



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

---

**ВУГІЛЛЯ КАМ'ЯНЕ,  
АНТРАЦИТ ТА КОКС  
МЕХАНІЗОВАНЕ ВІДБИРАННЯ ПРОБ**  
Частина 7. Методи визначення точності відбору,  
підготовки та аналізу проб  
(ISO 13909-7:2001, IDT)

**ДСТУ ISO 13909-7:2006**

*Видання офіційне*

БЗ № 7-2006/482

Київ  
ДЕРЖСПОЖИВСТАНДАРТ УКРАЇНИ  
2009

## ПЕРЕДМОВА

1 ВНЕСЕНО: Технічний комітет зі стандартизації «Вугілля та продукти його перероблення» (ТК 92)

ПЕРЕКЛАД І НАУКОВО-ТЕХНІЧНЕ РЕДАГУВАННЯ: **О. Золотко**, канд. техн. наук; **І. Івоніна**; **Л. Іноземцева**; **І. Курченко**, канд. техн. наук; **О. Моїсеєнко**; **О. Рудавіна**; **П. Скляр**, канд. техн. наук (науковий керівник); **Ю. Філіппенко**; **М. Чернявський**, канд. техн. наук

2 НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Держспоживстандарту України від 7 вересня 2006 р. № 272 з 2007–10–01

3 Національний стандарт відповідає ISO 13909-7:2001 Hard coal and coke — Mechanical sampling — Part 7: Methods for determining the precision of sampling, sample preparation and testing (Вугілля кам'яне, антрацит та кокс. Механізоване відбирання проб. Частина 7. Методи визначення точності відбору, підготовки та аналізу проб)

Ступінь відповідності — ідентичний (IDT)

Переклад з англійської (en)

4 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ

---

Право власності на цей документ належить державі.  
Відтворювати, тиражувати і розповсюджувати його повністю чи частково  
на будь-яких носіях інформації без офіційного дозволу заборонено.  
Стосовно врегулювання прав власності треба звертатися до Держспоживстандарту України

Держспоживстандарт України, 2009

**ЗМІСТ**

	С.
Вступ .....	IV
Національний вступ .....	IV
1 Сфера застосування .....	1
2 Нормативні посилання .....	1
3 Терміни та визначення понять .....	2
4 Загальні положення .....	2
5 Формули, що описують чинники впливу на точність .....	3
6 Визначання дисперсії первинних точкових проб .....	4
7 Методи оцінювання точності .....	6
8 Розрахунок точності .....	10
9 Методи перевіряння похибок готування та аналізування проб .....	11
Додаток А Варіограмний метод визначання дисперсії .....	21
Додаток В Метод алгоритмів Грабса для визначання точності відбирання проб .....	26
Додаток С Бібліографія .....	33
Додаток НА Перелік нормативних документів, чинних в Україні .....	34

## НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП

Цей стандарт є тотожний переклад ISO 13909-7:2001 Hard coal and coke — Mechanical sampling — Part 7: Methods for determining the precision of sampling, sample preparation and testing (Вугілля кам'яне, антрацит та кокс. Механізоване відбирання проб. Частина 7. Методи визначення точності відбору, підготовки та аналізу проб) з окремими редакційними змінами.

Технічний комітет, відповідальний за цей стандарт, — ТК 92 «Вугілля та продукти його перероблення».

Стандарт містить вимоги, які відповідають чинному законодавству.

До стандарту внесено такі редакційні зміни:

- вилучено «Передмову» з міжнародного стандарту;
- слова «цей міжнародний стандарт» замінено на «цей стандарт»;
- структурні елементи стандарту: «Титульний аркуш», «Передмову», «Зміст», «Національний вступ» і «Бібліографічні дані» — оформлено згідно з вимогами національної стандартизації України;
- у розділі 2 «Нормативні посилання» наведено «Національне пояснення», виділене рамкою;
- «Національні примітки» виділено у тексті рамкою.

Міжнародні стандарти: ISO 13909-1:2001, ISO 13909-2:2001, ISO 13909-3:2001, ISO 13909-4:2001 впроваджені в Україні як ДСТУ ISO 13909-1, ДСТУ ISO 13909-2, ДСТУ ISO 13909-3, ДСТУ ISO 13909-4.

Копії міжнародних стандартів, на які є посилання в цьому стандарті, можна отримати в Головному фонді нормативних документів.

## ВСТУП

Для визначення точності можливі два різні підходи. За першим оцінюють очікувану точність, виходячи з існуючої схеми відбирання та готування проб, і якщо вона відрізняється від бажаної, уточнюють та змінюють схему. За другим підходом точність, досягнуту для окремої партії, оцінюють за одержаними для цієї партії результатами, використовуючи спеціальну схему відбирання та готування проб.

Математичні вирази, наведені в цьому стандарті, базуються на припущеннях про випадковий характер нерівномірності якісних показників палива в тій його кількості, від якої відбирають проби, і про нормальний розподіл результатів визначення цих показників. Ці припущення не є строго правильними. Хоча припущення про нормальний розподіл результатів вимірювання не строго виконується для деяких якісних показників палива, цей відхил несуттєво впливає на правильність математичних виразів для оцінювання точності, тому що застосовані статистики є не дуже чутливими до відхилів розподілу від нормального. Хоча, строго кажучи, границі ймовірності виявляються не завжди симетричними відносно середніх значень, проте для більшості практичних застосувань похибки оцінювання точності є незначними.

**Примітка.** У цьому тексті термін «паливо» використовують у випадках, що однаково стосуються вугілля та коксу, в інших випадках вжито терміни «вугілля» або «кокс».

**НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ**

---

**ВУГІЛЛЯ КАМ'ЯНЕ, АНТРАЦИТ ТА КОКС  
МЕХАНІЗОВАНЕ ВІДБИРАННЯ ПРОБ**

**Частина 7. Методи визначення точності відбору,  
підготовки та аналізу проб**

**УГОЛЬ КАМЕННЫЙ, АНТРАЦИТ И КОКС  
МЕХАНИЗИРОВАННЫЙ ОТБОР ПРОБ**

**Часть 7. Методы определения точности отбора,  
подготовки и анализа проб**

**HARD COAL AND COKE. MECHANICAL SAMPLING**

**Part 7. Methods for determining the precision of sampling,  
sample preparation and testing**

---

**Чинний від 2007–10–01**

**1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ**

У цьому стандарті наведені формули, що пов'язують змінні, сукупність яких визначає загальну точність відбирання проб. Описано методи оцінювання загальної точності та знаходження значень дисперсії первинних точкових проб, придатні для використання з метою модифікації схеми та корекції точності відбирання проб. Також описані методи перевіряння дисперсії готування та аналізування.

**2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ**

Наведені нижче нормативні документи містять положення, які через посилання в цьому тексті становлять положення цього стандарту. Для датованих посилань пізніші зміни до будь-якого з цих видань або перегляд їх не застосовують. Однак учасникам угод, базованих на цьому стандарті, необхідно визначити можливість застосування найновіших видань нормативних документів. Члени IEC та ISO впорядковують каталоги чинних міжнародних стандартів.

ISO 13909-1:2001 Hard coal and coke — Mechanical sampling — Part 1: General introduction

ISO 13909-2:2001 Hard coal and coke — Mechanical sampling — Part 2: Coal — Sampling from moving streams

ISO 13909-3:2001 Hard coal and coke — Mechanical sampling — Part 3: Coal — Sampling from stationary lots

ISO 13909-4:2001 Hard coal and coke — Mechanical sampling — Part 4: Coal — Preparation of test samples

ISO 13909-5:2001 Hard coal and coke — Mechanical sampling — Part 5: Coke — Sampling from moving streams

ISO 13909-6:2001 Hard coal and coke — Mechanical sampling — Part 6: Coke — Preparation of test samples

ISO 13909-8:2001 Hard coal and coke — Mechanical sampling — Part 8: Methods of testing for bias.

#### НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ

ISO 13909-1:2001 Вугілля кам'яне, антрацит та кокс. Механізоване відбирання проб. Частина 1. Загальний вступ

ISO 13909-2:2001 Вугілля кам'яне, антрацит та кокс. Механізоване відбирання проб. Частина 2. Вугілля. Відбирання проб з рухомих потоків

ISO 13909-3:2001 Вугілля кам'яне, антрацит та кокс. Механізоване відбирання проб. Частина 3. Вугілля. Відбирання проб з нерухомих партій

ISO 13909-4:2001 Вугілля кам'яне, антрацит та кокс. Механізоване відбирання проб. Частина 4. Вугілля. Готування проб до випробовування

ISO 13909-5:2001 Вугілля кам'яне, антрацит та кокс. Механізоване відбирання проб. Частина 5. Кокс. Відбирання проб з рухомих потоків

ISO 13909-6:2001 Вугілля кам'яне, антрацит та кокс. Механізоване відбирання проб. Частина 6. Кокс. Готування проб до випробовування

ISO 13909-8:2001 Вугілля кам'яне, антрацит та кокс. Механізоване відбирання проб. Частина 8. Методи визначання систематичної похибки.

### 3 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТЬ

У цьому стандарті вжито терміни та визначення понять, наведені в ISO 13909-1.

### 4 ЗАГАЛЬНІ ПОЛОЖЕННЯ

Під час розроблення схеми відбирання проб для досягнення потрібної точності результатів необхідно знати математичний зв'язок між характеристиками певного палива та відбирання проб і характеристиками точності. При цьому потрібно брати до уваги такі основні чинники, як нерівномірність якості первинних точкових проб, похибки готування та аналізування, кількість точкових та об'єднаних проб, що представляють партію, та масу проб. Формули, що описують цей зв'язок за безперервного та вибіркового відбирання проб, наведені в розділі 5. Методи оцінювання параметрів, використовувани у цих формулах, наведено в розділі 6.

Для розробленої і введеної до експлуатації системи перевіряють точність, яку досягнуто за звичайного відбирання проб. Для оцінювання точності використовують значення дисперсії первинних точкових проб  $V_I$ , кількості точкових проб  $n$ , субпартій  $u$  (див. розділ 5) і дисперсії готування та аналізування  $V_{PT}$ .

Дисперсія відбирання проб є функцією нерівномірності якості палива, тому для тієї самої кількості точкових проб, субпартій, тих самих похибок готування та аналізування точність буде різною для палив з різною нерівномірністю якості.

Залежно від ступеня кореляції серій та використаного методу оцінювання дисперсії первинних точкових проб, чисельні оцінювання точності можуть бути одержані з великим запасом (тобто можуть показати, нібито вона гірша, ніж є насправді). Крім того, для забезпечення змістовності результатів значення  $V_I$  та  $V_{PT}$  повинні бути визначені з відбирання, готування та аналізування великої кількості точкових проб (дублікатне відбирання).

Варіації показників якості, виражені як дисперсії первинних точкових проб, відібраних в існуючих системах, не є абсолютними, тому розробники повинні використовувати ці результати для різних випадків з обережністю. Значення дисперсії первинних точкових проб  $V_I$  повинно бути знайдено експериментально для кожного палива і розміщення пробовідбирання.

Якщо дисперсію точкових проб визначають за допомогою певної схеми відбирання проб, робочі умови дотримують якомога ближчими до тих, для яких будуть використовувати це значення дисперсії, незалежно від того, будуть його використовувати для цієї самої або для іншої системи відбирання проб.

Оцінювати фактично досягнуту точність можна відбиранням об'єднаної проби як сукупності частин та порівнянням результатів, знайдених для цих частин. Існує кілька варіантів цієї процедури залежно від:

- a) мети випробовування;
- b) практичних обмежень, пов'язаних з наявними методами відбирання проб та устаткуванням.

Для наявної системи відбирання проб метою оцінювання є перевіряння фактичного досягнення системою бажаної точності (див. розділ 7). Якщо бажану точність не досягнуто, система може потребувати модифікації та повторного перевіряння, аж поки досягнення не відбудеться. Для цього розробляють спеціальну схему перевіряння, яка може відрізнятись від звичайної, але за допомогою якої визначають точність звичайної схеми.

Для звичайних схем відбирання проб найбільш вірогідним підходом є дублікатне відбирання проб із субпартій. Однак у більшості з існуючих систем механізованого відбирання проб місткість окремих приладів та інтервал між точковими пробами за звичайною схемою не дають змогу відбирати додаткові точкові проби. У таких випадках дві дублікатні проби можуть бути складені зі звичайної кількості точкових проб, а в одержаному результаті враховують зменшену вдвоє кількість точкових проб у кожній пробі (див. 7.3).

Може виникнути необхідність визначити одержану точність під час відбирання проб з окремої партії (див. розділ 8). Тоді також потрібно розробити спеціальну схему перевіряння, але в цьому випадку точність, досягнута для цієї партії, стосується тільки цієї партії. Для визначання точності, досягнутої для окремої партії, найкращим є метод повторного відбирання проб.

Методи детального перевіряння похибок готування та аналізування наведені в розділі 9. Їх результати можуть також бути використані як вихідні дані для формул, наведених у розділі 5.

## 5 ФОРМУЛИ, ЩО ОПИСУЮТЬ ЧИННИКИ ВПЛИВУ НА ТОЧНІСТЬ

### 5.1 Загальні положення

Точність є мірою близькості результатів, одержаних під час повторювання вимірювань кілька разів за заданих умов, і вона є характеристикою застосованого методу. Чим менші випадкові похибки методу, тим метод точніший. Зазвичай використовують такий показник точності, як подвоєне стандартне відхилення сукупності значень (вибірки), і саме цей показник використовують у цьому стандарті.

#### Національна примітка

В Україні згідно з ДСТУ 2681 використовують термін «точність вимірювання» у значенні: «головна характеристика якості вимірювання, що відображає близькість результату вимірювання до істинного значення вимірюваної величини».

Як характеристики, що відображають близькість результатів вимірювання тієї самої величини, використовують збіжність (для вимірювання в однакових умовах) і відтворюваність (для вимірювання, виконаного в різних умовах). Застосований у цьому стандарті термін «точність» відповідає терміну «збіжність».

Якщо велику кількість повторних проб  $j$  відібрано з субпартії палива, підготовлено та проаналізовано окремо, точність одного вимірювання  $P$  оцінюють за формулою:

$$P = 2s = 2\sqrt{V_{\text{SPT}}}, \quad (1)$$

де  $s$  — стандартне відхилення для проби з вибірки;

$V_{\text{SPT}}$  — загальна дисперсія.

Загальна дисперсія  $V_{\text{SPT}}$  у формулі (1) є функцією дисперсії первинних точкових проб, кількості точкових проб та похибок готування та аналізування.

**Примітка.** Дисперсія первинних точкових проб складається з дисперсії відбирання та дисперсії, пов'язаної з нерівномірністю якості палива. Дисперсія, пов'язана з нерівномірністю якості палива, часто, хоча і не завжди, є найбільшим джерелом дисперсії пробовідбирання.

Для окремої проби цю залежність розраховують за формулою:

$$V_{\text{SPT}} = \frac{V_1}{n} + V_{\text{PT}}, \quad (2)$$

де  $V_1$  — дисперсія первинної точкової проби;

$V_{\text{PT}}$  — дисперсія готування та аналізування;

$n$  — кількість первинних точкових проб в об'єднаній пробі.

### 5.2 Безперервне відбирання проб

Якщо результатом є середнє арифметичне з кількох проб, одержаних поділом партії на ряд субпартій та відбиранням проби з кожної, формула (2) набуває такого вигляду:

$$V_{\text{SPT}} = \frac{V_1}{mn} + \frac{V_{\text{PT}}}{m}, \quad (3)$$

де  $m$  — кількість результатів по пробах, з яких одержано середнє значення.

Оскільки проба еквівалентна одному члену ряду повторних проб, з комбінації формул (1) та (3) випливає:

$$P = 2\sqrt{\frac{V_I}{mn} + \frac{V_{PT}}{m}}. \quad (4)$$

Формула (4) дає оцінку точності, очікуваної під час використання даної схеми відбирання проб даного палива, нерівномірність якості якого відома або може бути оцінена. Крім того, формула (4) дає змогу розробнику схеми відбирання проб для бажаної точності та для палива з відомою або оціненою нерівномірністю якості визначити кількість точкових та об'єднаних проб, найкращу з огляду на порівняльні характеристики пробовідбірних та лабораторного устаткування. Проте для останнього зручніше використовувати формули (5) або (6), які одержані перетворенням формули (4):

$$n = \frac{4V_I}{mP^2 - 4V_{PT}}; \quad (5)$$

$$m = \frac{4(V_I + nV_{PT})}{nP^2}. \quad (6)$$

**Примітка.** Результати, одержані для потоку твердих мінеральних палив, часто будуть серійно корельовані, що означає більшу близькість між собою якості суміжних частин і більшу відмінність якості віддалених частин палива. У такому разі оцінювання точності результату за окремою об'єднаною пробною, основане на дисперсії первинних точкових проб та дисперсії готування та аналізування, буде показувати точність гіршу, тобто подвоєне стандартне відхилення більше від фактичного значення. Вплив серійної кореляції може бути врахований під час застосування варіографічного методу визначання дисперсії, наведеного в додатку А.

### 5.3 Вибіркове відбирання проб

Хоча значення дисперсії первинних точкових проб вважають однаковими для всіх субпартій у партії, середні за субпартіями значення можуть відрізнитись. Якщо випробовують усі субпартії, це не є джерелом додаткової дисперсії. Однак, якщо випробовують лише деякі субпартії (тобто здійснюють вибіркове відбирання проб), до формули (3) долучають поправку на дисперсію субпартій, яка перетворює формулу таким чином:

$$V_{SPT} = \frac{V_I}{un} + \frac{V_{PT}}{u} + \left(1 - \frac{u}{m}\right)V_m, \quad (7)$$

де  $m$  — загальна кількість субпартій;

$u$  — кількість субпартій, від яких відібрано проби;

$V_m$  — дисперсія субпартій.

Член  $\left(1 - \frac{u}{m}\right)V_m$  відображає той факт, що у разі збільшення частки субпартій, від яких відібрано

проби, вплив дисперсії субпартій зменшується і повністю зникає за  $u = m$ .

Формула, еквівалентна формулі (4), може бути виведена комбінуванням формул (1) та (7), з неї за допомогою перетворень можна одержати формули, еквівалентні (5) та (6).

## 6 ВИЗНАЧАННЯ ДИСПЕРСІЇ ПЕРВИННИХ ТОЧКОВИХ ПРОБ

### 6.1 Пряме визначання для окремих первинних точкових проб

Пряме оцінювання дисперсії первинних точкових проб можна здійснити за допомогою схеми дублікатного відбирання проб з декількома ієрархічними рівнями, яка дає змогу визначити як загальну дисперсію, так і дисперсію готування та аналізування. Далі дисперсію первинних точкових проб можна оцінити як різницю загальної дисперсії і дисперсії готування та аналізування. Ряд первинних точкових проб відбирають систематично, і кожну або ділять на дві частини, або готують так, щоб на першій стадії ділення одержати дублікатні проби. Для проб з кожної частини готують та аналізують шукані характеристики якості тими самими методами, що прийняті за звичайної схеми. Для кожної пари знаходять середнє значення та різницю результатів.

Рекомендовано відбирати не менше ніж 50 точкових проб, розподілених по всій партії або навіть за кількома партіями палива того самого типу.



**Національна примітка**

Таку процедуру не можна розглядати як рекомендовану, оскільки вона практично нездійсненна з огляду на завелику кількість потрібних аналізів та на трудність виконання системної обробки кожної окремої частини точкових проб. Проте вона є повчальним наочним прикладом, а окремі її прийоми використовуватимуть у подальших, практично застосовних, процедурах 7—9.

Процедура полягає в наступному.

а) Розраховують дисперсію готування та аналізування  $V_{PT}$ :

$$V_{PT} = \frac{\sum d^2}{2n_p}, \quad (8)$$

де  $d$  — різниця між парними членами;

$n_p$  — кількість пар.

**Національна примітка**

Формулу (8) виведено із визначення дисперсії для значень  $x$  з пари  $x_1$  та  $x_2$ :

$$V_{PT(2)} = ((x_1 - (x_1 + x_2)/2)^2 + (x_2 - (x_1 + x_2)/2)^2) / (2 - 1) = 2 \cdot ((x_1 - x_2)/2)^2 = (x_1 - x_2)^2 / 2 = d^2 / 2.$$

Для  $n_p$  таких пар

$$V_{PT} = \frac{\sum d^2}{2n_p}.$$

Далі таку формулу буде застосовано для всіх випадків дублікатних проб. Це є найбільш зручним способом оцінювання дисперсії, оскільки він нечутливий до зміни середніх значень показників якості в парах дублікатних проб.

б) Розраховують дисперсію первинних точкових проб  $V_I$ :

$$V_I = \frac{\sum x^2 - \frac{1}{n_p} (\sum x)^2}{(n_p - 1)} - \frac{V_{PT}}{2}, \quad (9)$$

де  $x$  — середнє значення двох вимірювань для кожної точкової проби.

**Національна примітка**

У формулі (9) дисперсія  $V_{PT}$ , визначена за формулою (8) для одного окремого спостереження, для перетворення на дисперсію усереднених по парах значень ділиться на 2.

Альтернативний метод оцінювання дисперсії первинних точкових проб  $V_I$  такий:

$$V_I = \frac{\sum D^2}{2h} - \frac{V_{PT}}{2}, \quad (10)$$

де  $D$  — різниця між середніми значеннями послідовних пар;

$h$  — кількість послідовних пар.

Цей метод дає змогу уникати погіршених оцінок дисперсії відбирання проб за наявності серійної кореляції (див. примітку до 5.2), проте може бути використаний лише за умови, що інтервал відбирання первинних точкових проб перевищує або приблизно дорівнює тому, що застосовують за звичайного відбирання проб.

Найбільш вірогідним методом оброблення даних за наявності серійної кореляції є варіографічний метод, описаний у додатку А. Цей метод враховує як серійну кореляцію, так і вплив інтервалу відбирання проб, запобігаючи таким чином завищенню дисперсії відбирання проб та кількості первинних точкових проб, що пов'язані з цими чинниками.

**6.2 Визначення з використанням одержаної оцінки точності**

Дисперсія первинних точкових проб може бути розрахована з оцінки точності, одержаної або наведеним методом дублікатного відбирання проб (7.2), або наведеним методом повторного відбирання проб (розділ 8), за допомогою формули (11), яку виведено перетворенням членів формули (4).

$$V_I = \frac{mnP^2}{4} - nV_{PT}. \quad (11)$$

Далі, якщо необхідно, це значення використовують для уточнення схеми відбирання проб.

**Національна примітка**

На відміну від процедури, наведеної в 6.1, дану процедуру можна рекомендувати як найбільш практично застосовну для оцінювання  $V_1$ .

**7 МЕТОДИ ОЦІНЮВАННЯ ТОЧНОСТІ**

**7.1 Загальні положення**

Для всіх методів, наведених у цьому розділі, використовують такі символи та визначення:

$n_0$  — кількість точкових проб на субпартію для звичайної схеми;

$m_0$  — кількість субпартій у партії для звичайної схеми;

$P_0$  — бажана точність для звичайної схеми;

$P_W$  — найгірша (найвища за абсолютним значенням) дозволена точність.

В усіх випадках застосовують ті самі методи готування проб, як і в звичайній схемі.

**Національна примітка**

Ці методи використовують для оцінювання точності системи відбирання, готування та аналізування проб із сукупності субпартій (партій) за певний проміжок часу, при цьому приймають, що нерівномірність якості палива постійна і дорівнює тій, що є складовою загальної дисперсії за проміжок часу оцінювання точності. Їх перевагою є те, що вони передбачають складання об'єднаних проб звичайним способом, проте вони зазвичай не можуть бути застосовані для визначення нерівномірності якості палива в окремій субпартії (партії), а тільки для палива в середньому. За суттю та вихідними даними в прикладі розрахунку метод 7.2 еквівалентний наведеному в розділі 2 ГОСТ 27379, порівняльні переваги його такі:

— у даному методі досягнуту фактичну точність не посередньо порівнюють з бажаною, а оцінюють безпосередньо з використанням найбільш поширених статистик (див. [1]);

— результати оцінювання точності даними методами використовують для регулювання точності не за допомогою дискретної зміни кількості точкових проб в об'єднаній пробі з партії, а за допомогою розрахунку оптимального співвідношення між кількістю субпартій та кількістю точкових проб в об'єднаних пробах із субпартій (за формулою (13)).

**7.2 Дублікатне відбирання проб з подвоєною кількістю точкових проб**

З кожної субпартії відбирають подвоєну кількість точкових проб ( $2n_0$ ) і комбінують їх як дублікатні об'єднані проби (див. рисунок 1), по  $n_0$  точкових проб у кожній. За необхідності процес поширюють на кілька партій того самого палива, доки не набереться щонайменше десять пар дублікатних об'єднаних проб.

Обирають шуканий параметр палива, наприклад зольність для сухого стану вугілля або індекс механічної міцності МІКУМ  $M_{40}$  для коксу. За формулою (12) розраховують стандартний відхил цього параметра для дублікатних проб:

$$s = \frac{\sqrt{\sum d^2}}{\sqrt{2n_p}}, \tag{12}$$

де  $d$  — різниця параметра між дублікатними пробами;

$n_p$  — кількість пар досліджених дублікатних проб.

Типові результати для зольності вугілля наведені в таблиці 1.

Кількість пар  $n_p$  дорівнює 10. Тоді дисперсія зольності становить:

$$s^2 = \frac{\sum d^2}{2n_p} = 2,78 / 20 = 0,139,$$

а стандартний відхил

$$s = \sqrt{0,1390} = 0,373.$$

Точність результату для окремої субпартії:

$$P = 2s = 2 \cdot 0,373 = 0,75 \%$$

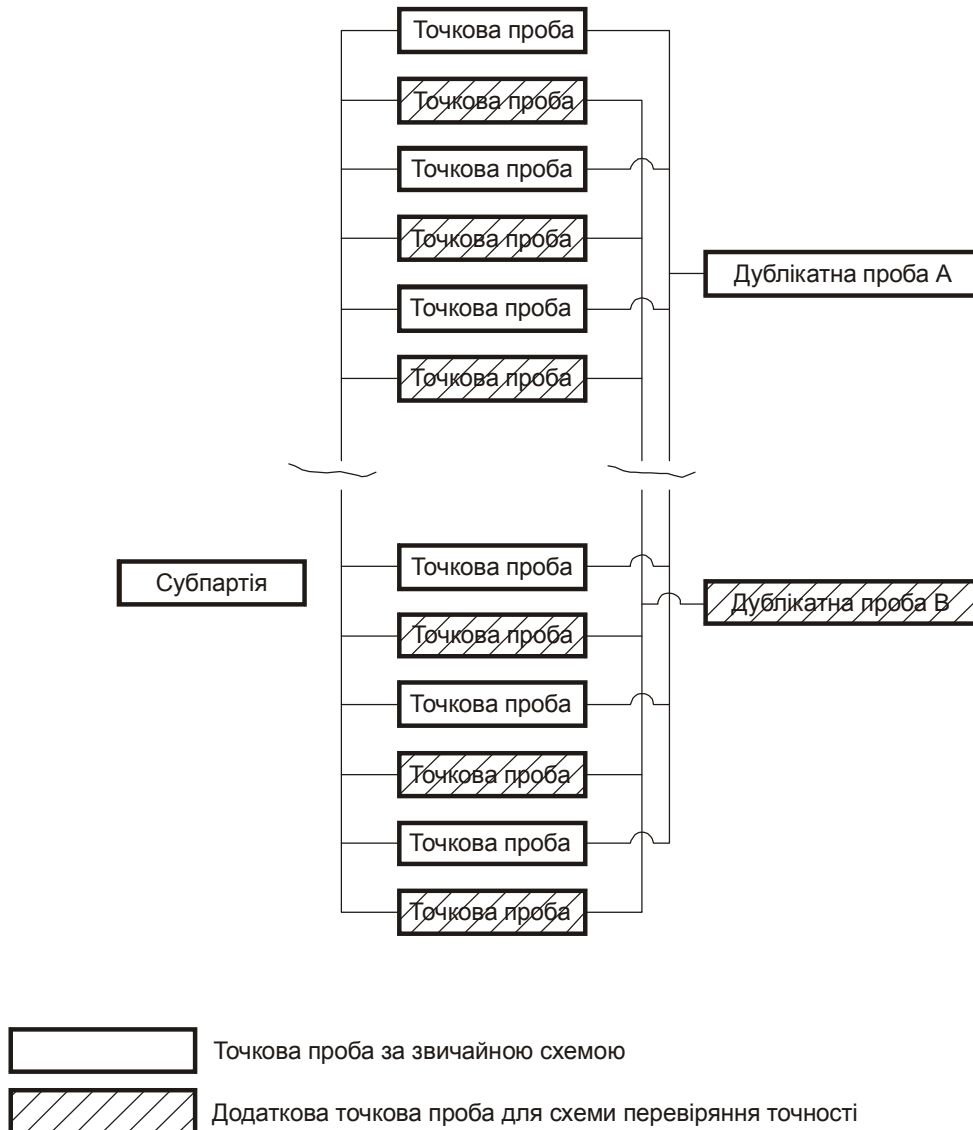


Рисунок 1 — Приклад плану дублікатного відбирання проб

Точність, досягнута для середнього значення зольності звичайної партії, з  $m$  субпартій якої відбирали проби, становить  $\frac{2s}{\sqrt{m}}$ . Наприклад, якщо  $m = 10$ , то

$$P = \frac{2(0,373)}{\sqrt{10}} = 0,2359\%.$$

Ці значення  $P$  розраховані за допомогою точкових оцінок стандартного відхилення, вони дають найкращу оцінку точності.

**Національна примітка**

Точкові оцінки стандартного відхилення, або значення вибіркового стандартного відхилення, одержані з кількісно обмежених вибірок [1] (див. також Національні примітки до додатка В ДСТУ ISO 13909-2), самі по собі є не точними, а випадковими величинами, міри точності яких визначають інтервальними оцінками.

Якщо стандартний відхил визначають за інтервальною оцінкою, тоді, на рівні довірчої ймовірності 95 %, точність міститиметься в інтервалі значень з верхньою та нижньою межами. Ці межі розраховують з точкових оцінок стандартного відхилення та коефіцієнтів, що залежать від кількості степенів вільності, яку використано під час розрахунку стандартного відхилення (див. таблицю 2).

**Національна примітка**

У загальному випадку під кількістю степенів вільності мають на увазі кількість спостережень мінус одиниця (див. [1]). Треба зауважити, що, як і у формулі (8), у формулі (12) зменшення знаменника на одиницю виконано для кожної пари.

**Таблиця 1** — Результати дублікатного відбирання проб за зольністю для сухого стану палива, %

№ пари проб	Зольність дублікатних проб, %		Різниця зольності між дублікатними пробами	
	A	B	$ A - B  = d$	$d^2$
1	11,1	10,5	0,6	0,36
2	12,4	11,9	0,5	0,25
3	12,2	12,5	0,3	0,09
4	10,6	10,3	0,3	0,09
5	11,6	12,5	0,9	0,81
6	11,8	12,0	0,2	0,04
7	11,8	12,2	0,4	0,16
8	10,8	10,0	0,8	0,64
9	7,9	8,2	0,3	0,09
10	10,8	10,3	0,5	0,25
Усього			2,78	

**Таблиця 2** — Коефіцієнти, які використовують для розрахунку довірчих інтервалів точності

$f$ — кількість досліджень	5	6	7	8	9	10	15	20	25	50
Нижня межа	0,62	0,64	0,66	0,68	0,69	0,70	0,74	0,77	0,78	0,84
Верхня межа	2,45	2,20	2,04	1,92	1,83	1,75	1,55	1,44	1,38	1,24

**Примітка.** Коефіцієнти, наведені в таблиці 2, одержані з оцінки  $s^2$  за квадратами різниць  $n$  пар досліджень. Оскільки в цьому випадку вже немає обмежень степенів вільності, ця оцінка, одержана через  $d^2$ , має  $n$  степенів вільності. Значення, наведені в таблиці 2, виведені з такої залежності:

$$\frac{ns^2}{\chi^2_{n,0,025}} < s^2 < \frac{ns^2}{\chi^2_{n,0,975}}$$

У таблиці наведено значення для  $\sqrt{\frac{n}{\chi^2}}$ , помножені на  $s$  для одержання меж довірчої ймовірності.

Наприклад, у вищенаведеному випадку партії з 10 субпартій:

верхня межа =  $1,75 \cdot (0,2359) = 0,41$  %;

нижня межа =  $0,70 \cdot (0,2359) = 0,17$  %,

де коефіцієнти одержані з таблиці 2, приймаючи  $f = n_p$ , тобто 10. Істинна точність міститься в межах (0,17 %—0,41 %) на рівні довірчої ймовірності 95 %.

**7.3 Дублікатне відбирання проб під час використання звичайної схеми відбирання**

Якщо умови роботи не дають змогу відбирати по  $2n_0$  точкових проб з кожної звичайної субпартії або якщо точність треба визначити за звичайного відбирання проб, тоді, забезпечуючи окреме зберігання точкових проб до складання з них об'єднаних, застосовують таку процедуру оцінювання точності.

З кожної субпартії відбирають звичайну кількість точкових проб  $n_0$  і складають з них дублікатні об'єднані проби, кожну з  $n_0/2$  точкових (див. рисунок 2). За необхідності процес поширюють на кілька партій того самого палива, доки не набереться щонайменше десять пар дублікатних об'єднаних проб. У цьому випадку точність, розрахована за 7.2, стосується  $n_0/2$  точкових проб. Щоб оцінити точність для субпартій, проби з яких складені з  $n_0$  точкових проб, розраховане значення точності ділять на  $\sqrt{2}$ .

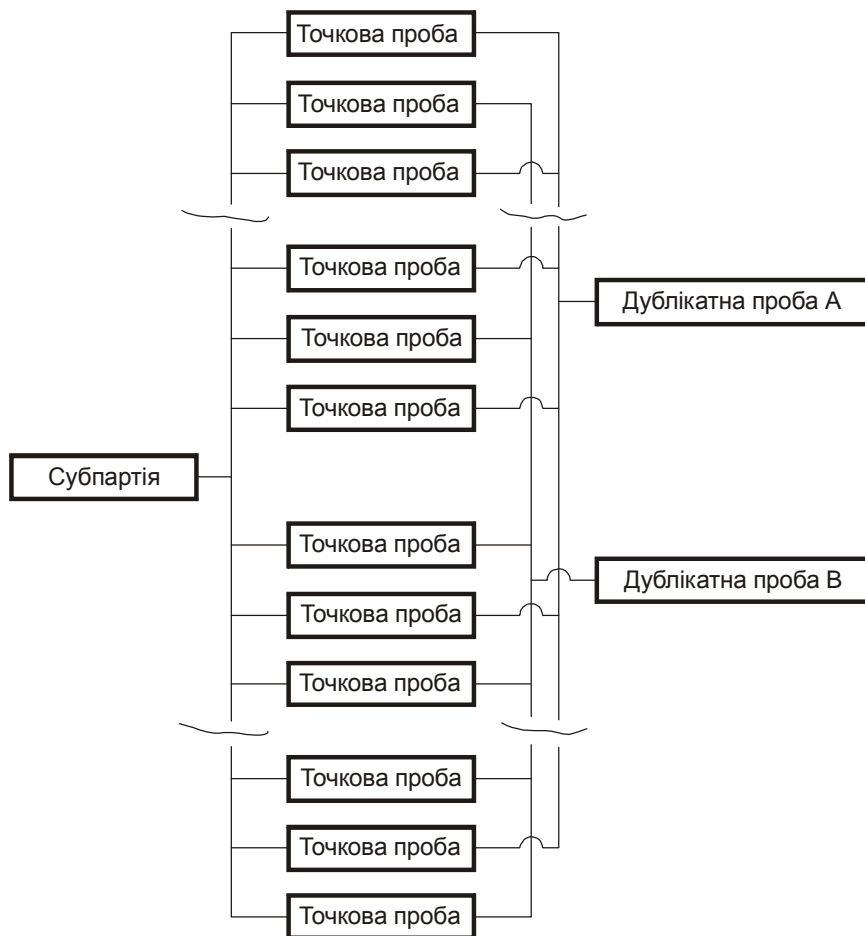


Рисунок 2 — Приклад схеми дублікатного відбирання проб без відбирання додаткових точкових проб

#### 7.4 Методи, альтернативні дублікатному відбиранню проб

Іноколи умови експлуатації систем відбирання проб не дають змогу формувати дублікатні проби з гарантованою відсутністю взаємопроникнення матеріалу із суміжних первинних точкових проб. У таких випадках застосовують інші методи. Приклад такого методу з використанням алгоритмів Грабса наведений у додатку В.

Цей метод базується на відбиранні трьох об'єднаних проб з кожної із щонайменше 30 субпартій палива. Одну пробу відбирають за звичайною схемою відбирання, а дві контрольних, взаємно незалежних, — відбиранням точкових проб з попередньо встановленими інтервалами методом зупиненої стрічки.

#### 7.5 Процедура регулювання точності

Якщо бажаний рівень точності  $P_0$  для даної партії міститься в межах довірчої ймовірності, нема підстав вважати, що цієї точності не досягнуто. Однак якщо інтервал довірчої ймовірності такий широкий, що охоплює як  $P_0$ , так і  $P_W$ , перевірку вважають непереконаливою і потребують додаткових даних. Результати комбінують з попередньо одержаними даними та виконують розрахунок за повною кількістю дублікатних проб.

**Примітка.** При цьому можна очікувати зменшення меж довірчої ймовірності, оскільки значення  $f$  у таблиці 2 збільшиться.

Цей процес може бути продовжений, допоки або  $P_W$  вийде за верхню межу довірчої ймовірності, або значення  $P_0$  знизиться за межу довірчої ймовірності. В останньому випадку може знадобитись регулювання точності.

**Примітка.** Якщо одержана точність відрізняється від бажаної, з'ясовують економічну доцільність внесення змін до системи та програми пробовідбирання, оскільки вартість внесення змін та повторної перевірки може виявитись більшою за потенційну вигоду від наближення точності до бажаної.

Перед внесенням змін до схеми відбирання проб перевіряють похибки готування та аналізування методами, описаними в розділі 9. Це дає можливість вирішити, використовуючи формули з 5.2, чи вносити зміни до схеми відбирання або до схеми готування проб.

Якщо вирішено розробляти нову схему пробовідбирання, спочатку розраховують дисперсію первинних точкових проб. Для цього використовують формулу (13), одержану з формули (4) за допомогою заміни  $n$  на  $n_0$ :

$$V_1 = \frac{mn_0P^2}{4} - n_0V_{PT}, \tag{13}$$

де  $P$  — експериментально визначена точність, причому  $P$  — не є  $P_0$ ;

$V_{PT}$  — значення дисперсії готування та аналізування, або первісне, або оцінене методами, наведеними в розділі 9.

Використовуючи нове значення дисперсії первинних точкових проб, розробляють нову схему згідно з вимогами ISO 13909-2, ISO 13909-3 чи ISO 13909-5, залежно від відбирання проб вугілля чи коксу, рухомого або нерухомого палива.

Після введення схеми в експлуатацію попередні результати відкидають та виконують нову перевірку точності, як описано вище, аж до досягнення прийнятної точності.

Починаючи з цього моменту, точність по кожній партії перевіряти не обов'язково, потрібні лише періодичні перевірки. Наприклад, можна перевіряти одну субпартію з п'яти або десять послідовних субпартій з використанням методу 7.2, або те саме, використовуючи метод 7.3.

Коли накопичують десять пар результатів, їх оброблюють, як описано в 7.2, не враховуючи проміжні проби, які не відбирали як дублікатні.

## 8 РОЗРАХУНОК ТОЧНОСТІ

### 8.1 Повторне відбирання проб

Обирають шуканий параметр палива, наприклад зольність для сухого стану, і встановлюють схему відбирання проб для одержання потрібної точності згідно з вимогами ISO 13909-2, ISO 13909-3 чи ISO 13909-5 залежно від відбирання проб вугілля чи коксу, рухомого або нерухомого палива.

Замість складання об'єднаної проби з кожної субпартії, з усієї кількості точкових проб ( $n \cdot m$ ) складають повторні проби. Кількість повторних проб  $j$  повинна бути не меншою, ніж кількість субпартій  $m$ , використана у розрахунку (див. відповідний стандарт ISO 13909), і не меншою ніж 10.

Якщо є 10 таких проб, а контейнери для них позначені А, В, С, D ... J, послідовні точкові проби розміщують у банках у порядку: А, В, С, D, Е, F, G, H, I, J, А, В, С, D, ... .

Нижче наведений типовий розрахунок для вугілля з використанням даних таблиці 3.

Кількість повторних проб  $j = 10$ .

Середній результат  $165/10 = 16,5 \%$ .

**Таблиця 3** — Результати відбирання проб окремої партії з визначанням зольності для сухого стану

№ проби	Значення зольності, %	(Значення зольності, %)²
A	15,3	234,09
D	17,1	292,41
C	16,5	272,25
D	17,2	295,84
E	15,8	249,64
F	16,4	268,96
G	15,7	246,49
H	16,3	265,69
I	18,0	324,00
J	16,7	278,89
Усього	165,0	2728,26

Стандартний відхил  $s$  для однієї проби з вибірки становить:

$$s = \sqrt{\frac{\sum x_i^2 - \frac{(\sum x_i)^2}{n}}{n-1}};$$

$$s = \sqrt{\frac{2728,26 - \frac{165^2}{10}}{9}} = 0,800.$$

Найкраща оцінка точності  $P$ , досягнута для партії, становить:

$$P = \frac{2s}{\sqrt{j}}, \quad (14)$$

тобто

$$P = \frac{2(0,800)}{\sqrt{10}} = 0,506 \%$$

Використовуючи таблицю 2, можна бачити, що істинна точність попадає в проміжок між 0,35 % та 0,89 % за рівня довірчої ймовірності 95 %. Проте слід зазначити, що процедура, наведена в цьому підпункті, схильна до завищення дисперсії в тій мірі, в якій вона містить складові готування та аналізування.

## 8.2 Звичайна схема відбирання проб

Якщо бажано розробити звичайну схему відбирання проб на підставі результатів процедури, описаної в 8.1, для оцінювання значення дисперсії точкових проб у формулу (13) підставляють одержану оцінку точності, кількість точкових проб на об'єднану пробу та кількість повторних об'єднаних проб. Далі розробляють звичайну схему відбирання проб згідно з процедурами, описаними в ISO 13909-2, ISO 13909-3 чи ISO 13909-5.

### Національна примітка

Ці методи використовують для оцінювання точності відбирання, готування та аналізування проб з однієї партії. Їх перевагою є те, що вони містять складову нерівномірності якості, фактичну для даної партії, проте вони передбачають особливу процедуру складання об'єднаних проб. За суттю та вихідними даними в прикладі розрахунку описаний метод, еквівалентний наведеному в розділі 1 ГОСТ 27379, переваги ж його такі:

- у даному методі не діапазон граничних значень (розмах) [1] порівнюють з довірчим інтервалом бажаної точності, а оцінюють безпосередньо досягнуту фактичну точність з використанням найбільш поширених статистик;
- мінімальну кількість об'єднаних проб у даному методі встановлено 10, а не 6, що значно покращує точність і звуужує інтервал довірчої ймовірності одержаного значення точності;
- результати оцінювання точності даними методами використовують для регулювання точності не за допомогою дискретної зміни кількості точкових проб в об'єднаній пробі з партії, а за допомогою розрахунку оптимального співвідношення між кількістю субпартій та кількістю точкових проб в об'єднаних пробах із субпартій (за формулою (13)).

Слід зауважити, що використання одержаного значення точності для розроблення схеми пробовідбирання має найбільший сенс для партій такого самого палива, інакше треба приймати, що дисперсія первинних точкових проб  $V_i$  є такою самою для всіх інших партій, що загалом не є очевидним. Тому для більшої обґрунтованості розробки схеми, особливо у випадку надходження вугілля від різних постачальників і/або різних класів крупності, можна рекомендувати використовувати усереднене значення точності, одержане даним методом з різних партій.

## 9 МЕТОДИ ПЕРЕВІРЯННЯ ПОХИБОК ГОТУВАННЯ ТА АНАЛІЗУВАННЯ ПРОБ

### 9.1 Загальні положення

У цьому пункті описано методи перевіряння точності готування та аналізування, розроблені для оцінювання дисперсії випадкових похибок, що виникають на різних стадіях процесу. Похибки чисельно виражені як дисперсії. Відсутність систематичної похибки, пов'язаної із забрудненням або втратами під час готування проб, необхідно засвідчити окремою перевіркою (див. ISO 13909-8).

Як описано в ISO 13909-4, готування проб для загального аналізування вугілля звичайно проводять щонайменше у дві стадії, кожна з яких охоплює подрібнення, можливо перемішування,

а також поділу проби на 2 частини, одну з яких залишають, а інша іде у відходи. Усі похибки виникають під час поділу, виділення кінцевої порції 1 г розміром 212 мкм, а також під час аналізування. Найважливішими чинниками похибок є розподіл частинок проб за розміром перед поділом та маси, що залишились після поділу.

Готування проб коксу звичайно проводять в іншу кількість стадій, але для нього придатні ті самі основні принципи перевіряння похибок.

Для зручності далі йдеться тільки про визначання зольності вугілля. Якщо дисперсія задовільна для зольності, те саме звичайно справедливо для інших характеристик, які визначають елементним та технічним аналізуванням, крім, можливо, похибок визначання загальної вологи та теплоти згоряння, які потребують окремої перевірки. Якщо бажано, можна перевірити всі характеристики.

**Національна примітка**

Під технічним аналізуванням маємо на увазі визначання вологи, зольності та виходу летких речовин.  
Під елементним аналізуванням маємо на увазі визначання вмісту вуглецю, водню, азоту, кисню за різницею та сірки.

Описані методи перевіряння загальних похибок готування та аналізування, а також похибок, що виникають на окремих стадіях.

Ці методи початково були розроблені для ручного та позасистемного механізованого готування. Якщо готують проби як інтегровану частину системи відбирання та готування проб, визначити похибки для окремих процедур може бути практично неможливим, окрім таких штучних методів, як повторне пропускання відходів через систему, що є абсолютно непередставним для звичайної експлуатації. Тому дисперсії інтегрованих стадій готування сполучаються разом з дисперсіями первинних точкових проб і так само разом визначаються.

**9.2 Потрібне значення дисперсії готування та аналізування проб**

**9.2.1 Загальні положення**

Загальну дисперсію готування та аналізування  $V_{PT}$ , визначену за процедурою, описаною в 9.3, оцінюють відносно попередньо заданого потрібного значення  $V_{PT}^0$ . Це потрібне значення звичайно встановлює сторона (організація, підрозділ), відповідальна за готування проб.

Індивідуальні складові похибок стадій поділу встановлюють окремо прямим методом. Вони можуть бути розраховані або відносно заданих значень, або як частка загальної дисперсії.

**Примітка.** Для грубої орієнтації вважають, що дисперсія стадії поділу перевищує дисперсію аналізування приблизно вдвічі, тому, наприклад, для готування проб у три стадії та аналізування у загальній дисперсії складові заданих значень дисперсії двох стадій та аналізування відносяться як 2:2:1.

Потрібне значення дисперсії кінцевого аналізування можна визначити за стандартом відповідного аналізування з формули:

$$V_T^0 = \frac{r^2}{8}, \quad (15)$$

де  $V_T^0$  — задане значення дисперсії виділення кінцевої проби та її аналізування;  
 $r$  — межа збіжності аналітичного методу.

Похибки поділу для вологи можуть бути закономірно більшими, ніж для зольності, у зв'язку з необхідністю уникнення надмірного обробляння проб, яке може призвести до систематичної похибки. Проте ці похибки можуть бути прийнятними, якщо загальну точність можна досягти за рахунок нижчих дисперсій первинних точкових проб, звичайно характерних для вологи.

**Національна примітка**

У розділі 5 ГОСТ 27379 встановлено, що дисперсія готування та аналізування не повинна перевищувати  $0,05 P^2$ , де  $P$  — базова точність, при цьому складові двох стадій поділу та кінцевого аналізування мають становити відповідно  $0,02 P^2$ ,  $0,02 P^2$  та  $0,01 P^2$ . Хоча співвідношення дисперсій стадій поділу та кінцевого аналізування за цим стандартом співпадає із встановленим у ГОСТ 27379, цей стандарт не встановлює загальну дисперсію готування та аналізування  $V_{PT}^0$  як частку бажаної точності.

Проте це не означає протиріч між цим стандартом та ГОСТ 27379. Справді, якщо за цим стандартом прийняти початкові значення для незбагаченого палива  $V_I = 26$ ,  $V_{PT} = 0,2$ , кількість точкових проб  $n = 32$ , базову похибку випробовування (відбирання, готування і аналізування проб)  $P = 2\%$  (див. національну примітку до п. 4.4.4 ДСТУ ISO 13909-2), одержимо співвідношення  $V_{PT} = 0,05 P^2$ . З іншого боку, згідно з ГОСТ 11022-95 (ISO 1171-81), межа збіжності аналізування зольності становить  $2\%$  від її середнього значення, тобто від  $0,56\%$  до  $0,6\%$  за середньої зольності на сухий стан від  $28\%$  до  $30\%$ . Підстановка цього значення у формулу (15) призводить до значення  $V_T^0$  приблизно  $0,04$ , тобто  $0,01 P^2$ .

Відмінність цього стандарту від ГОСТ 27379 та ДСТУ 4096, що має бути застосований спільно з останнім, полягає в тому, що цей стандарт взагалі не встановлює потрібну загальну точність (див. примітку до п. 4.4.1 ДСТУ ISO 13909-2), а визна-



чає методи досягнення потрібної точності, зокрема кращої за базову похибку випробовування згідно з ДСТУ 4096, за рахунок поділу партії на субпартії, оптимізації кількості точкових проб на кожному об'єднану, визначення фактичного значення дисперсії первинних точкових проб тощо. За цих умов складова потрібного значення загальної дисперсії  $V_{PT}^0$  може відрізнитись від  $0,05 P^2$ .

### 9.2.2 Позасистемне готування

Методи готування проб, рекомендовані для вугілля в ISO 13909-4, використовуючи встановлені маси, здатні досягти дисперсії готування та аналізування за зольністю 0,2 або менше. Для багатьох типів вугілля можна досягти значно менших дисперсій, особливо використовуючи механізовані дільники, які відбирають кількість порцій значно більше за мінімальну. Подібне стосується і методів готування коксу, описаних в ISO 13909-6. Тому, якщо можливо, з огляду на досвід роботи з подібним вугіллям на подібному устаткуванні, встановлюють більш жорсткі потрібні значення загальної дисперсії.

Менші похибки готування зменшують кількість проб, які потрібно відібрати та проаналізувати.

Найгірше значення дисперсії окремої стадії поділу (для вугілля 0,08) треба розглядати як максимум, який можна поліпшити застосуванням механізованого поділу.

### 9.2.3 Системне готування

Якщо деякі елементи процедури готування проб виконують у системі, інтегрованій з первинним пробовідбірником, притаманні їм похибки поєднують з дисперсією первинних точкових проб  $V_I$ . У таких випадках можна очікувати, що решта значення  $V_{PT}$  буде меншим, ніж для повністю поза-системного готування проб.

#### Національна примітка

З даного положення випливає, що, з урахуванням великої маси первинних точкових проб вугілля з максимальним розміром більше ніж 6 (13) мм (див., наприклад, таблицю 1 ISO 13909-4), в усіх описаних раніше методах дисперсія першого подрібнення та поділу для вугілля крупних класів та рядового, яке згідно з ДСТУ 4096 готується у три стадії (складання об'єднаних проб з подрібнених та поділених точкових), поєднана з дисперсією первинних точкових проб. Щодо вугілля дрібних класів, яке готується у дві стадії (складання об'єднаної проби з первинних точкових), це не так. Тому під час регулювання точності існуючої або розроблення нової схеми відбирання формули (11), (13) слід застосовувати з обережністю, кожного разу беручи до уваги, для якого класу крупності палива виконувалось визначення загальної точності, для якого — точності готування та аналізування, і для якого регулюють або розроблюють схему. Найбільш правильним є, коли три зазначені процедури виконують для того самого класу крупності.

Рекомендовано встановлювати реалістичні потрібні значення загальної дисперсії готування та аналізування, виходячи з відповідного досвіду. Однак, як найгірше потрібне значення, використовують сукупність найгірших дисперсій окремих стадій поділу плюс похибка відповідного аналізування (див. 9.2.1).

### 9.3 Перевіряння процедури в цілому

На першому кроці перевіряють, чи загальна дисперсія готування та аналізування не перевершує встановленого потрібного значення  $V_{PT}^0$  (див. 9.2). Метод забезпечує перевіряння статистичної значущості різниці між одержаним та потрібним значеннями.

Це роблять відбиранням дублікатних проб під час першого поділу проби, які в подальшому обробляють окремо з одержанням двох аналітичних проб (див. рисунок 3). Ці дві проби забезпечують вільну від систематичної похибки оцінку дисперсії готування та аналізування. У такий спосіб готують десять пар аналітичних проб.

Якщо  $u$  — середнє абсолютних значень (модулів) різниць між десятьма парами результатів, то значення  $0,8862 u$  повинне перебувати в межах між  $0,7\sqrt{V_{PT}^0}$  та  $1,75\sqrt{V_{PT}^0}$  (див. таблицю 2).

**Примітка.** Коефіцієнт  $0,8862$  виведений з виразу для переведення середнього значення різниць між парами у стандартний відхил.

Якщо стандартні відхилення двох послідовних рядів з десяти дублікатних проб попадають між цими верхньою та нижньою межами, процедуру можна вважати задовільною.

Якщо стандартний відхил є меншим ніж  $0,7\sqrt{V_{PT}^0}$ , то дисперсія низька, але регулювання не потрібне, оскільки завжди бажано мати якнайнижчу дисперсію.

Якщо стандартний відхил є більшим ніж  $1,75\sqrt{V_{PT}^0}$ , то дисперсія завелика, і можливо, що на певних стадіях процесу готування проб залишаються недостатньо великі маси. Тому дисперсію похибок, що виникають на кожній стадії, оцінюють згідно з 9.4, і це показує, за якими стадіями необхідно покращити процедуру готування.

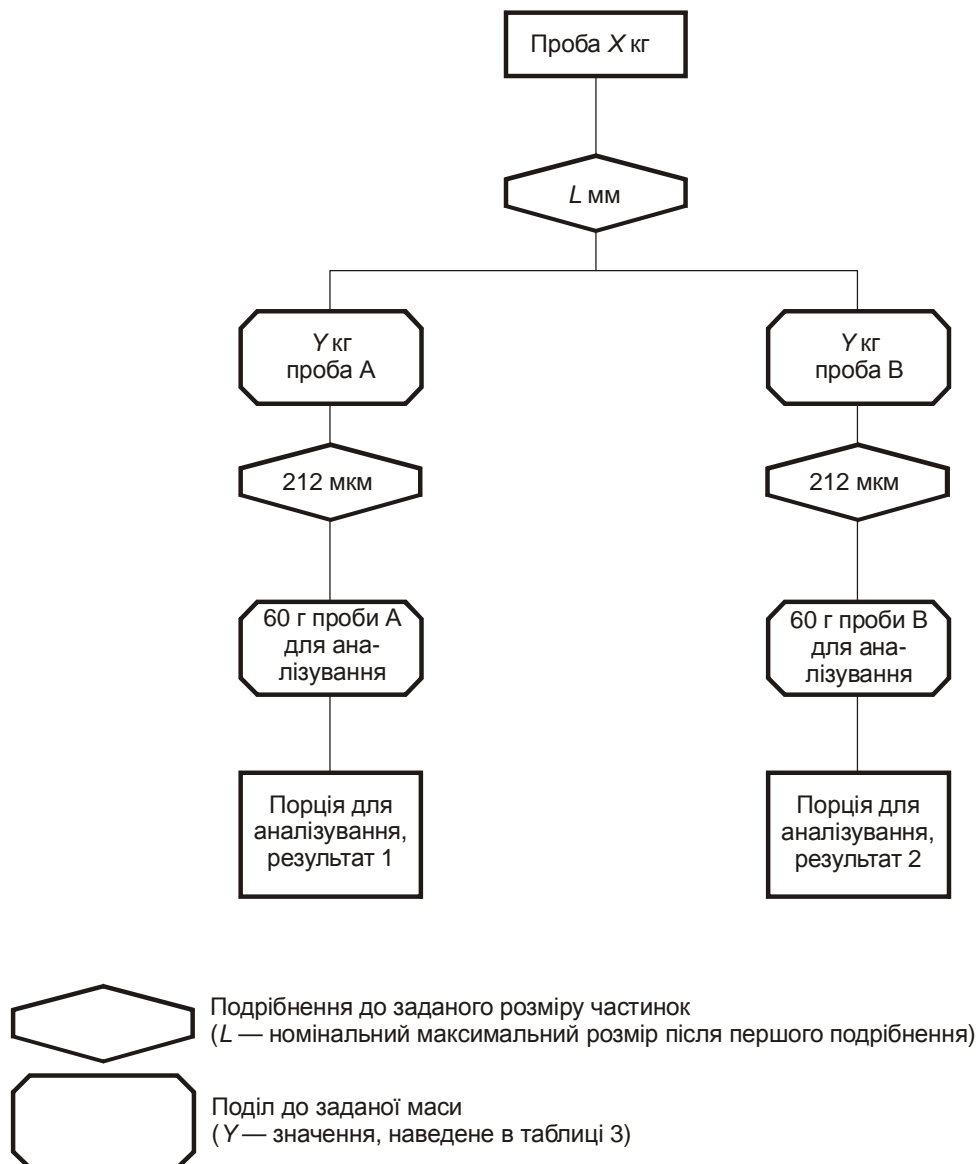


Рисунок 3 — Перевіряння готування проби в цілому

**Національна примітка**

Даний метод перевіряння процедури в цілому, а також приклад розрахунку (див. 9.6) за суттю та за тлумаченням результатів (якщо прийняти  $V_{PT}^0 = 0,05 P^2$ ) еквівалентний наведеному в розділі 5 ГОСТ 27379. Відмінність полягає лише в тому, що в даному методі одержаний стандартний відхил порівнюють з довірчим інтервалом  $V_{PT}^0$ , де  $V_{PT}^0$  задано прямо, а не як задана складова потрібної точності.

**9.4 Перевіряння окремих стадій**

**9.4.1 Загальні положення**

Звичайно використовують дві процедури:

- а) процедуру 1 (див. 9.4.2), якщо аналізування недороге порівняно з вартістю відбирання проб;
- б) процедуру 2 (див. 9.4.3), яка трохи менш точна, проте потребує меншої кількості аналізувань.

За принципами, викладеними відповідно до 9.4.2.2 або в 9.4.2.3, звичайно можна перевіряти схеми, що охоплюють більше двох стадій поділу.

Наприклад, похибки, що виникають у трьохстадійній схемі готування, можна розділити так:

- а) похибки відбирання порцій  $Y$  кг з  $X$  кг = дисперсія  $V_1$ ;
- б) похибки відбирання порцій 60 г з  $Y$  кг = дисперсія  $V_2$ ;
- с) аналітичні похибки, включаючи похибку відбирання 1 г з банки палива, подрібненого до 212 мкм = дисперсія  $V_T$ .

Загальну дисперсію процедури  $V$  визначають за формулою:

$$V = V_1 + V_2 + V_T. \quad (16)$$

Якщо дублікатні проби виділяють на проміжній стадії, то загальну дисперсію цих проб складають із суми похибок цієї та подальших стадій, наприклад, якщо під час трьохстадійної процедури дублікатні проби відібрані на другій стадії, то їх дисперсія дорівнює  $V_2 + V_T$ .

Для розділення складових загальної дисперсії відбирають дублікатні проби на кожній стадії, розраховують загальну дисперсію на кожній стадії, і далі, йдучи в зворотному від стадії аналізування напрямку, розділяють дисперсії окремих стадій.

Такі самі процедури використовують під час визначання похибок на різних стадіях під час встановлювання нового устаткування або під час введення нового типу процедури. Особливої уваги потребує пояснення результатів, особливо під час визначання похибок на кожній стадії поділу.

#### 9.4.2 Процедура 1 (за Р. К. Томлінсоном [1])

##### 9.4.2.1 Метод

На першій стадії відбирають дві проби А та В (див. рисунок 4), кожна масою  $Y$  кг, як описано в 9.5, решту матеріалу відкидають. Пробу В далі готують звичайним способом до проби для загального аналізування.

З проби А на другій стадії поділу відбирають дві проби, по 60 г кожна, які являють собою проби для загального аналізування.

Ці три аналітичні проби (дві з А, одна з В) для зручності позначають  $A_1$ ,  $A_2$  та В, і за кожною з них виконують дублікатне визначання характеристики, наприклад зольності.

Таким чином обробляють 10 проб, одержавши при цьому 10 рядів по 6 результатів.

##### Національна примітка

Даний метод перевіряння процедури в цілому, а також приклад розрахунку (див. 9.6) за суттю та за тлумаченням результатів еквівалентний наведеному в розділі 5 ГОСТ 27379.

##### 9.4.2.2 Розрахунок дисперсії окремих стадій

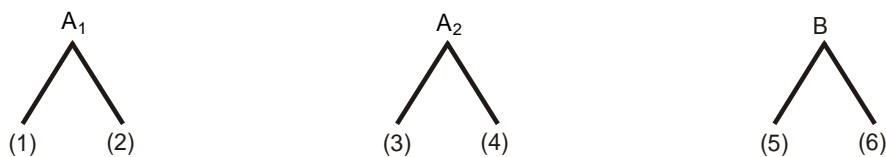
Дисперсії дублікатних проб, розділені за стадіями готування, тобто 1-ї стадії  $V_Z$ , 2-ї стадії  $V_Y$  та 3-ї стадії  $V_X$ , розраховують за загальною формулою:

$$V = \frac{\sum d^2}{2n_p}, \quad (17)$$

де  $d$  — різниця параметра між дублікатними пробами;

$n_p$  — кількість пар дублікатних проб.

Для кожної з 10 проб існує 6 результатів, позначених символами від (1) до (6):



а) Для кожної аналітичної проби розраховують різницю значень дублікатних пар. Ці різниці позначають  $x$  і розраховують:

$$V_x = \frac{\sum x^2}{60}.$$

б) Для кожної проби А розраховують різницю між  $A_1$  та  $A_2$ , тобто

$$\frac{(1)+(2)}{2} - \frac{(3)+(4)}{2}.$$

Ці різниці позначають  $y$  і розраховують:

$$V_y = \frac{\sum y^2}{20}.$$

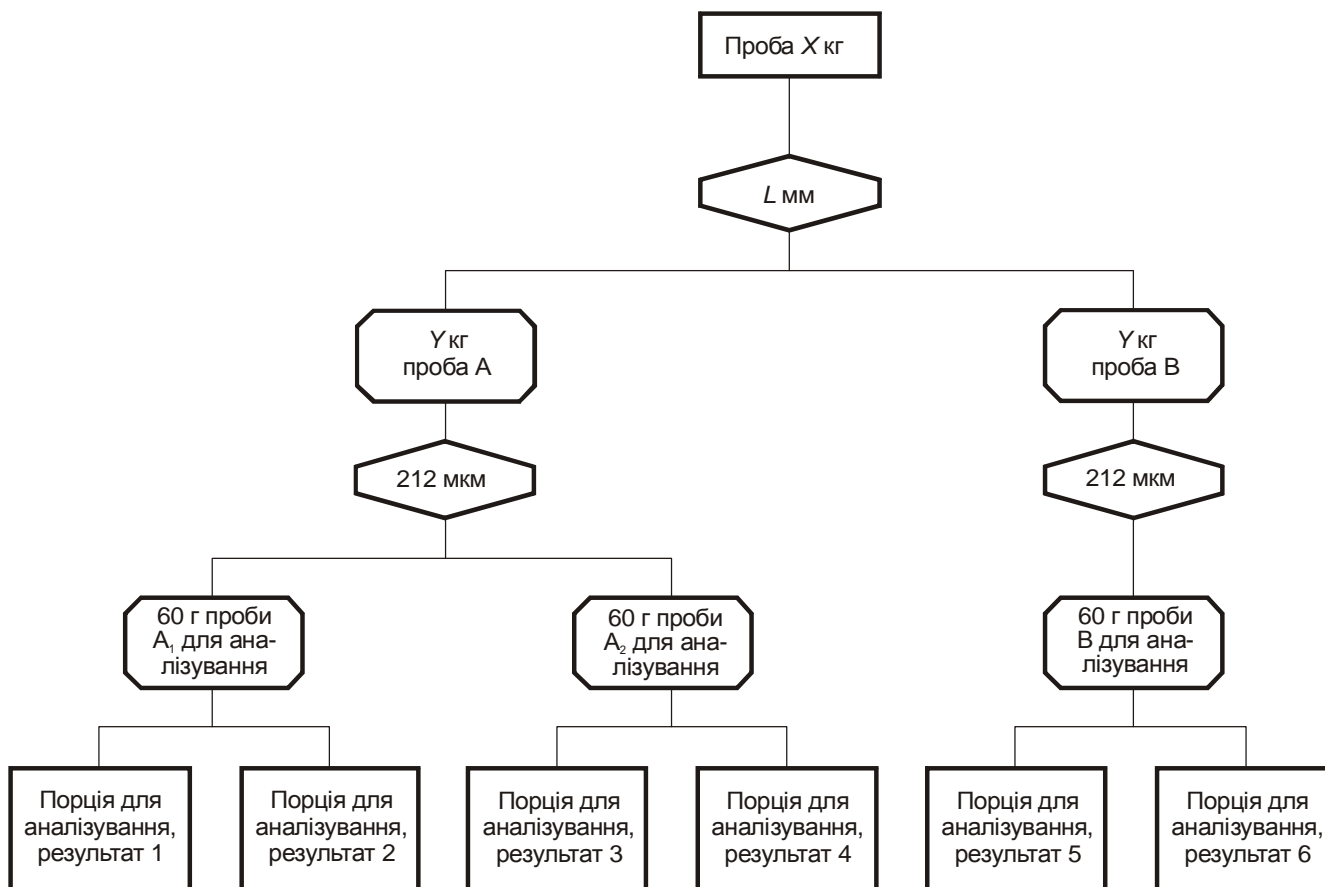


Рисунок 4 — Детальне перевіряння готування проб. Процедура 1

с) Розраховують різницю між кожною пробою A та B, тобто

$$\frac{(1)+(2)+(3)+(4)}{4} - \frac{(5)+(6)}{2}$$

Ці різниці позначають  $z$  і розраховують:

$$V_z = \frac{\sum z^2}{20}$$

**9.4.2.3 Розрахунок сукупної дисперсії для кожної стадії**

Розраховують дисперсії стадій  $V_1$ ,  $V_2$  та  $V_T$ , починаючи з третьої стадії, стадії аналізування, при цьому враховують, що на 2-й та 1-й стадіях дублікатні результати є середнім з кількох визначань, тому їх загальна дисперсія охоплює складові з пізніших стадій.

а) 3-я стадія

Оскільки інші похибки відсутні,  $V_T = V_x$ .

б) 2-а стадія

Оскільки результати, що порівнюють, є середніми з двох аналізувань, складова 3-ї стадії становить  $V_T/2$ .

$$V_y = V_2 + \frac{V_T}{2}$$

тому

$$V_2 = V_y - \frac{V_x}{2}$$

с) 1-а стадія

Для проби А результати є середнім значенням чотирьох аналізів, тому складова 3-ї стадії становить  $V_T/4$ . На 2-й стадії пробу для аналізування поділено на дві, тому складова другої стадії становить  $V_2/2$ .

Дисперсія для проби А становить  $V_1 + \frac{V_2}{2} + \frac{V_T}{4}$ .

Для проби В результати є середнім значенням двох аналізів, тому складова 3-ї стадії становить  $V_T/2$ . Пробу для аналізування не поділено, тому складова 2-ї стадії становить  $V_2$ .

Дисперсія для проби В становить  $V_1 + V_2 + \frac{V_T}{2}$ .

Усреднивши дисперсії двох проб А та В як  $(A + B)/2$ , одержують:

$$V_z = \frac{\left( V_1 + \frac{V_2}{2} + \frac{V_T}{4} + V_1 + V_2 + \frac{V_T}{2} \right)}{2} = V_1 + \frac{3}{4}V_2 + \frac{3}{8}V_T = V_1 + \frac{3}{4}V_y.$$

Звідси

$$V_1 = V_z - \frac{3}{4}V_y.$$

Існує можливість того, що завдяки похибкам визначання внаслідок обмеженої кількості результатів один із шуканих параметрів виявиться від'ємним. У цьому разі для подальшого розгляду від'ємні значення прирівнюють до нуля.

### 9.4.3 Процедура 2

#### 9.4.3.1 Метод

Якщо аналізування дороге порівняно з вартістю відбирання, можна розглянути другу процедуру, яка трохи менш точна, проте потребує меншої кількості аналізів. Метод проілюстровано на рисунку 5. Процедура така сама, як описано в 9.4.2.1, крім того, що тільки пробу  $A_1$  аналізують за дублікатами. Готують десять проб, одержавши при цьому 10 рядів по 4 результати.

#### 9.4.3.2 Розрахунок дисперсії окремих стадій

Дисперсії за кожною стадією розраховують так.

а) Розраховують різниці між дублікатними аналізуваннями, тобто (1) — (2).

Ці різниці позначають  $x$  і розраховують:

$$V_x = \frac{\sum x^2}{20}.$$

б) Розраховують різниці між пробами  $A_1$  та  $A_2$ , тобто

$$\frac{(1)+(2)}{2} - (3).$$

Ці різниці позначають  $y$  і розраховують:

$$V_y = \frac{\sum y^2}{20}.$$

с) Розраховують різниці між А та В, тобто

$$\frac{(1)+(2)}{2} + (3) - (4).$$

Ці різниці позначають  $z$  і розраховують:

$$V_z = \frac{\sum z^2}{20}.$$

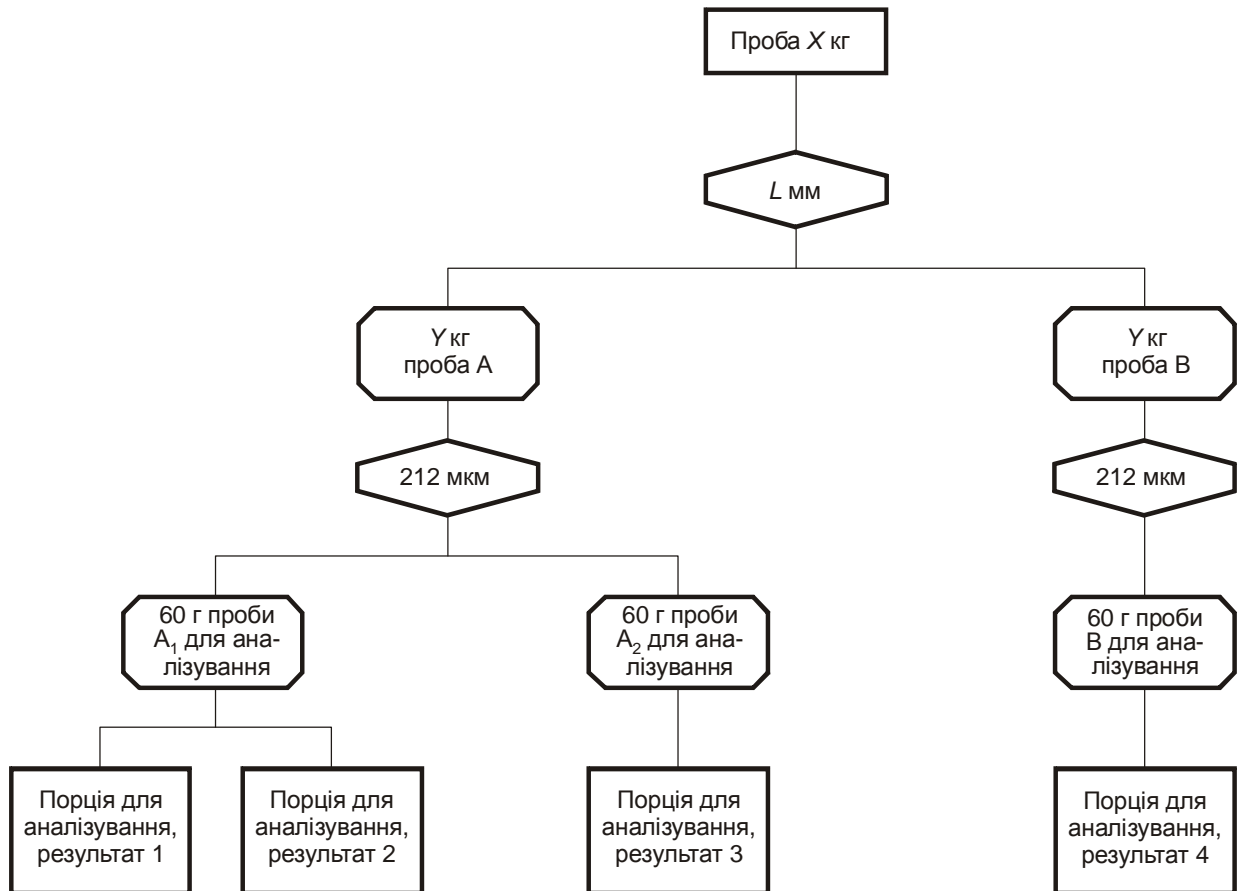


Рисунок 5 — Детальне перевіряння готування проб. Процедура 2

**9.4.3.3 Розрахунок сукупної дисперсії для кожної стадії**

Сукупні дисперсії стадій обчислюють так.

а) 3-я стадія

$$V_T = V_X.$$

б) 2-а стадія

Для  $A_1$  результат одержано з двох аналізувань, тому складова 3-ї стадії становить  $V_T/2$ .

Для  $A_2$  виконують одне аналізування, тому складова 3-ї стадії становить  $V_T$ . Сполучення їх дає:

$$\frac{\frac{V_T}{2} + V_T}{2} = \frac{3V_T}{4}.$$

Оскільки

$$V_y = V_2 + \frac{3V_T}{4} \text{ та } V_T = V_X,$$

тому

$$V_2 = V_y - \frac{3V_X}{4}.$$

в) 1-а стадія

Для проби А результат є середнім з двох проб,  $A_1$  та  $A_2$ . Тому складова 2-ї та 3-ї стадій становить:

$$\frac{V_2 + \frac{3V_T}{4}}{2} = \frac{V_2}{2} + \frac{3V_T}{8}.$$

Для проби В існує лише один результат, тому складова 2-ї та 3-ї стадій становить:

$$V_2 + V_T.$$

Скомбінувавши ці два значення та додавши  $V_1$ , одержують:

$$V_z = V_1 + \frac{\left(\frac{V_2}{2} + \frac{3V_T}{8}\right) + (V_2 + V_T)}{2} = V_1 + \frac{3\left(V_y - \frac{3V_x}{4}\right)}{4} + \frac{11V_T}{16} = V_1 + \frac{3V_y}{4} + \frac{V_x}{8}.$$

Звідси

$$V_1 = V_z - \frac{3V_y}{4} - \frac{V_x}{8}.$$

#### 9.4.4 Пояснення результатів

Значення дисперсій, оцінених за процедурами 9.4.2 або 9.4.3, порівнюють з попередньо заданими значеннями для кожної стадії (див. 9.2).

Визначити точність одержаних таким чином дисперсій досить важко, і оскільки виконують відносно невелику кількість досліджень, кожне одержане значення дисперсії має широкі межі похибки. Якщо дисперсія якоїсь стадії особливо велика, можна вважати, що похибки її визначання значні і потребують зменшення. Однак за малого значення дисперсії не слід вважати результат настільки задовільним, щоб на цій підставі пом'якшувати процедуру.

Значення, одержані під час виконання вищенаведеної процедури, переглядають і вирішують, для якої стадії дисперсія завелика і потребує уваги. За загальним підходом, це повинна бути стадія готування, що дає найвище значення серед  $V_1$ ,  $V_2$ ,  $V_T$ , розрахованих за методикою 9.4.3.3.

Якщо завеликою є дисперсія аналізування, ретельно перевіряють устаткування, зокрема ретельність змішування, точність контролю маси та встановлювання належної температури. Процедура стадії аналізування потрібно також перевірити на відповідність стандартним вимогам.

Якщо завеликою є дисперсія певної стадії готування проб, процедури на цій стадії ретельно перевіряють на відповідність ISO 13909-4 для вугілля та ISO 13909-6 — для коксу. Особливу увагу приділяють перевірці ситового аналізування після подрібнення.

Якщо перевірка не виявила якихось невідповідностей, процедуру можна покращити одним з таких двох способів:

- подрібненням проби до меншого розміру частинок;
- залишенням більшої маси для наступної стадії.

Потім повторюють загальну перевірку, описану в 9.3, для визначання задовільності процедури в цілому. У випадку негативного результату виконують перевіряння за стадіями, як описано в 9.4. Цей цикл перевірок повторюють, якщо необхідно, доки середнє арифметичне різниць десяти пар результатів не попаде в межі від  $0,70\sqrt{V_{PT}^0}$  до  $1,75\sqrt{V_{PT}^0}$  для двох послідовних рядів з 10 проб.

Детальне перевіряння, описане в 9.4, не потрібно виконувати одразу після внесення змін, оскільки воно досить складне. Більше того, з огляду на вищезгадані широкі межі похибки, буває важко сказати, чи менше значення дисперсії певної стадії відображає її дійсне покращення, чи ні. Тому краще перевірити процедуру в цілому на задовільне сходження послідовних рядів з 10 проб.

### 9.5 Процедура одержання двох проб на кожній стадії

#### 9.5.1 За допомогою жолобка

Виконують звичайне змішування за допомогою жолобка, потім звичайним способом одержують пробу А.

Збирають весь залишок і повторюють всю процедуру для одержання другої проби В. Проби А та В не повинні бути з різних половин першого поділу.

#### 9.5.2 За допомогою механізованого дільника

Одне з двох:

а) встановлюють дільник так, щоб відібрати дві проби належної маси в два збірники, залишок іде у відходи;

б) якщо конструкція дільника дає змогу за один раз відбирати лише одну пробу, відбирають одну пробу належної маси, потім повертають весь залишок до дільника і відбирають другу пробу тієї самої маси.

**9.6 Приклад**

Вирішено перевірити процедури готування проб вугілля зольністю приблизно 25 % з потрібною точністю 2 %. Встановлено, що для досягнення цієї точності проба повинна складатись з 15 точкових проб. Потрібне значення для загальної похибки готування та аналізування  $V_{PT}^0$  вирішено покласти 0,2 (див. 9.2).

Проби відбирали звичайним способом, і 10 послідовних проб готували, як описано в 9.3, з одержанням пари результатів для кожної проби. Таким чином, було одержано десять пар дублікатних аналітичних проб і визначено зольність кожної.

Ці значення наведені в перших двох колонках таблиці 4.

**Примітка.** Значення зольності у всіх таблицях наведені у відсотках для сухого стану палива.

Обчислено різниці між кожною парою і одержано середнє значення різниці. Це наведено в четвертій колонці таблиці 4.

**Таблиця 4** — Загальне перевіряння похибки готування проб

Проба	Проба А	Проба В	Різниця  А - В
1	25,7	25,0	0,7
2	24,3	25,1	0,8
3	25,6	25,0	0,6
4	28,1	27,1	1,0
5	27,8	28,7	0,9
6	25,1	25,8	0,7
7	25,6	24,8	0,8
8	24,4	25,2	0,8
9	27,8	27,1	0,7
10	26,3	27,3	1,0
Усього			8,0
Середнє значення			0,80
Оцінка стандартного відхилу в парах			0,71

Стандартний відхил у парах оцінений як 0,71. Хоча це значення не перевищує верхньої межі  $1,75\sqrt{V_{PT}^0}$  (тобто 0,78), воно було визнано високим, тому згідно з вказівками 9.4.2 проведено експериментальну процедуру для оцінювання дисперсії похибок на кожній стадії. Одержані результати наведені в таблиці 5.

Значення різниць  $x$  між пробами  $A_1$ ,  $A_2$  та  $B$  наведені в таблиці 6. З них розраховано величину  $\sum x^2$  (див. 9.4.2.2 (а)). Так само, значення різниць середніх результатів  $y$  (див. 9.4.2.2 (b)) наведені в таблиці 7, з них розраховано величину  $\sum y^2$ ; різниці  $z$  (див. 9.4.2.2 (c)) наведені в таблиці 8, з них розраховано величину  $\sum z^2$ .

**Таблиця 5** — Перевіряння похибок готування проб за стадіями

Проба	A <sub>1</sub>		A <sub>2</sub>		B	
	1	2	3	4	5	6
1	26,8	26,6	26,1	26,6	25,3	25,2
2	26,5	26,6	26,5	26,5	25,4	25,5
3	25,4	25,3	25,4	25,3	25,2	25,3
4	28,8	28,5	28,7	28,6	28,3	28,2
5	29,4	30,1	30,1	29,8	28,7	28,7
6	25,7	25,3	25,7	25,7	25,2	25,3
7	24,5	24,4	24,3	24,4	24,6	24,7
8	26,1	25,9	26,6	26,3	25,7	25,8
9	23,1	23,2	23,5	23,3	23,1	23,1
10	31,5	31,6	30,8	30,9	30,8	30,9

$V_x$ ,  $V_y$  та  $V_z$  обчислені так:

$$V_x = \frac{\sum x^2}{60} = 0,02433$$

$$V_y = \frac{\sum y^2}{20} = 0,04850$$

$$V_z = \frac{\sum z^2}{20} = 0,24103$$

$V_T$ ,  $V_2$  та  $V_1$  (див. 9.4.1) оцінені так:

$V_T = V_x = 0,02433 = 0,02$  (округлено до сотих).

$V_2 = V_y - 0,50 V_x = 0,03634 = 0,04$  (округлено до сотих).

$V_1 = V_z - 0,75 V_y = 0,20466 = 0,20$  (округлено до сотих).

Таким чином, ясно, що  $V_1$  є найбільшим значенням, і потребує дослідження похибки першої стадії поділу проби.

Поліпшення процедури на першій стадії спочатку повинне бути посвідчене перевірянням процедури в цілому згідно з 9.3.



Таблиця 6 — Розрахунок значень  $x$  у прикладі

Проба	$A_1$ (1) – (2)	$A_2$ (3) – (4)	$B$ (5) – (6)
1	0,2	0,5	0,1
2	–0,1	0,0	–0,1
3	0,1	0,1	–0,1
4	0,3	0,1	0,1
5	–0,7	0,3	0,0
6	0,4	0,0	–0,1
7	0,1	–0,1	–0,1
8	0,2	0,3	–0,1
9	–0,1	0,2	0,0
10	–0,1	–0,1	–0,1
$\sum x^2 = 1,46$			

Таблиця 7 — Розрахунок значень  $y$  у прикладі

Проба	$A_1$ $\frac{(1)+(2)}{2}$	$A_2$ $\frac{(3)+(4)}{2}$	$A_1 - A_2$ $y$
1	26,70	26,35	0,35
2	26,55	26,50	0,05
3	25,35	25,35	0,00
4	28,65	28,65	0,00
5	29,75	29,95	– 0,20
6	25,50	25,70	– 0,20
7	24,45	24,35	0,10
8	26,00	26,45	– 0,45
9	23,15	23,40	– 0,25
10	31,55	30,85	0,70
$\sum y^2 = 0,97$			

Таблиця 8 — Розрахунок значень  $z$  у прикладі

Проба	$A$ $\frac{(1)+(2)+(3)+(4)}{2}$	$B$ $\frac{(5)+(6)}{2}$	$A - B$ $z$
1	26,52	25,25	1,27
2	26,52	25,45	1,07
3	25,35	25,25	0,10
4	28,65	28,25	0,40
5	29,85	28,70	1,15
6	25,60	25,25	0,35
7	24,40	24,65	– 0,25
8	26,23	25,75	0,48
9	23,28	23,10	0,18
10	31,20	30,85	0,35
$\sum z^2 = 4,8206$			

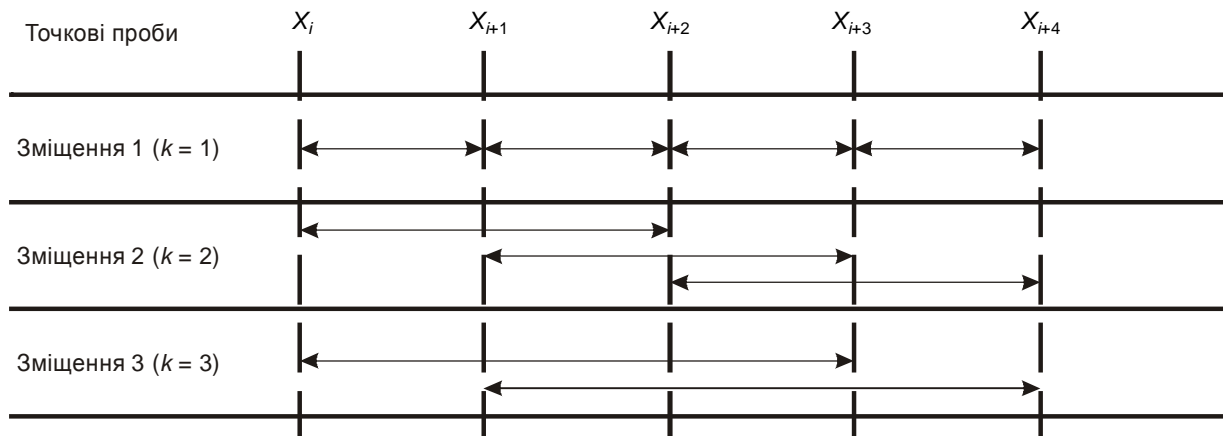
ДОДАТОК А  
(довідковий)

## ВАРІОГРАМНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧАННЯ ДИСПЕРСІЇ

### А.1 Загальні положення

Метод оцінювання дисперсії первинних точкових проб, описаний у 6.2, не враховує можливу серійну кореляцію між точковими пробами, що може призвести до більшої, ніж потрібно для досягнення заданої точності, розрахункової кількості точкових проб. Як альтернативу, для розрахунку необхідної кількості первинних точкових проб для досягнення потрібної точності можна використовувати варіограмний метод.

Варіограма є графіком середньоквадратичної різниці якості точкових проб, тобто дисперсії, як функції інтервалу, або зміщення, між ними. Відстань між сусідніми точковими пробами називають зміщенням 1, між парними та непарними точковими пробами — зміщенням 2, і так далі (див. рисунок А.1).



**Рисунок А.1** — Графічне зображення елементів, що використовують для обчислювання експериментальної дисперсії  $V_e(k)$

Зміщення можна визначати як часовий інтервал, якщо проби відбирають за часом, або як масовий — якщо проби відбирають за масою. Дані збирають, відбираючи  $n$  точкових проб із субпартії та їх окремо аналізуючи.

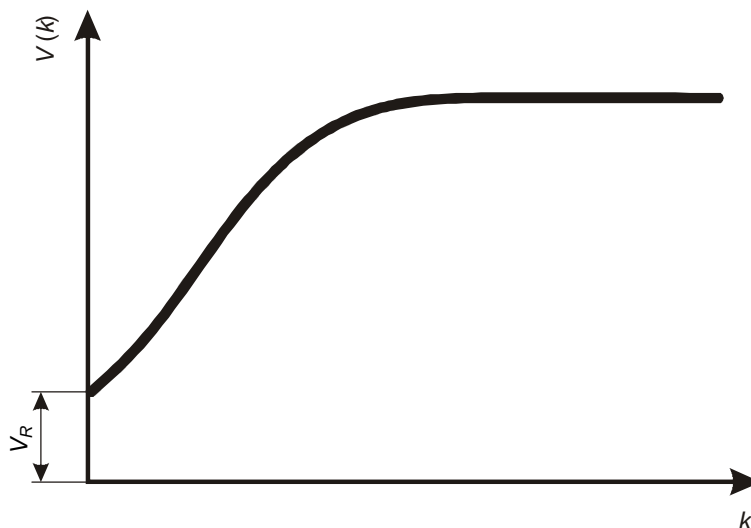
Точкові проби відбирають приблизно в середині інтервалу відбирання, розрахованого за формулою (11) з 5.2.2 або за формулою (12) з 5.3.2 ISO 13909-2. Кількість точкових проб розраховують за формулою (3) з 4.4.5.2 ISO 13909-2 або використовують звичайну кількість для відбирання проб з даного палива.

Значення дисперсії  $V(k)$  за зміщення  $k$  обчислюють за формулою:

$$V(k) = \sum_{i=1}^{i=N_k} \frac{(x_{i+k} - x_i)^2}{2N_k}, \tag{A.1}$$

де  $x_i$  — результат аналізування для точкової проби  $i$ ;  
 $x_{i+k}$  — результат аналізування для точкової проби  $i + k$ ;  
 $N_k$  — кількість пар точкових проб, які розділяє зміщення  $k$ .

На рисунку А.2 зображений принциповий вигляд варіограми. Відрізок перетину  $V_R$  з віссю ординат (вертикальний зсув) відповідає випадковій складовій дисперсії. Інша складова дисперсії є змінною, яка зростає зі збільшенням зміщення і може досягати максимуму.



**Рисунок А.2** — Принциповий вигляд варіограми

Дисперсії  $V(k)$ , одержані за формулою (A.1), включають постійну складову дисперсії готування та аналізування  $V_{PT}$ , а також дисперсію відбирання. Ці складові є також складовими варіограмного вертикального зсуву  $V_R$ , тому для визначання дисперсії відбирання потрібне певне коригування (див. A.3). Оцінити  $V_{PT}$  можна відбиранням, готуванням та аналізуванням двох дублікатних проб з кожної точкової проби на першій стадії їх позасистемного поділу.

Досвід свідчить, що варіограму для звичайних інтервалів відбирання можна задовільно апроксимувати прямою в інтервалі значень від  $k = 1$  приблизно до  $k = 5$ , відповідно до формул (A.2) та (A.3) для відбирання проб за часом та за масою:

$$V_{(t)} = V_R + Bk\Delta t, \quad (A.2)$$

$$V_{(m)} = V_R + Bk\Delta m, \quad (A.3)$$

де  $V_R$  — випадкова складова дисперсії (вертикальний зсув) варіограми;

$B$  — тангенс кута нахилу (крутість) варіограми;

$\Delta t$  — інтервал відбирання проб (зміщення 1) для відбирання проб за часом;

$\Delta m$  — інтервал відбирання проб (зміщення 1) для відбирання проб за масою.

## A.2 Розрахунок та лінійна апроксимація варіограми

### A.2.1 Загальні положення

За формулою (A.1) розраховують значення дисперсії  $V(k)$  для перших 10 зміщень і будують варіограму залежності  $V(k)$  від зміщення  $k$ .

Оцінюють  $V_R$  та  $B$  у формулах (A.2) та (A.3) за допомогою лінійної апроксимації варіограми на лінійній ділянці, тобто в межах зміщення від 1 до  $k_{lin}$ . Лінійна ділянка звичайно охоплює перші п'ять зміщень, а лінійну апроксимацію виконують візуально або методом лінійної регресії.

### A.2.2 Візуальна апроксимація варіограми

Покладають значення  $V_R$  таким, що дорівнює значенню  $V(k)$  у точці перетину прямої, яка апроксимує варіограму, з віссю  $Y$ .

Розраховують тангенс кута нахилу варіограми за формулами (A.4) або (A.5) для відбирання проб відповідно за часом або за масою:

$$B = \frac{V(k_{lin}) - V_R}{k_{lin}\Delta t}, \quad (A.4)$$

$$B = \frac{V(k_{lin}) - V_R}{k_{lin}\Delta m}. \quad (A.5)$$

### A.2.3 Апроксимація варіограми методом лінійної регресії

Покладають  $y = V(k)$ , та  $x = k\Delta t$  або  $k\Delta m$  для відбирання проб відповідно за часом або за масою. Розраховують  $B$  та  $V_R$  так:

$$B = \frac{k_{lin} \sum xy - \sum x \sum y}{k_{lin} \sum x^2 - (\sum x)^2}, \quad (A.6)$$

$$V_R = \frac{\sum y - B \sum x}{k_{lin}}. \quad (A.7)$$

### A.2.4 Обчислювання відкоригованої дисперсії

Для одержання відкоригованого значення дисперсії  $V_C$  від значення  $V_R$  віднімають дисперсію готування та аналізування  $V_{PT}$ :

$$V_C = V_R - V_{PT}. \quad (A.8)$$

Дисперсія  $V_C$  відображає лише похибки відбирання проб.

## A.3 Розрахунок дисперсії відбирання проб

Після визначання  $V_C$  та  $B$  дисперсію відбирання проб  $V_S$  обчислюють так.

Для систематичного відбирання проб:

$$V_S = \frac{V_C}{n} + \frac{Bm_{SL}}{6n^2}. \quad (A.9)$$

Для стратифікованого випадкового відбирання проб:

$$V_S = \frac{V_C}{n} + \frac{Bm_{SL}}{3n^2}, \quad (\text{A.10})$$

де  $m_{SL}$  — маса субпартії;

$n$  — кількість точкових проб, що відбирають із субпартії.

**Примітка.** Для відбирання проб за часом  $m_{SL}$  замінюють на  $T$ , тобто загальний час відбирання проб.

#### А.4 Розрахунок кількості точкових проб

Розраховують кількість точкових проб, необхідну для досягнення бажаної точності відбирання проб  $V_S$ , перетворенням формул (А.9) та (А.10) та їх розв'язанням відносно  $n$  у такому вигляді.

Для систематичного відбирання проб:

$$n = \frac{V_C + \sqrt{V_C^2 + \frac{2}{3} Bm_{SL} V_S}}{2V_S}. \quad (\text{A.11})$$

Для стратифікованого випадкового відбирання проб:

$$n = \frac{V_C + \sqrt{V_C^2 + \frac{4}{3} Bm_{SL} V_S}}{2V_S}. \quad (\text{A.12})$$

#### А.6 Розрахунок загальної дисперсії

Вважають всі точкові проби складеними в єдину об'єднану пробу з субпартії, розраховують загальну дисперсію  $V_{SPT}$  відбирання, готування та аналізування проб за такими формулами.

Для систематичного відбирання проб:

$$V_{SPT} = \frac{V_C}{n} + \frac{Bm_{SL}}{6n^2} + V_{PT}. \quad (\text{A.13})$$

Для стратифікованого випадкового відбирання проб:

$$V_{SPT} = \frac{V_C}{n} + \frac{Bm_{SL}}{3n^2} + V_{PT}. \quad (\text{A.14})$$

#### А.7 Приклад розрахунку дисперсії відбирання проб та загальної дисперсії

У таблиці А.1 наведені дані за зольністю окремих точкових проб, відібраних з інтервалом 0,25 хв. Дисперсія готування та аналізування визначена окремо і становить 0,01.

Розраховують експериментальні точки варіограми  $V(k)$ , використовуючи для цього формулу (А.1). Для зміщення 1 ( $k = 1$ ) дисперсію обчислюють так:

$$V(1) = \frac{(13,8 - 14,6)^2 + (14,7 - 13,8)^2 + \dots + (14,9 - 15,2)^2}{2 \cdot 29} = \frac{9,03}{58} = 0,156.$$

Для зміщення 2 ( $k = 2$ ) дисперсію обчислюють так:

$$V(2) = \frac{(14,7 - 14,6)^2 + (16,1 - 13,8)^2 + \dots + (14,9 - 14,7)^2}{2 \cdot 28} = \frac{10,31}{56} = 0,184.$$

Перші 10 точок наведені в таблиці А.2 та зображені на рисунку А.3.

**Таблиця А.1** — Зольність окремих точкових проб, відібраних з інтервалом 0,25 хв.

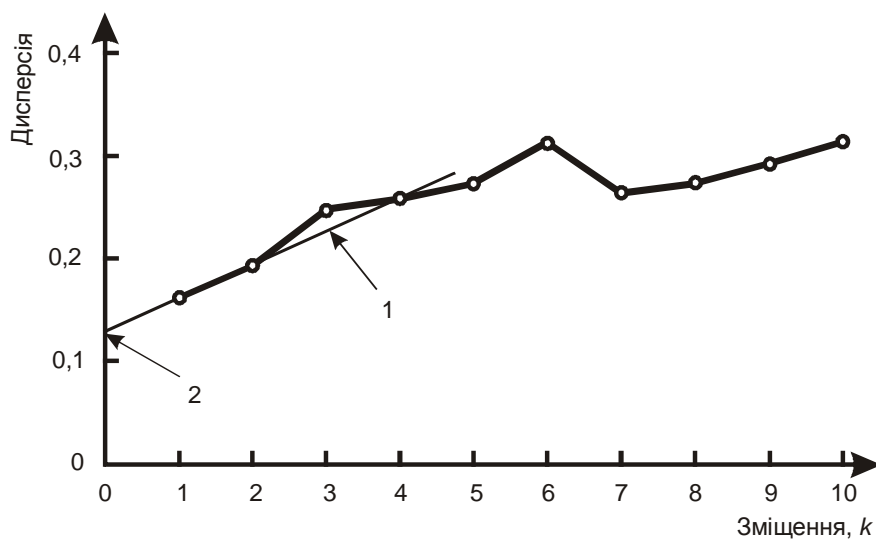
Номер точкової проби	Зольність, %	Номер точкової проби	Зольність, %
1	14,6	4	16,1
2	13,8	5	15,6
3	14,7	6	15,6

Кінець таблиці А.1

Номер точкової проби	Зольність, %	Номер точкової проби	Зольність, %
7	15,8	19	15,3
8	15,3	20	15,4
9	15,8	21	15,4
10	15,4	22	15,4
11	15,9	23	16,0
12	16,1	24	15,5
13	15,3	25	15,5
14	16,0	26	15,4
15	15,2	27	15,4
16	15,5	28	14,7
17	14,6	29	15,2
18	14,9	30	14,9

Таблиця А.2 — Точки варіограми для даних з таблиці А.1

Зміщення $k$ , одиниці	Зміщення $k\Delta t$ , хв	Дисперсія $V(k) = x$
1	0,25	0,156
2	0,50	0,184
3	0,75	0,235
4	1,00	0,245
5	1,25	0,258
6	1,50	0,297
7	1,75	0,247
8	2,00	0,261
9	2,25	0,280
10	2,50	0,297



1 — візуальна апроксимація варіограми;  
2 — вертикальний зсув  $V_R$  (візуально) = 0,125.

Рисунок А.3 — Варіограма за даними, наведеними в таблиці А.2

Будують пряму по перших 5 точках варіограми (див. А.2.2), розрахувавши спочатку такі суми:

$$\sum y = 1,078$$

$$\sum x = 3,750$$

$$\sum xy = 0,8748$$

$$\sum x^2 = 3,4375$$

Використовуючи формулу (А.6), розраховують  $B$ :

$$B = \frac{5 \cdot 0,8748 - 3,75 \cdot 1,078}{5 \cdot 3,4375 - 3,75^2} = 0,11.$$

Використовуючи формулу (А.7), розраховують  $V_R$ :

$$V_R = \frac{1,078 - 0,11 \cdot 3,75}{5} = 0,13.$$

Альтернативний метод лінійної апроксимації варіограми візуально (див. А.2.1) дає дуже схожий результат. Як показано на рисунку А.3, пряму проведено через точки  $V(4)$ ,  $V(2)$  та  $V(1)$  до перетину з віссю  $Y$ . Відрізок перетину (вертикальний зсув) становить 0,125, тобто  $V_R = 0,125$ . Тоді тангенс кута нахилу варіограми розраховують за формулою (А.4):

$$B = \frac{V(4) - 0,125}{4 \cdot 0,25} = \frac{0,245 - 0,125}{1} = 0,12.$$

На завершення розрахунку дисперсії відбирання та загальної дисперсії на підставі результатів лінійної регресії обчислюють  $V_C$  за формулою (А.8):

$$V_C = 0,13 - 0,01 = 0,12.$$

Приймаючи, що використовують систематичне відбирання проб, і 30 точкових проб відбирають із субпартії з інтервалом в 1 хв (тобто  $m_{SL}/n = 1$ ), на підставі обчислених вище  $V_C$  та  $B$  розраховують дисперсію відбирання проб за формулою (А.13):

$$V_S = \frac{0,12}{30} + \frac{0,11 \cdot 1}{6 \cdot 30^2} = 4,0 \cdot 10^{-3}.$$

Розраховують загальну дисперсію, додавши дисперсію готування та аналізування за такою формулою:

$$V_{SPT} = V_S + V_{PT} = 0,004 + 0,01 = 0,014.$$

Нарешті, обчислюють точність результату для окремої субпартії за формулою (1):

$$P = 2 \cdot \sqrt{V_{SPT}} = 2 \cdot 0,118 = 0,24 \% \text{ зольності.}$$

ДОДАТОК В  
(довідковий)

## МЕТОД АЛГОРИТМІВ ГРАБСА ДЛЯ ВИЗНАЧАННЯ ТОЧНОСТІ ВІДБИРАННЯ ПРОБ

### В.1 Загальні положення

Інколи умови експлуатації систем відбирання проб не дають змогу формувати дублікатні проби з гарантованою відсутністю взаємопроникнення матеріалу із суміжних первинних точкових проб. У таких випадках одержану точність відбирання проб можна оцінити відбиранням трьох об'єднаних проб з кожної із щонайменше 30 субпартій палива. Одну пробу складають за звичайною схемою відбирання проб (систематичне відбирання), а дві інших, взаємно незалежних, проби — відбиранням точкових проб з попередньо встановленими інтервалами методом зупиненої стрічки (контрольні проби А та В).

**В.2 Встановлення обсягу субпартії для визначання точності**

Обсяг субпартії встановлюють з огляду на такі вимоги:

- а) маса матеріалу, зібраного системою відбирання та готування проб, повинна щонайменше вдвічі перевищувати мінімальні маси, наведені в таблиці 1 ISO 13909-2;
- б) час конвеєрного руху палива для кожної субпартії повинен бути не менше ніж 1 год, не враховуючи часу, витраченого на відбирання точкових проб методом зупиненої стрічки.

**В.3 Встановлення кількості точкових проб із зупиненої стрічки та інтервалів відбирання**

Кожну з двох контрольних проб із зупиненої стрічки, пробу А та пробу В, складають з мінімум трьох точкових проб із зупиненої стрічки, бажано навіть більше, для забезпечення порівнянності загальної точності контрольного методу з точністю системи відбирання проб, яку перевіряють. Інтервал відбирання для кожної контрольної проби розраховують діленням часу руху субпартії, у хвиликах, на необхідну кількість точкових проб із зупиненої стрічки. Наприклад, для обсягу субпартії 900 т з очікуваним часом руху 90 хв, якщо покладено відбирати по три точкові проби із зупиненої стрічки на кожну субпартію, інтервал систематичного відбирання для кожної контрольної проби із зупиненої стрічки становитиме 30 хв.

Для забезпечення взаємної незалежності системних та контрольних проб збирають контрольні проби методом істинно систематичного відбирання. Це означає, що для кожної з контрольних проб А та В із кожної субпартії за допомогою таблиці випадкових чисел або псевдовипадкового генератора необхідно обрати час для відбирання першої точкової проби в межах першого інтервалу відбирання із зупиненої стрічки з кроком 0,5 хв. Для інтервалу відбирання із зупиненої стрічки 30 хв це дає 60 можливих моментів. Час відбирання подальших точкових проб із зупиненої стрічки визначають послідовним додаванням інтервалу систематичного відбирання, аж до завершення збирання точкових проб.

Результати такої процедури проілюстровано в таблиці В.1, де під обсягом субпартії мають на увазі кількість палива, що рухається конвеєром протягом 90 хв, і три точкові проби із зупиненої стрічки відбирають для кожної контрольної проби.

**Таблиця В.1** — Приклад визначання часу відбирання, хв, точкових проб із зупиненої стрічки (SB) у випадку трьох точкових проб на кожну з контрольних проб А та В

Номер субпартії	SB A1	SB B1	SB A2	SB B2	SB A3	SB B3
1	18,5	25,5	48,5	55,5	78,5	85,5
2	18,5	28,5	48,5	58,5	78,5	88,5
3	25,0	12,0	55,0	42,0	85,0	72,0
4	6,5	0,5	36,5	30,5	66,5	60,5
5	16,5	15,0	46,5	45,0	76,5	75,0
6	24,0	11,0	54,0	41,0	84,0	71,0
7	8,0	18,0	38,0	48,0	68,0	78,0
8	7,0	1,0	37,0	31,0	67,0	61,0
9	17,0	8,0	47,0	38,0	77,0	68,0
10	4,0	25,5	34,0	55,5	64,0	85,5
11	8,0	22,0	38,0	52,0	68,0	82,0
12	28,5	19,0	58,5	49,0	88,5	79,0
13	4,5	12,5	34,5	42,5	64,5	72,5
14	12,0	7,5	42,0	37,5	72,0	67,5
15	27,0	7,5	57,0	37,5	87,0	67,5
16	15,0	29,0	45,0	59,0	75,0	89,0
17	3,5	15,0	33,5	45,0	63,5	75,0
18	22,0	1,0	52,0	31,0	82,0	61,0
19	16,0	9,5	46,0	39,5	76,0	69,5

Кінець таблиці В.1

Номер субпартії	SB A1	SB B1	SB A2	SB B2	SB A3	SB B3
20	13,0	19,0	43,0	49,0	73,0	79,0
21	29,5	8,5	59,5	38,5	89,5	68,5
22	26,0	14,5	56,0	44,5	86,0	74,5
23	1,5	5,0	31,5	35,0	61,5	65,0
24	17,5	27,5	47,5	57,5	77,5	87,5
25	11,5	28,5	41,5	58,5	71,5	88,5
26	17,5	12,0	47,5	42,0	77,5	72,0
27	28,5	30,0	58,5	60,0	88,5	90,0
28	14,5	20,5	44,5	50,5	74,5	80,5
29	14,0	10,0	44,0	40,0	74,0	70,0
30	19,0	8,0	49,0	38,0	79,0	68,0

#### В.4 Позасистемне готування та аналізування проб

Використовуючи жолобковий або інший придатний дільник без відкидання залишку, ділять кожен системну пробу на дві рівні частини, частину 1 та частину 2. Далі кожен частину готують та аналізують окремо, одержують для кожної результат аналізування і розраховують середнє значення для кожної субпартії. Приклад наведено в таблиці В.2.

Кожну точкову пробу із зупиненої стрічки готують та аналізують окремо, одержуючи результат аналізування для кожної з точкових проб. Для одержання середнього результату за кожною контрольною пробкою розраховують середнє арифметичне результатів для всіх точкових проб із зупиненої стрічки, що входять до даної контрольної проби. Приклад для трьох точкових проб із зупиненої стрічки на кожен контрольную пробу наведений у таблиці В.3, ці дані відповідають результатам системного відбирання проб, наведеним у таблиці В.2.

Важливо реєструвати всі лабораторні аналізи без їх перероблення, за винятком виправлень явних похибок, таких як похибки обчислень. Недодержання цієї вимоги призводить до двох небажаних наслідків: значення дисперсії готування та аналізування будуть занижені, а одержані оцінювання точності відбирання будуть ненадійними.

Таблиця В.2 — Приклад системних результатів для 30 субпартій

Номер субпартії	Частина 1	Частина 2	Середнє значення	Різниця (1–2)
1	8,08	9,43	8,76	–1,35
2	10,87	10,96	10,92	–0,09
3	7,76	7,35	7,55	0,41
4	11,85	11,44	11,65	0,41
5	11,27	10,96	11,12	0,31
6	10,50	9,32	9,91	1,18
7	8,24	8,80	8,52	–0,56
8	8,99	9,72	9,36	–0,73
9	9,45	8,93	9,19	0,52
10	9,64	9,77	9,71	–0,13
11	9,84	10,33	10,09	–0,49
12	12,02	11,31	11,67	0,71
13	8,84	8,75	8,80	0,09
14	9,25	8,90	9,08	0,35
15	8,96	9,35	9,16	–0,39



Кінець таблиці В.2

Номер субпартії	Частина 1	Частина 2	Середнє значення	Різниця (1–2)
16	9,46	9,57	9,52	–0,11
17	9,86	11,04	10,45	–1,18
18	8,66	9,17	8,92	–0,51
19	10,48	9,80	10,14	0,68
20	9,56	9,16	9,36	0,40
21	11,01	9,52	10,27	1,49
22	10,66	10,07	10,37	0,59
23	11,18	11,51	11,35	–0,33
24	10,33	11,12	10,73	–0,79
25	9,51	9,61	9,56	–0,10
26	9,75	9,37	9,56	0,38
27	9,11	9,97	9,54	–0,86
28	9,20	9,13	9,17	0,07
29	10,64	10,97	10,81	–0,33
30	10,57	12,08	11,33	–1,51
Середнє			9,8857	
Дисперсія			1,0143	
Дисперсія позасистемного готування та аналізування ( $V_{PT}$ )				0,245

**Таблиця В.3** — Результати проб із зупиненої стрічки (SB), по три точкові проби на кожному з контрольних проб А та В

				Середнє					Середнє
Суб-партія	SB A1	SB A2	SB A3	SB A	Суб-партія	SB B1	SB B2	SB B3	SB B
1	9,20	10,26	9,50	9,65	1	7,57	7,89	9,05	8,17
2	11,12	10,39	10,50	10,67	2	11,01	9,69	9,23	9,98
3	8,70	7,42	10,40	8,84	3	5,65	8,58	7,93	7,39
4	10,61	11,56	11,97	11,38	4	12,42	12,67	11,48	12,19
5	8,45	11,31	9,43	9,73	5	12,18	8,55	12,46	11,06
6	11,58	11,24	8,30	10,37	6	10,01	10,13	10,21	10,12
7	7,22	9,01	9,87	8,70	7	9,86	10,37	7,99	9,41
8	8,26	8,73	10,19	9,06	8	7,76	11,08	8,66	9,17
9	8,23	11,94	11,36	10,51	9	9,37	7,68	9,38	8,81
10	10,56	10,09	8,39	9,68	10	8,83	9,40	9,64	9,29
11	8,44	8,89	10,23	9,19	11	9,27	8,02	10,18	9,16
12	14,11	11,24	11,58	12,31	12	9,93	10,48	9,26	9,89
13	12,04	10,19	9,36	10,53	13	9,19	9,15	10,11	9,48
14	10,94	9,45	9,81	10,07	14	8,52	9,24	8,63	8,80
15	9,42	9,94	8,14	9,17	15	8,88	8,35	9,81	9,01
16	9,91	11,79	12,43	11,38	16	11,85	12,12	11,89	11,95
17	9,65	12,60	11,05	11,10	17	12,05	10,22	11,85	11,37
18	11,46	7,41	8,16	9,01	18	5,98	10,19	8,67	8,28
19	8,54	10,85	13,41	10,93	19	10,38	9,57	9,93	9,96

Кінець таблиці В.3

				Середнє					Середнє
Суб-партія	SB A1	SB A2	SB A3	SB A	Суб-партія	SB B1	SB B2	SB B3	SB B
20	9,76	10,72	8,96	9,81	20	8,80	8,27	9,66	8,91
21	10,12	11,07	10,49	10,56	21	10,98	11,28	9,36	10,54
22	9,94	10,03	9,27	9,75	22	11,59	10,59	11,02	11,07
23	9,53	9,04	9,85	9,47	23	12,73	8,45	10,88	10,69
24	9,77	10,31	7,14	9,07	24	9,91	10,34	9,79	10,01
25	7,52	8,71	10,37	8,87	25	9,19	13,30	10,79	11,09
26	11,10	10,29	11,66	11,02	26	8,58	9,82	11,67	10,02
27	7,89	6,84	7,73	7,49	27	7,37	11,54	7,88	8,93
28	7,77	9,46	8,33	8,52	28	9,25	6,89	8,51	8,22
29	9,67	11,61	10,53	10,60	29	10,48	10,79	7,18	9,48
30	11,35	12,94	11,92	12,07	30	10,93	11,50	11,47	11,30

**В.5 Оцінювання дисперсії готування та аналізування системних проб**

Розраховують дисперсію  $V_{PT}$  позасистемного готування та аналізування для системних проб за різницями між результатами аналізування частини 1 та частини 2 згідно з формулою:

$$V_{PT} = \frac{\sum_{i=1}^{n_p} d_i^2}{2n_p}, \tag{B.1}$$

де  $d_i$  — різниця між парами дублікатів;  
 $n_p$  — кількість пар дублікатів.

Для прикладу, наведеного в таблиці В.2, дисперсія позасистемного готування та аналізування  $V_{PT}$  становить 0,245.

**В.6 Розрахунок дисперсій випробування для системи відбирання проб та контрольних проб із зупиненої стрічки від субпартії**

Результати за системними пробами та контрольними пробами із зупиненої стрічки (А та В) з прикладу, відображеного в таблицях В.2 та В.3, об'єднані в таблиці В.4. Результати за системними та контрольними пробами відповідно позначені X, Y та Z.

**Таблиця В.4** — Приклад об'єднаних результатів за системними пробами та контрольними пробами із зупиненої стрічки (А та В) для розрахунку дисперсій випробування

Суб-партія	Система відбирання проб Середнє (X)	Зупинена стрічка А Середнє (Y)	Зупинена стрічка В Середнє (Z)	X-Y ( $d_{xy}$ )	X-Z ( $d_{xz}$ )	Y-Z ( $d_{yz}$ )
1	8,76	9,56	8,17	-0,89	0,59	1,48
2	10,92	10,67	9,98	0,25	0,94	0,69
3	7,55	8,84	7,39	-1,29	0,16	1,45
4	11,65	11,38	12,19	0,27	-0,54	-0,81
5	11,12	9,73	11,06	1,39	0,06	-1,33
6	9,91	10,37	10,12	-0,46	-0,21	0,25
7	8,52	8,70	9,41	-0,18	-0,89	-0,71
8	9,36	9,06	9,17	0,30	0,19	-0,11
9	9,19	10,51	8,81	-1,32	0,38	1,70

Кінець таблиці В.4

Суб- партія	Система відбирання проб Середнє (X)	Зупинена стрічка А Середнє (Y)	Зупинена стрічка В Середнє (Z)	X-Y ( $d_{XY}$ )	X-Z ( $d_{XZ}$ )	Y-Z ( $d_{YZ}$ )
10	9,71	9,68	9,29	0,03	0,42	0,39
11	10,09	9,19	9,16	0,90	0,93	0,03
12	11,67	12,31	9,89	-0,64	1,78	2,42
13	8,80	10,53	9,48	-1,73	-0,68	1,05
14	9,08	10,07	8,80	-0,99	0,28	1,27
15	9,16	9,17	9,01	-0,01	0,15	0,16
16	9,52	11,38	11,95	-1,86	-2,43	-0,57
17	10,45	11,10	11,37	-0,65	-0,92	-0,27
18	8,92	9,01	8,28	-0,09	0,64	0,73
19	10,14	10,93	9,96	-0,79	0,18	0,97
20	9,36	9,81	8,91	-0,45	0,45	0,90
21	10,27	10,56	10,54	-0,29	-0,27	0,02
22	10,37	9,75	11,07	0,62	-0,70	-1,32
23	11,35	9,47	10,69	1,88	0,66	-1,22
24	10,73	9,07	10,01	1,66	0,72	-0,94
25	9,56	8,87	11,09	0,69	-1,53	-2,22
26	9,56	11,02	10,02	-1,46	-0,46	1,00
27	9,54	7,49	8,93	2,05	0,61	-1,44
28	9,17	8,52	8,22	0,65	0,95	0,30
29	10,81	10,60	9,48	0,21	1,33	1,12
30	11,33	12,07	11,30	-0,74	0,03	0,77
Середнє значення				-0,0980	0,0940	0,1920
Дисперсія				1,0665	0,7500	1,2282

Розраховують різниці  $d_{XY}$ ,  $d_{XZ}$  та  $d_{YZ}$  між результатами аналізування системних проб та контрольних проб із зупиненої стрічки такі:

$$d_{XY_i} = X_i - Y_i, \quad (\text{B.2})$$

$$d_{XZ_i} = X_i - Z_i, \quad (\text{B.3})$$

$$d_{YZ_i} = Y_i - Z_i, \quad (\text{B.4})$$

де  $i$  змінюється від 1 до  $n_p$  і являє собою номер ряду даних.

Для кожної з колонок таблиці В.4, що містять значення різниць, розраховують середнє значення  $\bar{d}$  та дисперсію  $V$ , використовуючи такі формули:

$$\bar{d}_{XY} = \frac{\sum_{i=1}^{n_p} d_{XY_i}}{n_p} \quad (\text{B.5})$$

$$\bar{d}_{XZ} = \frac{\sum_{i=1}^{n_p} d_{XZ_i}}{n_p} \quad (\text{B.6})$$

$$\bar{d}_{YZ} = \frac{\sum_{i=1}^{n_p} d_{YZ_i}}{n_p} \quad (\text{B.7})$$

$$V_{XY} = \frac{\sum_{i=1}^{n_p} (d_{XY_i} - \bar{d}_{XY})^2}{n_p - 1} \quad (\text{B.8})$$

$$V_{XZ} = \frac{\sum_{i=1}^{n_p} (d_{XZ_i} - \bar{d}_{XZ})^2}{n_p - 1} \quad (\text{B.9})$$

$$V_{YZ} = \frac{\sum_{i=1}^{n_p} (d_{YZ_i} - \bar{d}_{YZ})^2}{n_p - 1}. \quad (\text{B.10})$$

Нарешті, обчислюють дисперсії для системних проб  $V_{\text{Sys}}$  та для контрольних проб із зупиненої стрічки  $V_{\text{SBA}}$  та  $V_{\text{SBB}}$  так:

$$V_{\text{Sys}} = \frac{V_{XY} + V_{XZ} - V_{YZ}}{2} \quad (\text{B.11})$$

$$V_{\text{SBA}} = \frac{V_{XY} + V_{XZ} - V_{YZ}}{2} \quad (\text{B.12})$$

$$V_{\text{SBB}} = \frac{V_{XZ} + V_{YZ} - V_{XY}}{2}. \quad (\text{B.13})$$

Для прикладу, наведеного в таблиці В.4, формули (В.5), (В.6), (В.7), (В.8), (В.9) та (В.10) дають:

$$\bar{d}_{XY} = -0,0980 \quad V_{XY} = 1,0665$$

$$\bar{d}_{XZ} = 0,0940 \quad V_{XZ} = 0,7500$$

$$\bar{d}_{YZ} = 0,1920 \quad V_{YZ} = 1,2282$$

Підстановка їх до формул (В.11), (В.12) та (В.13) дає значення:

$$V_{\text{Sys}} = 0,294$$

$$V_{\text{SBA}} = 0,772$$

$$V_{\text{SBB}} = 0,456$$

**Примітка.** Обидва значення дисперсії  $V_{\text{SBA}}$  та  $V_{\text{SBB}}$  для контрольних проб із зупиненої стрічки А та В перевищують значення дисперсії системи відбирання проб  $V_{\text{Sys}}$ . Точність оцінювання дисперсії системи відбирання проб може бути покращена зменшенням дисперсій методу зупинки стрічки, наприклад, збільшенням кількості точкових проб із зупиненої стрічки.

За необхідності можна обчислити дисперсію субпартій  $V_m$  за даними системного відбирання проб, наведеними в таблиці В.2, і розрахованим значенням  $V_{\text{Sys}}$  за такою формулою:

$$V_m = \frac{\sum_{i=1}^{n_p} (X_i - \bar{X})^2}{n_p - 1} - V_{\text{Sys}}, \quad (\text{B.14})$$

де  $X_i$  та  $\bar{X}$  — відповідно результати системного випробування за окремими субпартіями та їх середнє арифметичне.

У наведеному прикладі:

$$V_m = 1,0143 - 0,294 = 0,720.$$

### В.7 Розрахунок загальної точності відбирання, позасистемного готування та аналізування проб

Оскільки значення  $V_{\text{Sys}}$  за формулою (В.11) одержане за допомогою дублікатного позасистемного готування та аналізування тієї самої проби, можна розрахувати загальну дисперсію випробування для одного готування та аналізування проби за такою формулою:

$$V_{\text{SPT}} = V_{\text{Sys}} + \frac{V_{\text{PT}}}{2}. \quad (\text{B.15})$$

Загальну точність випробування для окремої субпартії  $P$  обчислюють так:

$$P = 2\sqrt{V_{\text{SPT}}}. \quad (\text{B.16})$$

У наведеному прикладі:

$$V_{PT} = 0,245$$

$$V_{Sys} = 0,294$$

$$V_{SPT} = 0,417$$

Таким чином:

$$P = 1,29.$$

### В.8 Дослідження значимості оціненої точності

Обчислюють

$$Q = V_{SBA} V_{SBB} + V_{SBA} V_{Sys} + V_{SBB} V_{Sys} \quad (B.17)$$

та

$$Z = V_{SBA} V_{SBB} + V_{SBA} \frac{P_0^2}{4} + V_{SBB} \frac{P_0^2}{4}, \quad (B.18)$$

де  $P_0$  — бажана точність відбирання проб із субпартій з обсягом таким, який використовували під час перевіряння точності.

Далі розраховують статистику  $\delta$  за формулою:

$$\delta = n \left[ \frac{Q}{Z} - \ln \left( \frac{Q}{Z} \right) - 1 \right], \quad (B.19)$$

де  $\ln$  — натуральний логарифм з основою  $e = 2,7183$ .

Критичне значення статистики  $\delta$  встановлюють з таблиці хі-квадратів з одним ступенем вільності. Для рівня значущості 5 % табличне значення  $\delta$  становить 3,84.

Використовуючи дані з прикладу, прийmemo потрібну точність  $P_0 = 0,45$  із застосуванням дублікатного готування та аналізування позасистемної проби. Розрахунок за формулами (B.17), (B.18) та (B.19) дає такі результати:

$$P_0 = 0,45$$

$$Q = 0,71306$$

$$Z = 0,4142$$

$$\delta = 5,35.$$

Оскільки  $\delta$  перевищує критичне значення 3,84, початкову гіпотезу відкидають та роблять висновок про те, що бажаного рівня точності 0,45 не досягнуто.

**Примітка.** Методом спроб та помилок, спочатку вводять гіпотетичні значення бажаної точності до формули (B.19), а далі перераховують статистичний показник  $\delta$ , можна встановити верхню та нижню межі довірчої ймовірності для точності  $P$ . Для даних, наведених у прикладі, нижня 5-відсоткова межа становить 0,56, а верхня 95-відсоткова межа — 1,70. Вищевказане бажане значення 0,45 не входить у ці межі.

ДОДАТОК С  
(довідковий)

## БІБЛІОГРАФІЯ

- 1 Tomlinson R. C., Journal of the Institute of Fuel, London, 1954, 26, 215 pages.
- 2 Gy P. M. (1922), Sampling of Heterogeneous and Dynamic Material Systems, Elsevier Scientific Publishing, Amsterdam.
- 3 Australian Standard AS 1038-24:1998, Coal and coke — Analysis and testing — Part 24: Guide to the evaluation of measurements made by on-line coal analysers.
- 4 Grubbs F. E., 1948, On estimating precision of measuring instruments and product variability, Journal of the American Statistical Association, 43(2), 243 pages.
- 5 Rose C. D., 1991, Methods for assessing the accuracy of on-line coal analyzers, Journal of Coal Quality, 10(1), 19 pages.
- 6 Jaech J. L., 1976, Large sample tests of Grubbs' estimators of instrument precision with more than two instruments, Technometrics, 18(2), 127 pages.

ДОДАТОК НА  
(довідковий)

**ПЕРЕЛІК НОРМАТИВНИХ ДОКУМЕНТІВ,  
ЧИННИХ В УКРАЇНІ**

ДСТУ 2681–92 Метрологія. Терміни та визначення  
ДСТУ 4096–2002 Вугілля буре, кам'яне, антрацит, горючі сланці та вугільні брикети. Методи відбору та підготовки проб до лабораторних випробувань  
ГОСТ 27379–87 Топливо твердое. Методы определения погрешности отбора и подготовки проб (Паливо тверде. Методи визначання похибки відбирання та готування проб).

---

Код УКНД 73.040; 75.160.10

**Ключові слова:** антрацит, вугілля кам'яне, кокс, механізоване відбирання проб.

---

Редактор **М. Клименко**  
Технічний редактор **О. Марченко**  
Коректор **Т. Нагорна**  
Верстальник **І. Барков**

---

Підписано до друку 14.11.2009. Формат 60 × 84 1/8.  
Ум. друк. арк. 4,18. Зам. Ціна договірна.

---

Виконавець  
Державне підприємство «Український науково-дослідний і навчальний центр  
проблем стандартизації, сертифікації та якості» (ДП «УкрНДНЦ»)  
вул. Святошинська, 2, м. Київ, 03115  
Свідоцтво про внесення видавця видавничої продукції до Державного реєстру видавців,  
виготівників і розповсюджувачів видавничої продукції від 14.01.2006, серія ДК, № 1647