

前 言

本标准等同采用 ISO 3086:1998《铁矿石—校核取样偏差的实验方法》。

本标准系铁矿石专业系列标准之一,和 GB/T 2007.5—1987《散装矿产品取样、制样通则 取样系统误差校核试验方法》互为独立存在,使用者可按需要选用。

本标准的附录 A 为标准的附录。

本标准的附录 B 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、武汉钢铁(集团)公司、首钢总公司。

本标准主要起草人:何能骥、曾令元、李齐明、崔志亮、张望兴、李嵩田、陈自斌。

ISO 前言

ISO(国际标准化组织)是各个国家标准化团体(ISO 会员)的国际联盟。制定国际标准工作一般由 ISO 技术委员会执行,每一个会员团体都有权成为技术委员会中已建立的某学科委员会的成员。与 ISO 有联系的官方和非官方的国际组织,也可参加工作。ISO 在电工技术标准化方面和国际电工技术委员会(IEC)有着紧密的合作关系。

被技术委员会采纳的国际标准草案,发给各会员团体投票。作为国际标准出版,至少需要 75%的会员团体投票赞成。

国际标准 ISO 3086 是由 ISO/TC 102 铁矿石技术委员会 SC1 分委员会制定的。

本草案是经过技术修订的第 3 版,取代第 2 版(ISO 3086:1987)。

附录 A 为标准件,附录 B 为提示件。

中华人民共和国国家标准

铁矿石 校核取样偏差的实验方法

GB/T 10322.4—2000
idt ISO 3086:1998

Iron ores — Experimental methods for
checking the bias of sampling

1 范围

当按照 GB/T 10322.1 规定方法进行取样时,本标准规定的实验方法是以 GB/T 10322.1 的停带取样法作为标准方法来校核铁矿石的取样偏差。

注

- 1 对于一个不完全符合 GB/T 10322.1 取样系统,通常不希望有偏差。因此,如果对不符 GB/T 10322.1 条件部分的主要影响有异议时,可作偏差校核试验。如果一方认为在某些特定条件下,偏差可能很大,那么当采用这些条件时,通常也应做偏差试验。
- 2 这里描述的实验数据的分析方法,也可应用于:
 - a) 以 GB/T 10322.1 取样制样作为标准方法,校核铁矿石制样偏差。
 - b) 校核从不同的场所,如装货港和卸货港采集同一批量的样品,获得的结果可能有明显的差别。

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 10322.3—2000 铁矿石 校核取样精密度的实验方法

ISO 11323:1996 铁矿石—术语

注: ISO 11323:1996 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

本标准采用 ISO 11323 中的定义。

4 原理

将被校核的方法(称作方法 B)和从技术和经验的观点上看被认为不产生偏差的标准方法(称作方法 A)两者得到的结果加以比较。

如果用方法 B 和方法 A 得到的结果之间在统计意义上无显著差异,可将方法 B 作为日常方法采用。在 90% 的置信区间内,通过实际平均偏差和相关偏差 δ (见 5.2) 的比较来评估该差异。

5 一般条件

5.1 试验交货批数应不少于 10 批。在至少 10 批的基础上,是否需要增加试验批数,取决于实际平均偏差和相关偏差 δ 值的置信区间。

5.2 认为相关偏差 δ 已足够大时,不需要进一步降低平均偏差是合理的,相关偏差 δ 应预先确定。原则

国家质量技术监督局 2000-06-05 批准

2000-11-01 实施

上,相关偏差 δ 可小于根据 GB/T 10322.3 确定的取样、制样和测定的标准偏差 σ_{SPM} 。

注:如果实验目的仅为校核制样, δ 值可小于 GB/T 10322.3 所确定 σ_{PM} 。

5.3 诸如全铁含量、水分含量、粒度分布和物理性能这类品质特性均可采用。

6 取样和制样方法

6.1 取样

校核取样偏差的标准方法(方法 A)为 GB/T 10322.1 的停带取样法。

方法 A:按规定的部位,从停止的输送带上的矿石流,全流幅地截取每个份样。截取样品的长度要大于公称最大粒级的 3 倍或至少 30 mm,选其中较大的一个。

被校核的方法,即按照 GB/T 10322.1 进行的方法 B,应该用同一种类的矿石和方法 A 比较。

方法 B:例如取样方法,在转移的过程中,用机械取样机取样,或从船舱和货车中取样,均是方法 B 的实例。

6.2 制样

对于构成一对大样的制样和试验方法,按 6.2.1~6.2.3 规定进行。

6.2.1 从同一个批量中,按方法 A 和方法 B 所获得的份样组成两个大样 A 和 B。

6.2.2 按照 GB/T 10322.1 的规定,用同样的方法制备 A 和 B 两个大样,并按有关标准规定进行分别试验,得到一对的测定值。

6.2.3 按上述步骤,进行 10 批或 10 批以上的试验。

注

1 当对方法 A 和方法 B 能够从矿石的近邻部分采取份样时,建议单独对份样或副样进行制样和试验。这样可使得构成 10 对或 10 对以上的测定值的比较,要比用全部批数的测定值的比较更快些。上述的比较,应该用同种类的矿石,从若干批量中采取成对份样测定值的比较,但不允许由份样和大样组成若干对,而应该是份样或大样其中的一种若干对的比较。

2 由于停带取样法成本高且不方便,通常经济的做法,是极其小心的采用成对制样和试验,以便减少停带取样的次数。

7 实验数据的分析

7.1 测定各个差值的标准偏差

7.1.1 用 X_{A_i} 、 X_{B_i} 分别表示按照方法 A 和方法 B 得到的测定结果。

7.1.2 用下列公式计算 X_{A_i} 和 X_{B_i} 之间的差值 d_i :

$$d_i = X_{B_i} - X_{A_i} \quad i = 1, 2, 3, \dots, K \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中 K 是成对测定的组数。

7.1.3 计算平均差值 \bar{d} 并比原差值多一位小数。

$$\bar{d} = \frac{1}{K} \sum d_i \quad \dots\dots\dots(2)$$

7.1.4 计算差值的平方和 SS_d 及标准偏差 S_d :

$$SS_d = \sum d_i^2 - \frac{1}{K} (\sum d_i)^2 \quad \dots\dots\dots(3)$$

$$S_d = \sqrt{SS_d / (K - 1)} \quad \dots\dots\dots(4)$$

7.2 \bar{d} 的置信区间的确定

7.2.1 LL 指置信区间的下限, UL 指置信区间的上限。

7.2.2 用下列公式计算置信区间的极限值:

$$LL = \bar{d} - t \frac{S_d}{\sqrt{K}} \quad \dots\dots\dots(5)$$

$$UL = \bar{d} + t \frac{S_d}{\sqrt{K}} \dots\dots\dots (6)$$

式中 t 值是自由度 $(K-1)$ 时 t 分布的值, 列于表 1。

表 1 10% 显著性水平的 t 值(双测检验)

成对测定组数 K	t	成对测定组数 K	t
10	1.833	26	1.708
11	1.812	27	1.706
12	1.796	28	1.703
13	1.782	29	1.701
14	1.771	30	1.699
15	1.761	31	1.697
16	1.753	32	1.696
17	1.746	33	1.694
18	1.740	34	1.692
19	1.734	35	1.691
20	1.729	40	1.685
21	1.725	50	1.677
22	1.721	81	1.664
23	1.717	121	1.658
24	1.714	241	1.651
25	1.711	∞	1.645

注: 表 1 出自 ISO 2602:1995 试验结果的统计分析—平均值估算—置信区间。表中 t 值可在大量统计教科书里查到。这些教科书中, 成对测定组数 K 对应的 t 值是自由度为 $(K-1)$ 时的值。

7.3 统计分析

画一条水平坐标直线, 在中间标出零点, 并将 LL 、 UL 、 $+\delta$ 和 $-\delta$ 值标在水平坐标上。检查 LL 、 UL 的区间是否包含在 $+\delta$ 和 $-\delta$ 的区间内, 如果是, 说明没有显著性差异, 为降低偏差所化的代价是合理的, 并可停止试验, 认可方法 B 为日常采用的方法。

如果不是这样, 检查零点是否包含在 LL 和 UL 的区间内, 如果零点不在这个区间, 那么方法 B 不能作为日常方法被采用, 并应调整取样系统。

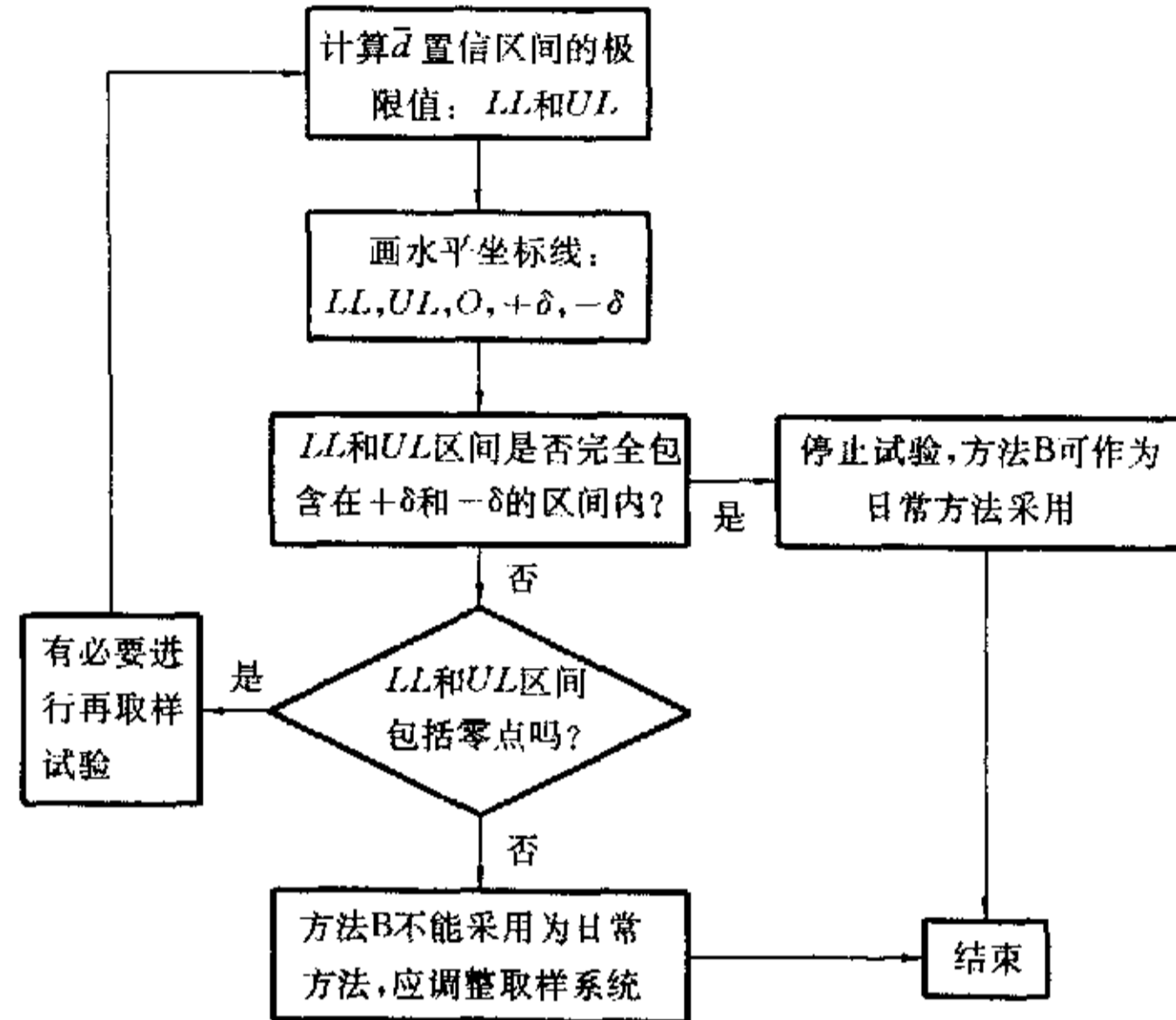
如果零点包含在这个区间内, 则需进一步再取样试验, 但为节省费用, 以尽可能少的补充实验, 重复 7.1~7.3 的步骤, 直至有明确结论, 方法 B 能否作为日常采用的方法为止(见附录 A)。

8 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 实验员和管理者的姓名;
- b) 实验地点;
- c) 试验报告签发日期;
- d) 实验期限;
- e) 测定特性和参照的标准;
- f) 审查批的详情;
- g) 取样和制样的详情;
- h) t 值和结论;
- i) 管理者的评论和意见;
- j) 根据结果采取的措施。

附录 A
(标准的附录)
统计分析的流程



附录 B
(提示的附录)
试验数据示例

表 B1 至表 B4 中所示试验数据是从实际实验中获得的。通过对两个方法(A 和 B)得到的结果增加一个常数进行了转换, 以便保存原始数据。然而试验条件和相关值仅是示例。

B1 数值示例 1

(δ : 0.10% 全铁含量)

表 B1 数值示例是一个机械取样(方法 B)和标准方法 A 的比较实验结果。实验中测得的偏差, 就全铁含量而言为 0.1%。

表 B1 实验数据

批	全铁含量, %		$d_i = X_{B_i} - X_{A_i}$	d_i^2
	X_{B_i}	X_{A_i}		
1	63.14	63.77	-0.63	0.396 9
2	63.71	63.75	-0.04	0.001 6
3	62.98	62.95	0.03	0.000 9
4	63.24	63.70	-0.46	0.211 6
5	63.77	63.93	-0.16	0.025 6
6	63.82	63.99	-0.17	0.028 9
7	63.85	64.09	-0.24	0.057 6
8	64.20	64.21	-0.01	0.000 1
9	64.08	64.12	-0.04	0.001 6
10	64.07	64.27	-0.20	0.040 0
		合计	-1.92	0.764 8

$$\bar{d} = \frac{1}{K} \sum d_i = \frac{-1.92}{10} = -0.192$$

$$SS_d = \sum d_i^2 - \frac{1}{K} (\sum d_i)^2 = 0.7648 - \frac{(-1.92)^2}{10} = 0.3962$$

$$S_d = \sqrt{SS_d / (K - 1)} = \sqrt{0.3962 / 9} = 0.21$$

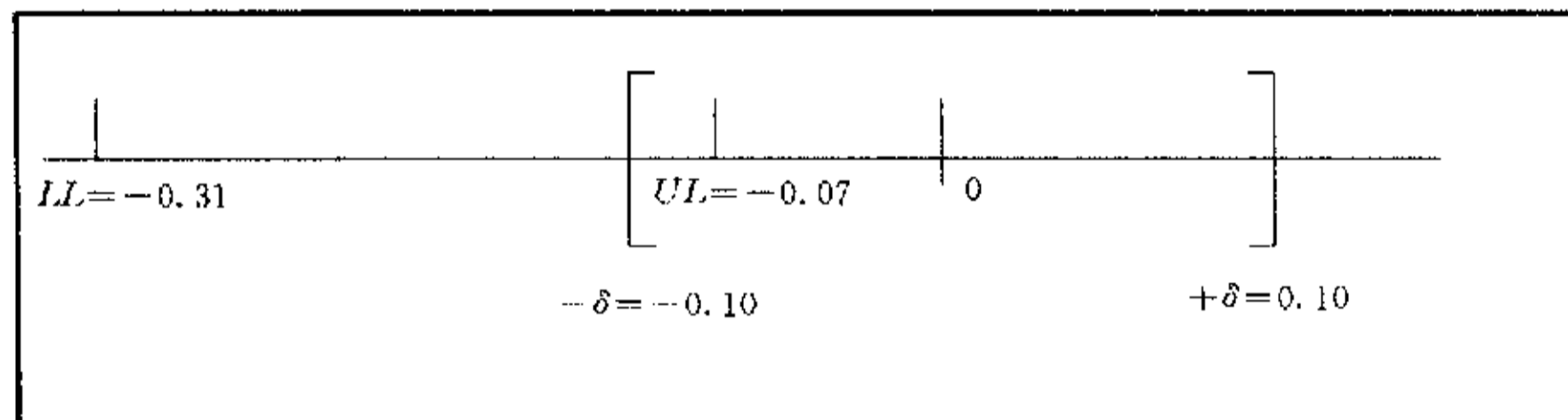
\bar{d} 的置信区间的确定:

$$LL = \bar{d} - t \frac{S_d}{\sqrt{K}} = -0.192 - \frac{1.833 \times 0.21}{\sqrt{10}} = -0.31$$

$$UL = \bar{d} + t \frac{S_d}{\sqrt{K}} = -0.192 + \frac{1.833 \times 0.21}{\sqrt{10}} = -0.07$$

$t=1.833$ 在表 1 中给出。

画水平坐标线:



LL 和 UL 区间没有完全包含在 $-\delta$ 和 $+\delta$ 区间内,并不包括零点。

因此,方法 B 存在显著性的偏差,它不能作为日常方法采用。取样系统应作调整。

B2 数值示例 2

(δ :0.2%全铁含量)

表 B2 数值示例是一个按照 GB/T 10322.1 进行的机械取样(方法 B)和标准方法 A 的比较实验结果。

实验中测得的偏差,就全铁含量而言为 0.2%。

表 B2 实验数据

批	全铁含量, %		$d_i = X_B - X_A$	d_i^2
	X_B	X_A		
1	62.36	62.36	0	0
2	62.18	62.21	-0.03	0.0009
3	62.22	62.44	-0.22	0.0484
4	62.32	62.27	0.05	0.0025
5	62.43	62.51	-0.08	0.0064
6	62.72	62.74	-0.02	0.0004
7	63.58	63.79	-0.21	0.0441
8	63.64	63.77	-0.13	0.0169
9	63.85	64.15	-0.30	0.0900
10	63.53	63.50	0.03	0.0009
		合计	-0.91	0.2105

$$\bar{d} = \frac{1}{K} \sum d_i = \frac{-0.91}{10} = -0.091$$

$$SS_d = \sum d_i^2 - \frac{1}{K} (\sum d_i)^2 = 0.2105 - \frac{(-0.91)^2}{10} = 0.1277$$

$$S_d = \sqrt{SS_d / (K - 1)} = \sqrt{0.1277 / 9} = 0.1191 = 0.119$$

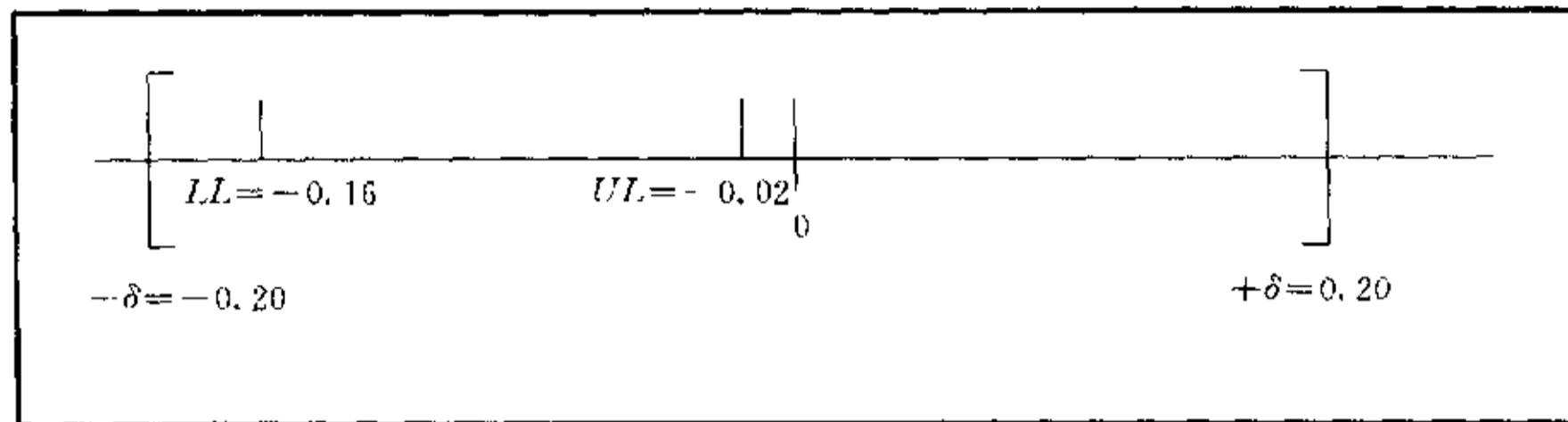
\bar{d} 的置信区间的确定:

$$LL = \bar{d} - t \frac{S_d}{\sqrt{K}} = -0.091 - \frac{1.833 \times 0.119}{\sqrt{10}} = -0.16$$

$$UL = \bar{d} + t \frac{S_d}{\sqrt{K}} = -0.091 + \frac{1.833 \times 0.119}{\sqrt{10}} = 0.02$$

$t=1.833$ 在表 1 中给出。

画水平坐标线:



LL 和 UL 区间完全包含在 $-\delta$ 和 $+\delta$ 区间内。

因此,没有显著性差异,不需要继续实验,方法 B 可作日常方法。

B3 数值示例 3

($\delta=0.30\%$ +6.3 mm 粒级部分含量)

表 B3 数值示例是一个机械取样(方法 B)和标准方法 A 的比较实验结果。

实验中测得的偏差,就 +6.3 mm 粒级部分含量而言为 0.3%。

表 B3 数值示例 3

批	+6.3 mm 粒级含量, %		$d_i = X_B - X_A$	d_i^2
	X_B	X_A		
1	2.62	2.63	-0.01	0.0001
2	3.76	2.79	0.97	0.9409
3	1.75	1.83	-0.08	0.0064
4	3.08	4.04	-0.96	0.9216
5	1.80	2.33	-0.53	0.2809
6	2.38	2.82	-0.44	0.1936
7	2.64	3.21	-0.57	0.3249
8	2.25	2.08	0.17	0.0289
9	2.35	2.48	-0.13	0.0169
10	2.31	2.34	-0.03	0.0009
		合计	-1.61	2.7151

$$\bar{d} = \frac{1}{K} \sum d_i = \frac{-1.61}{10} = -0.161$$

$$SS_d = \sum d_i^2 - \frac{1}{K} (\sum d_i)^2 = 2.7151 - \frac{(-1.61)^2}{10} = 2.4559$$

$$S_d = \sqrt{SS_d / (K - 1)} = \sqrt{2.4559 / 9} = 0.522$$

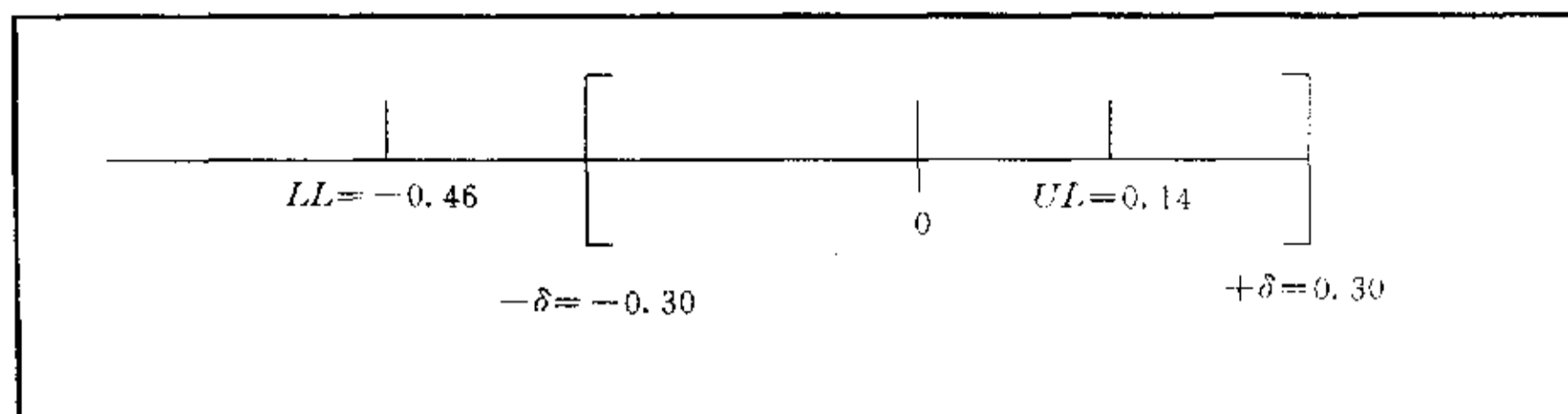
\bar{d} 的置信区间的确定:

$$LL = \bar{d} - t \frac{S_d}{\sqrt{K}} = -0.161 - \frac{1.833 \times 0.522}{\sqrt{10}} = -0.46$$

$$UL = \bar{d} + t \frac{S_d}{\sqrt{K}} = -0.161 + \frac{1.833 \times 0.522}{\sqrt{10}} = 0.14$$

$t=1.833$ 在表 1 中给出。

画水平坐标线：



LL 和 UL 区间没有完全包含在 $-\delta$ 和 $+\delta$ 区间内，但包括零点。

因此，必须再取样试验。

B4 数值示例 4

(δ : 0.30% 水分含量)

表 B4 所示的最后一个数值示例是粒度和试样量对水分含量影响的实验结果。在该实验中，用 1 kg 粒度小于 10 mm 的样品(方法 B)与 5 kg，粒度小于 22.4 mm 的样品(方法 A)进行比较。

实验中测得的偏差，对水分含量而言为 0.3%。

表 B4 实验数据

批	品名	水分含量，%		$d_i = X_B - X_A$	d_i^2
		X_B	X_A		
1	A	1.89	2.00	-0.11	0.012 1
2	A	1.64	1.68	0.04	0.001 6
3	A	1.80	1.67	0.13	0.016 9
4	B	5.34	5.42	-0.08	0.006 4
5	B	5.22	5.29	-0.07	0.004 9
6	C	3.52	3.04	0.48	0.230 4
7	C	3.75	3.90	-0.15	0.022 5
8	D	4.36	4.65	-0.29	0.084 1
9	E	4.08	4.00	0.08	0.006 4
10	C	3.70	3.89	-0.19	0.036 1
			合计	-0.24	0.421 4

$$\bar{d} = \frac{1}{K} \sum d_i = \frac{-0.24}{10} = -0.024$$

$$SS_d = \sum d_i^2 - \frac{1}{K} (\sum d_i)^2 = 0.421 4 - \frac{(-0.24)^2}{10} = 0.415 6$$

$$S_d = \sqrt{SS_d / (K - 1)} = \sqrt{0.415 6 / 9} = 0.215$$

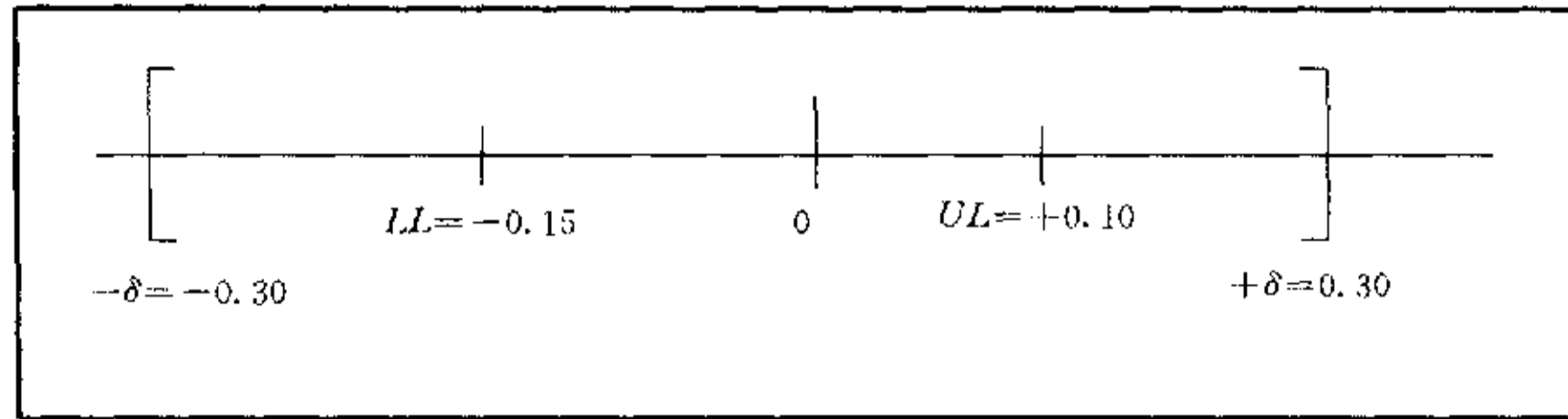
\bar{d} 的置信区间的确定：

$$LL = \bar{d} - t \frac{S_d}{\sqrt{K}} = -0.024 - \frac{1.833 \times 0.215}{\sqrt{10}} = -0.15$$

$$UL = \bar{d} + t \frac{S_d}{\sqrt{K}} = -0.024 + \frac{1.833 \times 0.215}{\sqrt{10}} = 0.10$$

$t=1.833$ 在表 1 中给出。

画水平坐标线：



LL 和 UL 区间完全包含在 $-\delta$ 和 $+\delta$ 区间内。

因此,方法 B 不存在显著性差异,可作为日常方法采用。