21	18	18,66	14,18	23,14
P	15	15	17	19	16	20	17	17,66	13,18	22,14
n <sub>1</sub>	8	6	9	12	11	14	10	11,25	7,18	15,31
n <sub>2</sub>	4	6	7	6	2	5	5	4,76	1,01	8,51
n <sub>3+</sub>	3	3	1	1	3	1	2	1,65	0,00	4,17
R	12	13	17	18	12	12	14	16,00	10,61	21,39

N = 30

Nous donnons en même temps les valeurs théoriques ( N = 30) et les limites de confiance autour de ces valeurs moyennes.

Nous n'avons ici à suspecter qu'un seul mélange, celui qui porte le n° 2. Les chiffres moyens obtenus pour les 6 mélanges se rapprochent des chiffres théoriques.

Un chiffre pourtant s'en éloigne assez notablement : celui des croisements avec la moyenne (R = 14 au lieu de 16) mais cet écart n'est pas significatif. Il sera prudent dans une étude ultérieure de vérifier ce nombre de croisements, qui tend à être trop faible, ce qui indiquerait une certaine organisation, pour ce genre de séries chronologiques.

De même on remarquera une différence (pourtant non significative) entre les 3 premiers mélanges et les 3 derniers - regarder les n<sub>1</sub>, par exemple. Le document de base qui a permis cette étude nous apprend que les 3 premiers mélanges sont du 24 Juin et les 3 derniers du 25 Juin.

## CONCLUSION :

Nous en sommes restés là pendant plusieurs mois, ne recevant aucun commentaire de l'usine intéressée. Puis un beau jour, nous avons tout de même fini par apprendre que, le 24 Juin, il avait plu tandis qu'il faisait beau le 25 Juin. Peu de chose et pourtant ...

D'autres études nous ont permis de mettre en évidence le facteur dominant de ce phénomène de mélange : c'est le degré d'humidité du sable. Si le sable est sec, ou peu humide, le mélange se fait bien ; si le sable est humide, le mélange ne se fait plus. Le malheur veut que les techniciens du verre exigent pour les compositions vitrifiables une teneur en eau qui est précisément celle pour laquelle le mélange commence à ne plus se faire régulièrement.

Quant aux mélangeuses il y en a de bonnes et de moins bonnes, mais il nous a été assez curieux de constater que les bonnes mélangeuses mélangent bien en un nombre de tours assez réduit (de 40 à 80 tours) et qu'on ne gagne pour ainsi dire rien au-delà. Cette conclusion assez peu conforme au bon sens nous rappelle que nous voulons mélanger des solides de densité et de granulométrie très diverses et que ce problème ne peut recevoir de solutions parfaites : il y aurait une sorte d'équilibre entre deux réactions opposées : dispersion - ségrégation. Cette ségrégation ne peut en effet apparaître que s'il y a densités et granulométries différentes. Par ailleurs l'introduction d'eau (et on en introduit au cours de l'opération de mélange) semble figer le mélange ; on ne peut pourtant faire le mélange à sec et ajouter l'eau au dernier moment, car alors c'est l'humidité qui serait mal répartie. Un optimum est à trouver.

Nous sommes donc en présence de phénomènes extrêmement complexes, mais la méthode des grains traceurs colorés, avec le double point de vue : forme et chronologie de la distribution, nous a permis de commencer à comprendre ce phénomène qui, industriellement, restait mystérieux puisqu'on s'obstinait à travailler au voisinage d'une teneur critique en eau. Il est à remarquer que c'est le jour où l'on s'est décidé à faire des essais en dehors des conditions industrielles courantes que la solution a été en vue.

## BIBLIOGRAPHIE

- 1 - M. GANTOIS - Contrôle de la régularité des mélanges de matières premières. Sil. Ind., XVII, p. 247 et 291, 1952.
- 2 - J. B. GRAY - Fonctionnement des appareils de mélange à sec des solides. Chem. Eng. Progress. 53, n° 1, Janv. 1957, 25-32 J.
- 3 - H. F. REICH - Problèmes de mélange des constituants solides. Tonind. Ztg. and Keram. Rundschau, n° 1/2, 1957, 6-7.
- 4 - K. STAUGE - Les méthodes statistiques appliquées à l'estimation des mélangeurs. Chimie Ing. Techn., n° 3, 150-155.
- 5 - ANON. - A new approach to mixing operations. Brit. Chem. Eng., n° 1, Mai 1956, 24-29.
- 6 - G. BORIN et N. SICURELLA - Nouvelle méthode d'analyse quantitative rapide du mélange vitrifiable. Vetroe Silicati, n° 3, Vov.-Dec. 1956, 19-20.
- 7 - H. WOELK - Méthode d'analyse rapide du mélange vitrifiable par conductimétrie. Rapp. Comm. spécial I - D. G. G., 21 Mars 1957.

- 8 - J. F. E. ADAMS et A. G. BAKER - An Assessment of Dry Blending Equipement  
Trans. Inst. Chem. Eng. , vol. 34, 1956, 91-107.
  - 9 - M. KIVELIOVITCH et J. VIALAR - Les séries chronologiques et la théorie  
du hasard. Publications Scientifiques et Techniques du Ministère de l'Air.  
Paris - N. T. 65, 1957.
  - 10 - E. MORICE et F. CHARTIER - Méthode statistique - 2ème partie - Analyse  
statistique. Imprimerie Nationale, Paris, 1954, passim et p. 251 à 257.
  - 11 - J. B. GAYLE, O. L. LACEY et J. H. GARY - Mixing of Solids - Chi square  
as a criterion. Industrial and Engineering Chemistry V50 n° 9. Sept. 1958 -  
p. 1279-1282.
  - 12 - Advances in Chemical Engineering Vol. II 1958. Academic Press Inc. New-  
York, le chapitre Mixing of Solids de Mr. Sherman S. Weidenbaum, p. 211  
à 321.
- 

Nous tenons à remercier :

- d'une part, Monsieur Tardieu de la Direction Technique des Gla-  
ceries (Société Saint-Gobain, Chauny et Cirey) qui a eu l'idée d'appliquer cette  
méthode des traceurs colorés,

- d'autre part, Monsieur Gardin de la Section des Essais Industriels  
qui a eu tout le mérite d'en faire l'application industrielle et de collecter la  
masse de données numériques indispensables.