

## 前 言

本标准等同采用 ISO 3085:1996《铁矿石—校核取样精密度的实验方法》。

本标准系铁矿石专业系列标准之一,和 GB/T 2007.4—1987《散装矿产品取样、制样通则 精密度校核的试验方法》互为独立存在,使用者可按需要选用。

本标准的附录 A、附录 B 和附录 C 均为提示的附录。

本标准由国家冶金工业局提出。

本标准由冶金信息标准研究院归口。

本标准负责起草单位:上海宝钢集团公司。

本标准参加起草单位:冶金信息标准研究院、马鞍山钢铁股份有限公司、鞍山钢铁集团公司、包头钢铁公司。

本标准主要起草人:曾令元、何能骥、方宗旺、方克非、赵忠尧、徐启亮、董代征。

## ISO 前言

ISO(国际标准化组织)是一个世界范围国家标准团体(ISO 团体成员)的联盟。通过 ISO 技术委员会,正常开展国际标准的制定工作。每一个团体成员,有权参加对已建立并感兴趣的某学科技术委员会。国际组织、官方和非官方,与 ISO 有联系的均可参与工作。ISO 与国际电工委员会(IEC)在电气标准化方面进行紧密的合作。

由技术委员会所通过的国际标准草案发给团体成员投票,作为国际标准出版,至少要有 75%的团体成员投票赞成。

国际标准 ISO 3085 是由 ISO/TC102 铁矿石技术委员会 SC1 取样分委员会制定的。这是已被技术修订的第三版本,取消和替代第二版本(ISO 3085:1986)

本国际标准的附录 A~附录 C 仅供参考。

# 中华人民共和国国家标准

## 铁矿石 校核取样精密度的实验方法

GB/T 10322.3—2000  
idt ISO 3085:1996

Iron ores—Experimental methods for  
checking the precision of sampling

### 1 范围

本标准所规定的实验方法是校核按照 GB/T 10322.1 所规定的方法进行铁矿石取样的精密度。

注：也可应用这些方法校核制样和测定精密度。

### 2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 10322.1—2000 铁矿石 取样和制样方法

GB/T 10322.2—2000 铁矿石 评定品质波动的实验方法

GB/T 10322.5—2000 铁矿石 交货批水分含量的测定

ISO 2597-1:1994 铁矿石—全铁含量的测定—第一部分：二氯化锡还原滴定法

ISO 4701:1999 铁矿石—粒度筛分的测定

ISO 9507:1990 铁矿石—全铁含量的测定—三氯化钛还原法

ISO 9508:1990 铁矿石—全铁含量的测定—银还原滴定法

ISO 11323:1996 铁矿石—术语

注：ISO 2597-1:1994、ISO 4701、ISO 9507:1990、ISO 9508:1990、ISO 11323:1996 等标准译文见冶金信息标准研究院 1999 年出版的《铁矿石国际标准汇编》。

### 3 定义

本标准应用 ISO 11323 所给的定义。

注：取样精密度的准确定义见 GB/T 10322.1。

### 4 原理

从 20 或 20 个以上的交货批，采取 GB/T 10322.1 规定份样数的 2 倍，按次序交替组成 2 个大样。如这实行不了，就按 GB/T 10322.1 规定的正常份样数，结合日常取样进行精密度试验。

每个大样单独制备成试样并测定有关的品质特性。对选定的每一个品质特性分析所获得的实验数据计算估计取样精密度的值。

估计的取样精密度，和 GB/T 10322.1 的规定值进行对比，如估计精密度达不到规定的值，应采取调整措施。

### 5 一般条件

#### 5.1 取样

国家质量技术监督局 2000-06-05 批准

2000-11-01 实施

应选择以下三种取样方法,即周期系统取样、分层取样或二级取样。按照 GB/T 10322.1,由交货批中采取份样的方法而定。

### 5.1.1 交货批数

为获可靠结论,推荐用同类型的铁矿石进行 20 批以上的实验,但如有困难,至少做 10 批。如果实验交货批数不够,可以将每批分成几个部分,使实验的总数超过 20 个部分,并对每一个部分,作为一个单独的交货批按照 GB/T 10322.1 进行实验。

### 5.1.2 份样个数和大样个数

实验要求份样个数,最好应该是 GB/T 10322.1 规定数的 2 倍。如常规取样要求的份样数是  $n_1$ ,由这些份样制备一个大样。对实验要求的份样数应是  $2n_1$ ,应构成 2 个大样。

或者,如实验作为常规取样的一部分,可采取  $n_1$  个份样,组成 2 个大样,每个大样包含  $n_1/2$  个份样,此时得到的精密度必须除以  $\sqrt{2}$ ,这样,才能得到由  $n_1$  个份样构成大样的取样精密度(见第 7 章)。

## 5.2 制样和测定

制样应按 GB/T 10322.1 规定执行。测定全铁含量应按 ISO 2597、ISO 9507 或 ISO 9508 执行,水分含量按 GB/T 10322.5、粒度分析按 ISO 4701 执行。

注:对全铁含量的测定,最好对多批试样在几天之内连续测定。

## 5.3 重复实验

即使在正常取样操作之前已进行过一系列实验,仍应定期开展实验,以便检查在品质波动方面可能发生的变化,同时控制取样、制样和测定的精密度。由于实验工作量很大,它应该作为正常取样、制样和测定工作的一部分。

## 5.4 实验的记录

为了避免差错和遗漏,供今后查阅,推荐将实验的详细记录保存在标准的表格里(见第 8 章和附录 A)。

# 6 实验方法

## 6.1 取样

### 6.1.1 周期系统取样

6.1.1.1 份样数  $n_1$  应按 GB/T 10322.1 表 3 来选择,依交货批质量和品质波动“大”“中”“小”分类来确定。

6.1.1.2 当采取  $2n_1$  份样时,取样间隔  $\Delta m$ ,用 t 表示。应用交货批的质量  $m_1$  除以  $2n_1$  计算出来。即给出的间隔等于正常取样间隔的一半。

$$\Delta m = \frac{m_1}{2n_1}$$

或者,如实验作为正常取样的一部分,采取  $n_1$  个份样,取样间隔  $\Delta m$ ,应用交货批的质量  $m_1$  除以  $n_1$  计算出来的:

$$\Delta m = \frac{m_1}{n_1}$$

计算的取样间隔应向下修约到 10 t。

6.1.1.3 份样采取应在 6.1.1.2 计算的间隔内随机开始。

6.1.1.4 份样应交替放入两个容器中,这样可组成 A 和 B 两个大样。

例 1(见图 1)

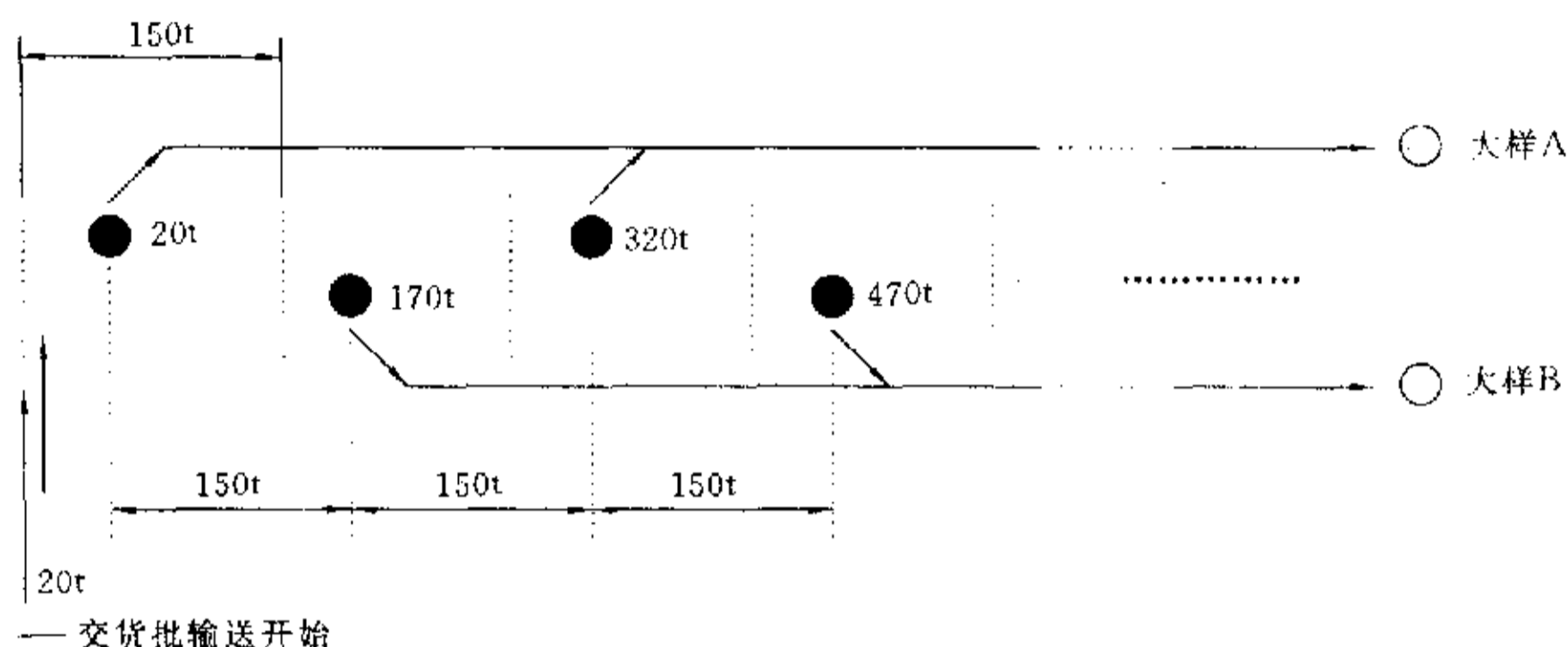
假如由皮带输送机运送一个 19 000 t 矿石的交货批,其品质波动分类为“中”,那么正常取样要求的份样数  $n_1$  是 60,这在 GB/T 10322.1 表 3 中所示。

当实验采取  $2n_1$  个份样,给出的取样间隔  $\Delta m$  公式为:

$$\Delta m = \frac{m_1}{2n_1} = \frac{19\,000}{60 \times 2} = 158 \rightarrow 150$$

这样,以 150 t 的间隔采取份样。如第一个份样采取点,应从第一个 150 t 的取样间隔内随机采取。如第一个份样采取点为从交货批运送开始 20 t,从一批矿装卸开始,其后的份样采取点应为  $20 + i\Delta m$ 。这里的  $i=1,2,\dots,2n_1$  (170 t、320 t、依此类推)。一个交货批量为 19 000 t,应采取 126 个份样。

这些份样应交替地放入两个容器中,构成 A 和 B 两个大样,每个大样含有 63 个份样。



图例

实圈和空圈分别表示份样和大样。

图 1 例 1 图解

### 6.1.2 分层取样

6.1.2.1 当货车或容器(以下简称“货车”)的个数,即构成一个交货批的层数  $n_4$  比 GB/T 10322.1 给出的  $n_1$  份样数小时,从每辆货车(层)采取的份样数  $n_3$ ,应从下列公式求出:

$$n_3 = \frac{n_1}{n_4}$$

如果是采取  $2n_1$  个份样,份样个数应修约到邻近的大于该数的整数;如果是采取  $n_1$  个份样数,份样的个数应修约到邻近的大于该数的偶数。

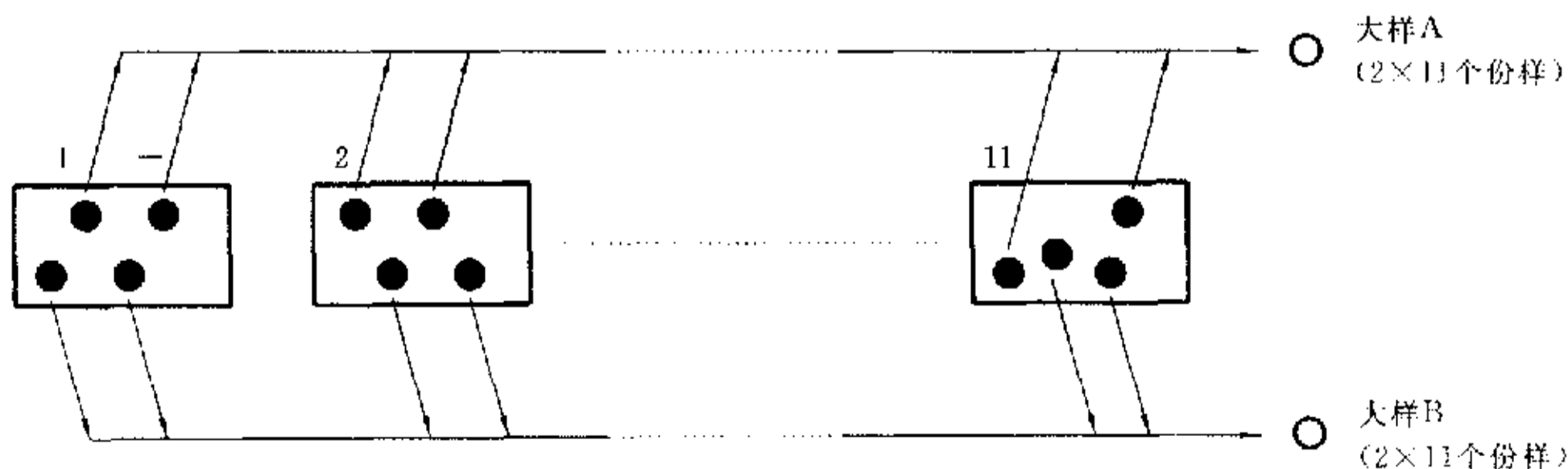
6.1.2.2 当采取  $2n_1$  个份样时,应从每一个货车内采取  $2n_3$  个份样并应分别随机组成 2 个副样,每个副样包括  $n_3$  个份样。

或者,当把实验作为常规取样的一部分并采取  $n_1$  个份样时,则从每一个货车内应采取  $n_3$  个份样并应分别随机组成 2 个副样,每个副样包括  $n_3/2$  个份样。

6.1.2.3 从每辆货车所取出的 2 个副样,应分别组成 2 个大样 A 和 B。

注:如果各货车质量不同,从每个货车采取的份样个数,应按每个货车中矿石质量比例来决定,这种方法被称为“比例分层取样”。

例 2(见图 2)



图例

方框、实心和空心圈分别表示货车和从货车采的份样和大样。

图 2 例 2 图解

假设有一个交货批 60 t 的货车共 11 节,货车内矿石的品质波动  $\sigma_w$  为“中”(见 GB/T 10322.2,那么

对于 660 t 的交货批,按照 GB/T 10322.1 的规定,要求的最少份样个数是 20 个。

这样,从每个货车采取的份样个数是:

$$n_3 = \frac{n_1}{n_4} = \frac{20}{11} = 1.8 \rightarrow 2$$

当采取  $2n_1$  份样时,从每个货车采取  $4(2n_3=2 \times 2)$  个份样并单独随机组成 2 个副样,每个副样由 2 个份样组成。

从 11 节货车的每一节采取 2 个副样分别组成 2 个大样 A 和 B,每个大样包含 22 ( $2n_4=2 \times 11$ ) 个份样。

### 6.1.3 二级取样

6.1.3.1 如果构成一个交货批的货车数  $n_1$  大于 GB/T 10322.1 要求的份样个数  $n_1$  或者当不能实现从全部货车内采取份样时,应按照 GB/T 10322.1 要求,从一个交货批中随机抽取  $n_2$  节货车。

6.1.3.2 在同一个交货批中再单独随机补充抽取  $n_2$  节货车。

注:在每次单独随机抽取过程中,有可能抽取到相同的货车。

6.1.3.3 按照 GB/T 10322.1,从被抽取的  $n_2$  节货车的每一节中采取要求的份样个数。

6.1.3.4 按 6.1.3.1 从选取的货车中采取的全部份样应组成大样 A。

按 6.1.3.2 从抽取的货车中采取的全部份样应组成大样 B。

#### 例 3

假设由 80 节 60 t 货车所组成的  $m_1=80 \times 60=4\,800$  t 的一个交货批,其品质波动,货车内  $\sigma_w$  和货车间  $\sigma_b$  分别为“中”和“小”,根据 GB/T 10322.1 规定,抽取货车的最小数  $n_2$  是 15。

从同一个交货批中,再单独随机补充抽取与先前选取无关的 15 节货车。

按照 GB/T 10322.1 规定,从第一次 15 节货车内,每一车随机采取的份样个数  $n_3=4$ ,并将全部  $60(n_2n_3=15 \times 4)$  个份样合并为大样 A。

同样,从第二次 15 节货车内,每一车随机采取 4 个补充份样,并将 60 个份样合并为大样 B。

### 6.2 制样和测定

按照 6.1 采取的两个大样 A 和 B,应分别制样,并按照下述方法 1、方法 2 或方法 3 进行试验。

#### 6.2.1 方法 1(见图 3)

分别缩分 A 和 B 两个大样,获得  $A_1$ 、 $A_2$ 、 $B_1$  和  $B_2$  4 个试样,每个试样做双样试验,以任意次序做 8 个试验。

注:方法 1 分别获得取样、制样和测定的精密度。

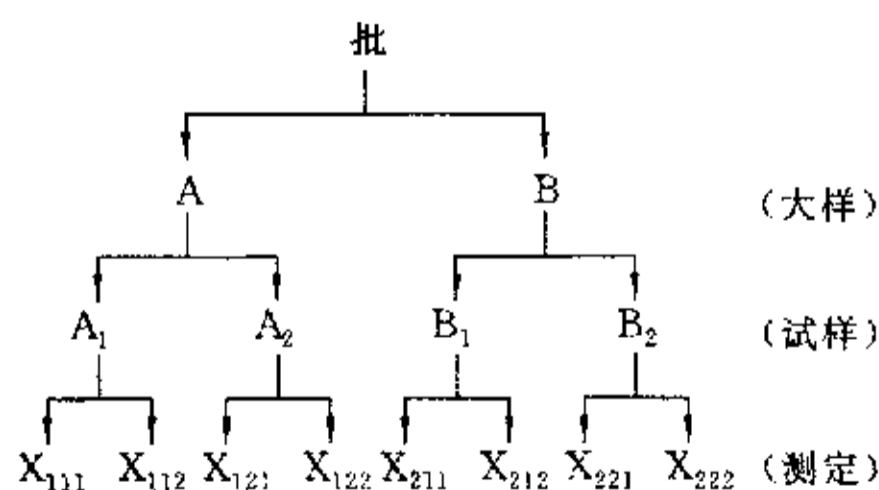


图 3 方法 1 流程

#### 6.2.2 方法 2(见图 4)

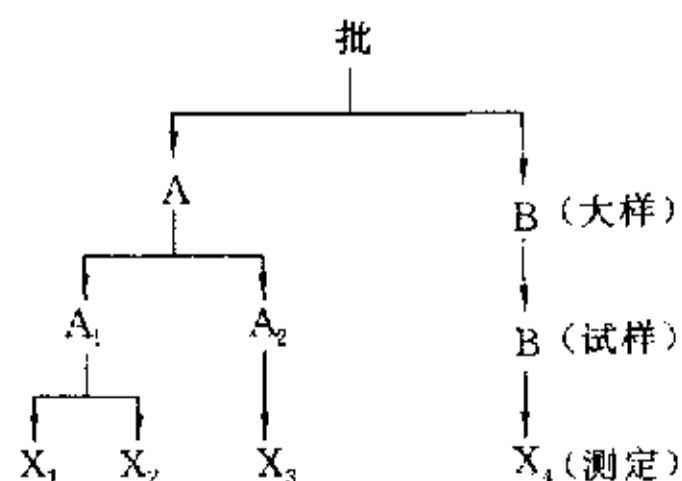


图 4 方法 2 流程

将大样 A 缩分制备成 2 个试样 A<sub>1</sub> 和 A<sub>2</sub>, 大样 B 制备成 1 个试样。

A<sub>1</sub> 试样应做双样试验, 试样 A<sub>2</sub> 和 B 做单样试验。

注: 方法 2 也可分别获得取样、制样和测定精密度, 但制样和测定的估计精密度要比用方法 1 得到的低。

6.2.3 方法 3(见图 5)

将 2 个大样 A 和 B 各制备 1 个试样, 每个试样用于单独实验。

注: 使用方法 3 仅能获得取样、制样和测定的总精密度。

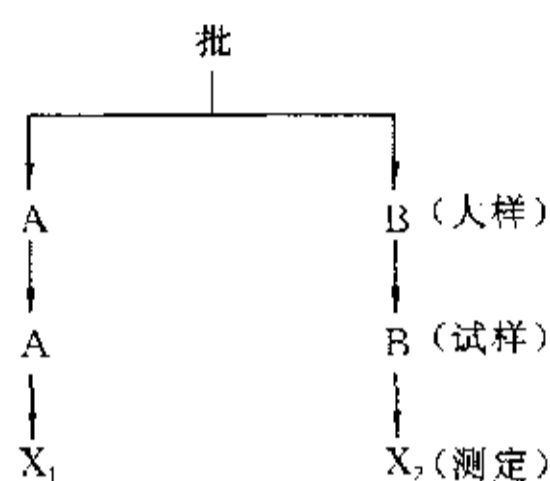


图 5 方法 3 流程

7 实验数据的分析

下述实验数据的分析方法取决于制样和测定方法, 而与取样方法是系统取样、分层取样或两级取样无关。

7.1 方法 1(见图 3 和附录 A)

在概率 95% 时, 其取样、制样和测定精密度的估计值(以下简称精密度)按下列步骤计算。

7.1.1 对 2 个大样 A 和 B, 各作 4 个测定值(例如 %Fe), 可表示为 X<sub>111</sub>、X<sub>112</sub>、X<sub>121</sub>、X<sub>122</sub>、X<sub>211</sub>、X<sub>212</sub>、X<sub>221</sub>、X<sub>222</sub>。

7.1.2 用式(1)和式(2)分别计算每对双样测定值的平均值  $\bar{X}_{ij}$  和极差 R<sub>1</sub>。

$$\bar{X}_{ij} = \frac{1}{2}(X_{ij1} + X_{ij2}) \dots\dots\dots(1)$$

$$R_1 = |X_{ij1} - X_{ij2}| \dots\dots\dots(2)$$

式中: i=1 和 2 代表 A 和 B;

j=1 和 2 代表试样。

7.1.3 用式(3)和式(4)分别计算每对双样的平均值  $\bar{X}_i$  和极差 R<sub>2</sub>。

$$\bar{X}_i = \frac{1}{2}(X_{i1} + X_{i2}) \dots\dots\dots(3)$$

$$R_2 = |\bar{X}_{i1} - \bar{X}_{i2}| \dots\dots\dots(4)$$

7.1.4 用式(5)和式(6)分别计算每对大样 A 和 B 的平均值  $\bar{\bar{X}}$  和极差 R<sub>3</sub>。

$$\bar{\bar{X}} = \frac{1}{2}(\bar{X}_{i1} + \bar{X}_{i2}) \dots\dots\dots(5)$$

$$R_3 = |\bar{\bar{X}}_{i1} - \bar{\bar{X}}_{i2}| \dots\dots\dots(6)$$

7.1.5 用式(7)~式(10)计算总平均值  $\bar{\bar{\bar{X}}}$  和 R<sub>1</sub>、R<sub>2</sub>、R<sub>3</sub> 的平均极差。

$$\bar{\bar{\bar{X}}} = \frac{1}{n} \sum \bar{\bar{X}} \dots\dots\dots(7)$$

$$\bar{R}_1 = \frac{1}{4n} \sum R_1 \dots\dots\dots(8)$$

$$R_2 = \frac{1}{2n} \sum R_2 \dots\dots\dots(9)$$

$$R_3 = \frac{1}{n} \sum R_3 \dots\dots\dots(10)$$

式中:  $n$  —— 交货批数。

按下法计算极值控制限并作图:

$R$  图的控制上限:

$D_4\bar{R}_1$  (代表  $R_1$ ),  $D_4\bar{R}_2$  (代表  $R_2$ ),  $D_4\bar{R}_3$  (代表  $R_3$ )

式中:  $D_4=3.267$  (针对成对测定)。

7.1.6 当  $R_3$ 、 $R_2$  和  $R_1$  的值都在  $R$  图控制上限内, 这表明取样、制样和测定的过程都在受控状态。

另一方面, 当  $R_3$ 、 $R_2$  和  $R_1$  有一些值超出各自的控制上限时, 表明试验过程 (诸如取样、制样或测定) 是不在受控状态中, 应查明所属原因。这样的值应删除并重新计算极差的平均值。

7.1.7 当采取  $2n_1$  个份样时, 可分别采用式(11)~式(13)计算测定标准偏差  $\hat{\sigma}_M$  制样标准偏差  $\hat{\sigma}_p$  和取样标准偏差  $\hat{\sigma}_s$  的估计值:

$$\hat{\sigma}_M^2 = (\bar{R}_1/d_2)^2 \dots\dots\dots(11)$$

$$\hat{\sigma}_p^2 = (\bar{R}_2/d_2)^2 - \frac{1}{2}\hat{\sigma}_M^2 \dots\dots\dots(12)$$

$$\hat{\sigma}_s^2 = (\bar{R}_3/d_2)^2 - \frac{1}{2}\hat{\sigma}_p^2 - \frac{1}{4}\hat{\sigma}_M^2 \dots\dots\dots(13)$$

式中:  $1/d_2=0.8862$  (针对成对测定)。

注: 从取样标准偏差  $\sigma_s$ , 可以计算出品质波动  $\sigma_w$ , 作为用 GB/T 10322.2 的一种替代方法。

$$\sigma_w = \sqrt{n_1}\sigma_s$$

按照 5.1.2 采取  $n_1$  个份样时, 从式(13)计算的取样标准偏差的估计值  $\hat{\sigma}_s$  应除以  $\sqrt{2}$  得到由  $n_1$  个份样所构成大样的取样标准偏差。测定和制样的标准偏差估计值可用式(11)和式(12)计算。

7.1.8 计算取样精密度 ( $2\hat{\sigma}_s$ )、制样精密度 ( $2\hat{\sigma}_p$ ) 和测定精密度 ( $2\hat{\sigma}_M$ ) 的估计值。

7.2 方法 2 (见图 4)

取样、制样和测定精密度估计值计算如下。

7.2.1 4 次测定表示如下:

$X_1$ 、 $X_2$  是从大样 A 制备的  $A_1$  试样的双样测定值。

$X_3$  是从大样 A 制备的试样  $A_2$  的单样测定值。

$X_4$  是从大样 B 制备的试样 B 的单样测定值。

7.2.2 利用式(14)和式(15)对每对双样测定计算平均值  $\bar{X}$  和极差  $R_1$ 。

$$\bar{X} = \frac{1}{2}(X_1 + X_2) \dots\dots\dots(14)$$

$$R_1 = |X_1 - X_2| \dots\dots\dots(15)$$

7.2.3 利用式(16)和式(17)计算平均值  $\bar{X}$  和极差  $R_2$ 。

$$\bar{X} = \frac{1}{2}(\bar{X} + X_3) \dots\dots\dots(16)$$

$$R_2 = |\bar{X} - X_3| \dots\dots\dots(17)$$

7.2.4 利用式(18)和式(19)计算每对大样 A 和 B 的平均值  $\bar{X}$  和极差  $R_3$ 。

$$\bar{X} = \frac{1}{2}(\bar{X} + X_4) \dots\dots\dots(18)$$

$$R_3 = |\bar{X} - X_4| \dots\dots\dots(19)$$

7.2.5 利用式(7)、(20)、(21)和(10)分别计算总平均值  $\bar{X}$  和  $\bar{R}_1$ 、 $\bar{R}_2$ 、 $\bar{R}_3$  的平均极差。

$$\bar{X} = \frac{1}{n} \sum \bar{X} \dots\dots\dots(7)$$



$$\bar{R}_1 = \frac{1}{n} \sum R_1 \quad \dots\dots\dots (20)$$

$$\bar{R}_2 = \frac{1}{n} \sum R_2 \quad \dots\dots\dots (21)$$

$$\bar{R}_3 = \frac{1}{n} \sum R_3 \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中：n——交货批数。

按 7.1.5 计算极差的控制限。

7.2.6 当  $R_3$ 、 $R_2$  和  $R_1$  的全部值都在 R 图的控制上限内，表明取样、制样和测定的全过程是处在受控状态中。

另一方面，当  $R_3$ 、 $R_2$  和  $R_1$  有些值分别落在控制上限外，说明过程（诸如取样、制样或测定）处在失控状态中，应调查所属原因。这些值应删除并重新计算极差平均值。

7.2.7 当采取  $2n_1$  个份样时，利用式(11)、式(22)和式(23)分别计算测定标准偏差  $\hat{\sigma}_M$ 、制样标准偏差  $\hat{\sigma}_P$  和取样标准偏差  $\hat{\sigma}_S$  的估计值。

$$\hat{\sigma}_M^2 = (\bar{R}_1/d_2)^2 \quad \dots\dots\dots (11)$$

$$\hat{\sigma}_P^2 = (\bar{R}_2/d_2)^2 - \frac{3}{4}\hat{\sigma}_M^2 \quad \dots\dots\dots (22)$$

$$\hat{\sigma}_S^2 = (\bar{R}_3/d_2)^2 - \frac{3}{4}\hat{\sigma}_P^2 - \frac{11}{16}\hat{\sigma}_M^2 \quad \dots\dots\dots (23)$$

式中：1/d<sub>2</sub>=0.886 2(针对成对测定)，见 7.1.7 的注。

当按 5.1.2 采取  $n_1$  个份样时，从式(23)计算得到的取样标准偏差估计值  $\hat{\sigma}_S$  应除以  $\sqrt{2}$  得到由  $n_1$  个份样所构成大样的取样标准偏差。测定和制样的标准偏差估计值，可用式(11)和式(22)计算。

7.2.8 计算取样精密度( $2\hat{\sigma}_S$ )、制样精密度( $2\hat{\sigma}_P$ )和测定精密度( $2\hat{\sigma}_M$ )估计值。

7.3 方法 3(见图 5)

在这种情况下，取样、制样和测定精密度的估计值不能够分别计算出来。方法 3 只能提供取样、制样和测定的总精密度  $2\hat{\sigma}_{SPM}$ 。

这些精密度值之间的关系是：

$$\hat{\sigma}_{SPM}^2 = \hat{\sigma}_S^2 + \hat{\sigma}_P^2 + \hat{\sigma}_M^2 \quad \dots\dots\dots (24)$$

应按以下程序计算总精密度的估计值。

7.3.1 用式(14)和式(15)计算成对测定的平均值  $\bar{X}$  和极差  $R$ 。

$$\bar{X} = \frac{1}{2}(X_1 + X_2) \quad \dots\dots\dots (14)$$

$$R = |X_1 - X_2| \quad \dots\dots\dots (15)$$

式中：X<sub>1</sub> 和 X<sub>2</sub> 分别是试样 A 和 B 的测定值。

用式(25)和式(26)计算总平均值  $\bar{X}$  和极差的平均值  $\bar{R}$ 。

$$\bar{X} = \frac{1}{n} \sum \bar{X} \quad \dots\dots\dots (25)$$

$$\bar{R} = \frac{1}{n} \sum R \quad \dots\dots\dots (26)$$

式中：n 是交货批数。

7.3.2 计算极差控制限方法如下并绘制控制图。

R 图的上控制限：

$$D_4\bar{R}$$

式中：D<sub>4</sub>=3.267(针对成对测定)。

7.3.3 当极差  $R$  所有值都在  $R$  图的上控制限内,表明取样、制样和测定的全过程是在受控状态。

另外,当有些  $R$  值落在各自上控制限以外,试验过程不是处在受控状态,此时应进行校核,以便找出相关的原因。删除这些值并重新计算极差的平均值。

7.3.4 当采取  $2n_1$  个份样时,用式(27)计算总标准偏差  $\hat{\sigma}_{\text{SPM}}$  估计值。

$$\hat{\sigma}_{\text{SPM}}^2 = (\bar{R}/d_2)^2 \quad \dots\dots\dots(27)$$

式中:  $1/d_2=0.8662$ (针对成对测定)。

7.3.5 计算总精密度的估计值  $2\hat{\sigma}_{\text{SPM}}$ 。

当采取  $n_1$  个份样时,因取样的标准偏差不能够单独地估计,所以总标准偏差  $\hat{\sigma}_{\text{SPM}}$  的估计值不可能转换成包含  $n_1$  个份样的大样的相应的值。

## 8 结果的说明和措施

采用 7.1(方法 1)或 7.2(方法 2)所得到的取样精密度估计值  $2\hat{\sigma}_s$  和 GB/T 10322.1 规定的取样精密度  $\beta_s$  进行比较,当取样精密度估计值达不到 GB/T 10322.1 规定的值时,取样程序应作如下调整。

### 8.1 检查品质波动的变化

按照 GB/T 10322.2 的方法,检查铁矿石品质波动的变化。如果查明所述的铁矿石品质波动有重大变化,可采取如下的措施。

#### 8.1.1 周期系统取样或分层取样

按照 GB/T 10322.1 变更品质波动的分类,改变从交货批采取份样的个数  $n_1$ 。

#### 8.1.2 二级取样

按照 GB/T 10322.1 改变从交货批中抽取的货车数  $n_2$ 。

### 8.2 增加份样个数

在周期系统取样和分层取样的情况下,从交货批中可以采取更多的份样个数  $n'_1$ ,这将按下式比例改善取样精密度:

$$\sqrt{n/n'_1}$$

### 8.3 增加份样质量

增加份样质量,但增加到某一数量以上,取样精密度将得不到明显改善。

## 9 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 进行实验的管理者和实验人员的姓名;
- b) 实验场所;
- c) 试验报告发出日期;
- d) 实验周期;
- e) 测定特性和引用的国际和国家标准;
- f) 实验交货批的细节;
- g) 取样和制样的详情;
- h) 由本实验获得的取样、制样和测定精密度估计值;
- i) 管理者的评论和意见;
- j) 根据结果采取的措施。

## 附录 A

(提示的附录)

## 用方法 1 对周期系统取样的实验举例

这是一个铁矿石使用单位实验的例子：

取样	周期系统取样法
制样	方法 1
质量特性	全铁(%Fe)

实验项目和铁含量分析结果见表 A1, Fe 含量记录和  $\hat{\sigma}_M$ 、 $\hat{\sigma}_P$  和  $\hat{\sigma}_S$  的计算过程见表 A2。

图 A1 为平均值  $\bar{X}$ 、 $\bar{\bar{X}}$ 、 $\bar{\bar{\bar{X}}}$  和极差  $R_1$ 、 $R_2$ 、 $R_3$  的控制图。图上显示的  $\bar{X}$  图仅表示平均值上下波动的情况。对平均值的控制限, 已用以下公式计算出。

可用此值来制作  $\bar{X}$  的控制图。

$$\bar{\bar{\bar{X}}} \pm A_2 \bar{R}_1 \quad \bar{\bar{X}} \pm A_2 \bar{R}_2 \quad \bar{X} \pm A_2 \bar{R}_3$$

式中:  $A_2 = 1.88$ 。

数据点位于  $3\sigma$  控制限以外的点数记录于表 A2 的最下方。相应的数据用星号标记。

此例的取样、制样和测定标准偏差的估计值是

取样标准偏差

$$\hat{\sigma}_S = 0.23(\%Fe)$$

制样标准偏差

$$\hat{\sigma}_P = 0.11(\%Fe)$$

测定标准偏差

$$\hat{\sigma}_M = 0.077(\%Fe)$$

3 个例中,  $\hat{\sigma}_S$  最大, 取样的估计精密度是  $2\hat{\sigma}_S = 2 \times 0.23 = 0.46(\%Fe)$ 。这个取样精密度值满足 GB/T 10322.1 规定的取样精密度  $\beta_S$  的要求, 故取样程序不需要作调整。

表 A1 实验项目的记录示例

(公司和工厂名称)  
关于校核取样精密度的报告

实验时期:  
实验场所: (注明地点) \_\_\_\_\_  
测定特性  
和采用的国际标准: 铁含量(%Fe), ISO 2597-1:1994

实验的交货批  
矿石产地和类型:  
装载地:  
运输方式: 船运  
交货批数: 20  
批量: 平均 9 920 t; 最小 7 000 t; 最大 13 000 t

取样项目  
交货批的公称最大粒度: 110 mm  
份样类型: 从皮带输送机上的矿石流截取一定长度的全流幅矿石量  
份样质量: 25 kg  
从交货批中采取的份样个数:  $2 \times 50 = 100$   
份样采取的方法: 在卸矿规定吨位间隔, 停止皮带输送机并用铲在皮带上规定的位置, 采取全部的矿石, 获得一个 25 kg 份样

制样  
大样组成方法: 将连续采取的各个份样, 交替地放入两个容器中。组成两个大样 A 和 B, 每个大样含有 50 个份样。  
大样的质量: 平均 1 250 kg, 最少 1 220 kg, 最多 1 285 kg

%Fe 的测定

统计	实验结果	商检	装载地货单
平均	61.10		
最小	59.90		
最大	63.02		

估计精度(%Fe)  
 $\hat{\sigma}_M = 0.077$      $\hat{\sigma}_M = 0.11$      $\hat{\sigma}_S = 0.23$      $\hat{\sigma}_{SPM} = 0.27$   
 $\beta_S = 2\hat{\sigma}_S = 0.46$      $\beta_{SPM} = 2\hat{\sigma}_{SPM} = 0.54$

讨论和意见 \_\_\_\_\_

---

日期 \_\_\_\_\_ 报告人 \_\_\_\_\_

(实验管理者姓名)

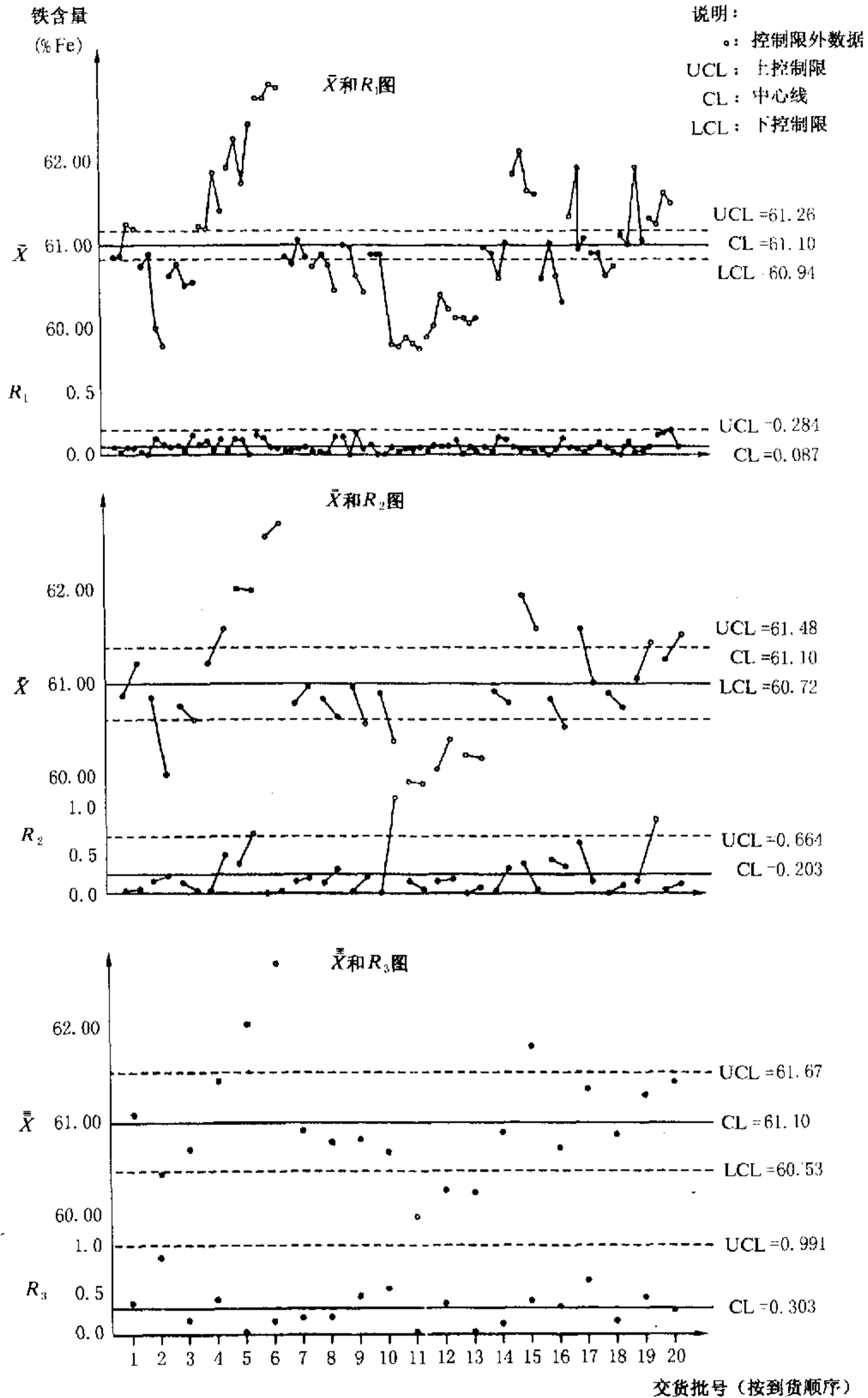


图 A1 平均值和极差控制图示例  
 (表 A2 中数据图解)

表 A2 校核精密度的数据表示例  
(参照 7.1 和图 3)

交货日期	批号	份样个数	A <sub>1</sub> %Fe			A <sub>2</sub> %Fe			A %Fe			B <sub>1</sub> %Fe			B <sub>2</sub> %Fe			B %Fe		$\bar{X}$	R <sub>3</sub>			
			X <sub>110</sub>	X <sub>112</sub>	X <sub>11</sub>	R <sub>1</sub>	X <sub>121</sub>	X <sub>122</sub>	$\bar{X}_{12}$	R <sub>2</sub>	X <sub>211</sub>	X <sub>212</sub>	$\bar{X}_{21}$	R <sub>1</sub>	X <sub>221</sub>	X <sub>222</sub>	$\bar{X}_{22}$	R <sub>2</sub>	X <sub>2</sub>			R <sub>1</sub>		
1	12 100	50	60.92	60.99	60.96	0.07	60.98	61.01	61	0.03	60.98	0.04	61.34	61.37*	0.06	61.28	61.35	61.32*	0.07	61.34	0.05	61.16	0.36	
2	7 300	50	60.88	60.87	60.88*	0.01	61.02	61.02	61.02		60.95	0.14	60.1	60.18*	0.17	60.04	59.93	59.98*	0.11	60.08*	0.2	60.52*	0.87	
3	10 700	50	60.82	60.76	60.79*	0.06	60.96	60.88	60.92*	0.08	60.86	0.13	60.7	60.68*	0.03	60.82	60.6	60.71*	0.22	60.7*	0.03	60.78	0.16	
4	13 000	50	61.4	61.3	61.35*	0.1	61.4	61.25	61.32*	0.15	61.34	0.03	61.94	61.96*	0.03	61.6	61.43	61.52*	0.17	61.74*	0.44	61.54	0.4	
5	11 500	50	62.04	62	62.02*	0.04	62.27	62.44	62.36*	0.17	62.19*	0.34	61.92	61.84*	0.15	62.51	62.52	62.52*	0.01	62.18*	0.68*	62.18*	0.01	
6	10 000	50	62.7	62.92	62.81*	0.22	62.9	62.72	62.81*	0.18	62.81*		63.02	62.98*	0.08	62.98	62.92	62.95*	0.06	62.96*	0.03	62.88*	0.15	
7	11 200	50	60.94	60.98	60.96	0.04	60.8	60.85	60.82*	0.05	60.89	0.14	61.14	61.17	0.06	60.94	61.03	60.98	0.09	61.08	0.19	60.98	0.19	
8	9 700	50	60.9	60.87	60.88*	0.03	61.02	61	61.01	0.02	60.94	0.13	60.9	60.89*	0.02	60.7	60.5	60.6*	0.2	60.74	0.29	60.84	0.2	
9	8 600	50	61.2	61	61.1	0.2	61.08	61.08	61.08		61.09	0.02	60.88	60.76*	0.24	60.6	60.55	60.58*	0.05	60.67*	0.18	60.88	0.42	
10	9 300	50	60.94	61.07	61	0.13	61	61	61		61		61	16		59.95	59.87	59.91*	0.08	60.46*	1.09*	60.73	0.54	
11	8 300	50	59.94	59.9	59.92*	0.04	60.02	60.09	60.06*	0.07	59.99*	0.14	59.96	59.99*	0.06	59.98	59.9	59.94*	0.08	59.96*	0.05	59.98*	0.03	
12	10 500	50	60.08	60.04	60.06*	0.04	60.14	60.26	60.2*	0.12	60.13*	0.14	60.52	60.56*	0.08	60.46	60.35	60.4*	0.11	60.48*	0.16	60.3*	0.35	
13	8 200	50	60.38	60.23	60.3*	0.15	60.3	60.3	60.3*		60.3*		60.28	60.23*	0.1	60.29	60.32	60.3*	0.03	60.26*	0.07	60.28*	0.04	
14	10 600	50	61.1	61	61.05	0.1	61	61.02	61.01	0.02	61.03	0.04	60.84	60.75*	0.18	61.12	60.96	61.04	0.16	60.9	0.29	60.96	0.13	
15	9 100	50	62	61.93	61.96*	0.07	62.32	62.27	62.3*	0.05	62.13*	0.34	61.8	61.77*	0.06	61.74	61.71	61.72*	0.03	61.74*	0.05	61.94*	0.39	
16	10 400	50	60.72	60.78	60.75*	0.06	61.14	61.14	61.14		60.94	0.39	60.82	60.78*	0.06	60.56	60.38	60.47*	0.18	60.62*	0.31	60.78	0.32	
17	7 900	50	61.5	61.42	61.46*	0.08	62.02	62.07	62.04*	0.05	61.75*	0.58	61.06	61.05	0.02	61.16	61.25	61.2	0.09	61.12	0.15	61.44	0.63	
18	11 200	50	61.08	60.94	61.01	0.14	61.04	60.96	61	0.08	61	0.01	60.78	60.88	0.02	60.88	60.89	60.88*	0.01	60.84	0.09	60.92	0.16	
19	11 800	50	61.15	61.3	61.22	0.15	61.1	61.08	61.09	0.02	61.16	0.13	62	62.05	0.05	61.21	61.12	61.12	0.03	61.59*	0.86*	61.38	0.43	
20	7 000	50	61.54	61.32	61.43	0.22	61.5	61.26	61.38*	0.24	61.4	0.05	61.86	61.73*	0.26	61.66	61.58	61.62*	0.08	61.68*	0.11	61.54	0.28	
合计	198 400	1000	222.231	221.621	221.91	1.95	223.86	223.7	223.86	1.33	222.88	2.79	223.091	221.941	1.222.5	1.75	220.481	219.161	219.8	1.92	221.14	5.32	222.01	6.06
平均值	9 920	50	61.11	61.08	61.10	0.10	61.20	61.18	61.19	0.07	61.14	0.14	61.15	61.10	0.08	61.02	60.96	60.99	0.10	61.06	0.26	61.10	0.30	
计算																								
$\sigma_A^2 = (0.8862\bar{R}_1)^2 = 0.0059$																								
$\sigma_M = 0.077$																								
$\bar{X} \pm 1.880 \bar{R}_1 = 61.10 \pm 0.164 (61.26a \text{ 和 } 60.94)$																								
$\bar{X} \pm 1.880 \bar{R}_2 = 61.10 \pm 0.382 (61.48a \text{ 和 } 60.72)$																								
$\bar{X} \pm 1.880 \bar{R}_3 = 61.10 \pm 0.570 (61.67 \text{ 和 } 60.53)$																								
计算值的调整																								
%Fe 超过 3σ 控制限的用星形符号(*)标出																								
%Fe 超出极值的数目:																								
R <sub>1</sub> : 80 个数据超限为 0(简化为 0/80), R <sub>2</sub> : 3/40, R <sub>3</sub> : 0/20, $\bar{X}$ : 57/80, $\bar{X}$ : 12/40, $\bar{X}$ : 7/20																								
$\sigma_A = 0.0059$ R <sub>2</sub> 第一次调整:																								
$\sigma_M = 0.077$ R <sub>2</sub> 第二次调整:																								
$3267\bar{R}_1^2 = 0.448$ (有点超出上控制限)																								
$3267\bar{R}_2^2 = 0.444$ (没有点超出上控制限)																								
$3267\bar{R}_3^2 = 0.2312$																								
评论和备注:																								
报告人:																								
审核人:																								
(实验监督人姓名)																								

**附录 B**  
(提示的附录)  
**实验数据分析的替代方法**

当实验数据中没有一些不良数值时,可利用本方法替代条款 7 中的方法。

**B1 方法 1(见图 3)**

使用下列程序替代 7.1.5~7.1.7 款。

**B1.1** 按照极差的平方和,利用式(7)和式(A1)~式(A6)计算总平均值 $\bar{\bar{X}}$ 和方差 $\hat{\sigma}_1^2$ 、 $\hat{\sigma}_2^2$ 和 $\hat{\sigma}_3^2$ 。

$$\bar{\bar{X}} = \frac{1}{n} \sum \bar{X} \quad \dots\dots\dots(7)$$

$$\Sigma R_1^2 = \Sigma |\bar{X}_{i1} - \bar{X}_{i2}|^2 \quad \dots\dots\dots(A1)$$

$$\Sigma R_2^2 = \Sigma |\bar{X}_{i1} - \bar{X}_{i2}|^2 \quad \dots\dots\dots(A2)$$

$$\Sigma R_3^2 = \Sigma |\bar{X}_1 - \bar{X}_2|^2 \quad \dots\dots\dots(A3)$$

$$\hat{\sigma}_1^2 = \frac{1}{8n} \Sigma R_1^2 \quad \dots\dots\dots(A4)$$

$$\hat{\sigma}_2^2 = \frac{1}{4n} \Sigma R_2^2 \quad \dots\dots\dots(A5)$$

$$\hat{\sigma}_3^2 = \frac{1}{2n} \Sigma R_3^2 \quad \dots\dots\dots(A6)$$

式中:  $n$  为交货批数。

**B1.2** 利用式(A7)~式(A9)计算测定标准偏差 $\hat{\sigma}_M$ ,制样标准偏差 $\hat{\sigma}_P$ 和取样标准偏差 $\hat{\sigma}_S$ 的估计值:

$$\hat{\sigma}_M^2 = \hat{\sigma}_1^2 \quad \dots\dots\dots(A7)$$

$$\hat{\sigma}_P^2 = \hat{\sigma}_2^2 - \frac{1}{2} \hat{\sigma}_M^2 \quad \dots\dots\dots(A8)$$

$$\hat{\sigma}_S^2 = \hat{\sigma}_3^2 - \frac{1}{2} \hat{\sigma}_2^2 \quad \dots\dots\dots(A9)$$

**B2 方法 2(见图 4)**

使用下列程序替代 7.2.5~7.2.7 款。

**B2.1** 按照极差的平方和,利用式(7)和式(A10)~式(A12)计算总平均值 $\bar{\bar{X}}$ 和方差 $\hat{\sigma}_1^2$ 、 $\hat{\sigma}_2^2$ 和 $\hat{\sigma}_3^2$ 。

$$\bar{\bar{X}} = \frac{1}{n} \sum \bar{X} \quad \dots\dots\dots(7)$$

$$\hat{\sigma}_1^2 = \frac{1}{2n} \Sigma R_1^2 \quad \dots\dots\dots(A10)$$

$$\hat{\sigma}_2^2 = \frac{1}{2n} \Sigma R_2^2 \quad \dots\dots\dots(A11)$$

$$\hat{\sigma}_3^2 = \frac{1}{2n} \Sigma R_3^2 \quad \dots\dots\dots(A12)$$

式中:  $n$  是交货批数。

**B2.2** 利用式(A7)、式(A13)和式(A14)计算测定标准偏差 $\hat{\sigma}_M$ ,制样标准偏差 $\hat{\sigma}_P$ 和取样标准偏差 $\hat{\sigma}_S$ 的估计值:

$$\hat{\sigma}_M^2 = \hat{\sigma}_1^2 \quad \dots\dots\dots(A7)$$

$$\hat{\sigma}_P^2 = \hat{\sigma}_2^2 - \hat{\sigma}_M^2 \quad \dots\dots\dots(A13)$$

$$\hat{\sigma}_S^2 = \hat{\sigma}_3^2 - \hat{\sigma}_2^2 \quad \dots\dots\dots(A14)$$

**B3 方法 3**

用下列程序替代 7.3.2 和 7.3.1 的后半部分及 7.3.3 款。

按照极差的平方和,利用式(25)和式(A15)计算总平均值  $\bar{X}$  和总标准偏差  $\hat{\sigma}_{SPM}$  的估计值:

$$\bar{X} = \frac{1}{n} \sum X \quad \dots\dots\dots(25)$$

$$\hat{\sigma}_{SPM}^2 = \frac{1}{2n} \sum R^2 \quad \dots\dots\dots(A15)$$

式中:  $n$  是交货批数。

**附 录 C**

(提示的附录)

**参 考 资 料**

GB/T 10322.4-2000 铁矿石 校核取样偏差的实验方法  
 ISO 8542:1986 锰矿和铬矿--校核取样精密度和评定品质波动的实验方法  
 REARSO,E. S, 工业标准化和品质控制统计方法的应用,1935 年伦敦英国标准协会  
 ASTM 材料品质控制手册。1951 年 费城 美国材料试验学会