



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

РУДИ МАРГАНЦЕВІ ТА ХРОМОВІ

Експериментальні методи контролю
систематичної похибки відбирання
та готування проб
(ISO 8541–1986, IDT)

ДСТУ ISO 8541:2005

Видання офіційне

БЗ № 7–2005/507

Київ
ДЕРЖСПОЖИВСТАНДАРТ УКРАЇНИ
2007

ПЕРЕДМОВА

1 ВНЕСЕНО: Технічний комітет зі стандартизації «Руди залізні і марганцеві» ТК 9 (Центр Стандарт-рудсепро)

ПЕРЕКЛАД І НАУКОВО-ТЕХНІЧНЕ РЕДАГУВАННЯ: **Т. Железнова** (науковий керівник); **Л. Зінченко**; **О. Макарова**; **Т. Павленок**; **В. Рибалка**; **І. Чернятьєва**

2 НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Держспоживстандарту України від 2 вересня 2005 р. № 239 з 2007–01–01, зі зміною дати чинності згідно з наказом № 82 від 11 квітня 2007 р.

3 Національний стандарт відповідає ISO 8541–1986 Manganese and chromium ores — Experimental methods for checking the bias of sampling and sample preparation (Руди марганцеві та хромові. Експериментальні методи контролю систематичної похибки відбирання та готування 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, 2007

ЗМІСТ

	С.
Національний вступ	IV
1 Сфера застосування	1
2 Нормативні посилання	1
3 Загальні умови	1
4 Експериментальні методи	2
5 Аналізування технічних даних	3
6 Опрацьовування результатів експерименту	6

НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП

Цей стандарт є тотожний переклад ISO 8541–1986 Manganese and chromium ores — Experimental methods for checking the bias of sampling and sample preparation (Руди марганцеві та хромові. Експериментальні методи контролю систематичної похибки відбирання та готування проб).

Технічний комітет, відповідальний за цей стандарт, — ТК 9 «Руди залізні і марганцеві» (Центр Стандартрудсепо).

Стандарт містить вимоги, які відповідають чинному законодавству України.

До стандарту внесено такі редакційні зміни:

— вилучено довідковий матеріал «Вступ»;

— слова «цей міжнародний стандарт» замінено на «цей стандарт»;

— структурні елементи стандарту: «Титульний аркуш», «Передмову», «Національний вступ» та «Бібліографічні дані» — оформлено згідно з вимогами національної стандартизації України;

— до розділу 2 «Нормативні посилання» долучено «Національне пояснення», виділене рамкою.

Метод, поданий у цьому стандарті, можна застосовувати як контрольний під час постачання руд на зовнішній ринок.

В Україні чинний ДСТУ 3685–98 Руди залізні і марганцеві. Експериментальні методи перевірки систематичної похибки відбору проб.

В Україні замість ISO 4296-1:1983 Manganese ores — Sampling — Part 1: Increment sampling (Руди марганцеві. Відбирання проб. Частина 1. Відбирання точкових проб) чинний ДСТУ ISO 4296-1; замість ISO 4296-2:1983 Manganese ores — Sampling — Part 2: Preparation of samples (Руди марганцеві. Відбирання проб. Частина 2. Готування проб) чинний ДСТУ ISO 4296-2.

Копії документів, на які є посилання у цьому стандарті, можна замовити у Головному фонді нормативних документів.

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

РУДИ МАРГАНЦЕВІ ТА ХРОМОВІ
Експериментальні методи контролю
систематичної похибки відбирання та готування проб

РУДЫ МАРГАНЦЕВЫЕ И ХРОМОВЫЕ
Экспериментальные методы контроля
систематической погрешности отбора и подготовки проб

MANGANESE AND CHROMIUM ORES
Experimental methods for checking the bias
of sampling and sample preparation

Чинний від 2008–01–01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт установлює експериментальні методи контролювання систематичної похибки відбирання та готування проб марганцевих і хромових руд, як природних, так і перероблених, якщо проби відбирають згідно з методами, установленими у відповідних стандартах.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті є посилання на такі нормативні документи:
ISO 4296/1 Manganese ores — Sampling — Part 1: Increment sampling
ISO 4296/2 Manganese ores — Sampling — Part 2: Preparation of samples.

НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ

ISO 4296/1 Руди марганцеві. Відбирання проб. Частина 1. Відбирання точкових проб
ISO 4296/2 Руди марганцеві. Відбирання проб. Частина 2. Готування проб.

3 ЗАГАЛЬНІ УМОВИ

3.1 Проби відбирають та готують відповідно до методів, установлених у відповідних стандартах.

3.2 В експериментальному методі результати, отримані методом, який потрібно проконтролювати (позначають метод В), порівнюють із результатами, отриманими еталонним методом (позначають метод А), які розглядають як практично безпомилкові результати з технічного і статистичного погляду. Порівняння значущості різниці між двома середніми значеннями результатів експериментів за рівнем імовірності 5 % визначають статистичним методом випробовування.

3.3 Характеристиками якості, вибраними для експерименту, можуть бути основні хімічні елементи, гранулометричний склад або масова частка вологи руди.

3.4 Під час експерименту випробовуванню піддають не менше ніж 10 партій продукції або 10 частин партії продукції.

3.5 Якщо окремі точкові проби, відібрані від проби методом А і методом В, становлять пари, то для отримання даних для аналізування застосовують метод парних визначань. Для того щоб застосовувати метод парних визначань, аналізування необхідно запланувати і провести випробовування так, щоб складання парних проб, відібраних одна методом А, інша методом В, було б гарантовано технічно. Правильне складання парних проб буде гарантовано, якщо дві проби, відібрані методом А і методом В, є ідентичним матеріалом і одночасно підлягають дії однакового оброблення та випробовування в однакових умовах.

3.6 У випадках, якщо складання пар з окремих точкових проб, відібраних від проби методом А і методом В, ускладнено, застосовують метод аналізування технічних даних для непарних визначань.

Метод аналізування непарних даних, застосований у цьому стандарті, базується на тому, що кількість вимірювань методом А і методом В однакова. Для обох із методів від проби потрібно одержати однакову кількість точкових проб.

4 ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНІ МЕТОДИ

4.1 Експерименти для визначання систематичної похибки відбирання проб

4.1.1 Методи, що підлягають контролюванню

Приклади контролювання систематичної похибки методів відбирання проб наведено в 4.1.1.1—4.1.1.5.

4.1.1.1 Відбирання проб із конвеєрів

Метод А: Відбирання проб із зупиненої стрічки є еталонним методом, у якому кожну точкову пробу відбирають зі стрічки зупиненого конвеєра у встановленому місці з усієї ширини і товщини потоку руди необхідної довжини.

Метод В: Кожну точкову пробу відбирають довільно у межах потоку руди.

4.1.1.2 Відбирання проб із вагонів

Метод А: Відбирання проб із зупиненої стрічки (див. 4.1.1.1) є еталонним методом. Для експериментів використовують систему стрічкового конвеєра.

Метод В: Проба складається з необхідної маси і кількості точкових проб, що відбирають довільно з поверхні руди під час завантажування або розвантажування вагонів або вантажівок.

4.1.1.3 Відбирання проб зі штабелів

Метод А: Метод відбирання проб із конвеєрів, згідно з відповідними стандартами, є еталонним методом. Можна застосовувати метод А, рекомендований відповідно до 4.1.1.1.

Метод В: Метод відбирання проб зі штабелів, установлений у відповідних стандартах, є контрольним методом.

4.1.1.4 Відбирання проб із контейнерів

Метод А: Кожною точковою пробою є руда, що вміщується повністю у контейнері, вибраному довільно для відбирання проб.

Метод В: Кожну точкову пробу відбирають довільно із руди у контейнері, відбраному довільно для відбирання проб.

4.1.1.5 Механічне відбирання проб

Метод А: Точкові проби, відібрані методом А, наведеним у 4.1.1.1, є еталонною пробою.

Метод В: Кожну точкову пробу відбирають установленим первинним механічним пробо-відбірником.

4.1.2 Відбирання проб для експерименту

Дві об'єднані проби відбирають від тієї самої партії продукції, що опробовується, або від тієї самої частини партії продукції; одну з двох відбирають методом А, іншу — методом В. Об'єднану пробу відбирають методом А, позначаючи «об'єднана проба А», і методом В — «об'єднана проба В».

4.1.3 Готування експериментальних проб

Із двох об'єднаних проб, оброблених окремо, готують відповідну випробну пробу за тим самим методом і випробовують для отримання характеристик якості тим самим методом.

4.1.4 Парні точкові проби

Об'єднані проби А і В відбирають від частини руди, що складаються з індивідуальної точкової проби, яку розглядають практично як однорідну. Визначають характеристики якості та вимірювання і реєструють у протоколі, як подано у таблиці 3.

4.1.5 Непарні точкові проби

У випадку, якщо парні проби не склалися з точкових проб, вимірювання реєструють у протоколі, як подано у таблиці 4.

4.2 Експеримент для визначання систематичної похибки готування проби

4.2.1 Контрольні методи

Приклади контролювання систематичної похибки методів готування проби:

Метод А: Залишок проби, отриманий повністю після відбирання зі скороченої проби ділильником є еталонна проба.

Метод В: Проба, отримана після скорочення ділильником є контрольна проба.

Для методу А і методу В використовують однаковий ділильник.

Можуть бути запропоновані інші приклади стадій скорочування, різних ділильників тощо. Наприклад, якщо метод А — еталонний метод, метод В може бути такий, у якому використовують різні ділильники або меншу кількість стадій скорочування.

4.2.2 Готування експериментальних проб

Пару кінцевих проб готують від тієї самої проби, що її випробовують, одну — методом А, позначену «проба А», і другу — методом В, позначену «проба В».

4.2.3 Визначання і записування результатів

Визначають характеристики якості і вимірювання реєструють у протоколі, як подано у таблиці 4.

5 АНАЛІЗУВАННЯ ТЕХНІЧНИХ ДАНИХ

Випробовування на значимість різниці між двома результатами експериментів, тобто, відхилення результатів методу В від результатів еталонного методу А, виконують за допомогою t -випробовування. Для непарних визначань перед t -випробовуванням виконують F -випробовування на рівність дисперсій.

5.1 Парні дані

5.1.1 Розраховують різницю між парними вимірюваннями:

$$d_i = x_{Bi} - x_{Ai}, \quad i = 1, 2, \dots, k, \quad (1)$$

де x_{Ai} , x_{Bi} — це i -ті вимірювання проби А, отримані еталонним методом А, та i -ті вимірювання проби В, отримані контрольованим методом В відповідно;

d_i — i -та відмінність відхилу x_{Bi} від x_{Ai} ;

k — кількість пар вимірювань проби А або проби В.

5.1.2 Розраховують середнє значення різниць до десяткових часток:

$$\bar{d} = \frac{1}{k} \sum d_i, \quad (2)$$

де \bar{d} — середнє значення k різниць.

5.1.3 Розраховують незміщені оцінки дисперсії різниць:

$$V_d = \frac{1}{\phi} \left\{ \sum d_i^2 - (\sum d_i)^2 / k \right\}, \quad (3)$$

де V_d — незміщена оцінка дисперсії різниць;

ϕ — кількість ступенів свободи, $\phi = k - 1$.

5.1.4 Розраховують досліджуване t -значення, позначене t_0 , зводять до третього десяткового знака:

$$t_0 = \frac{\bar{d}}{\sqrt{V_d / k}}. \quad (4)$$

5.1.5 Відповідно до таблиці 1 одержують t -статистику за рівня значимості 5 % для ϕ ступеня свободи, позначену $t(\phi, 0,05)$ (відповідно до таблиці 1).

Таблиця 1 — $t(\phi, 0,05)^{1)}$

ϕ	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
t	2,262	2,228	2,201	2,179	2,160	2,145	2,131	2,120	2,110	2,101	2,093	2,086

5.1.6 Порівнюють абсолютне значення t_0 , отримане під час випробовування, зі значенням точки $t(\phi, 0,05)$, отриманої із таблиці.

$$\left. \begin{array}{l} \text{Якщо } |t_0| < t(\phi, 0,05), \text{ тоді } \bar{d} \text{ незначиме.} \\ \text{Якщо } |t_0| \geq t(\phi, 0,05), \text{ тоді } \bar{d} \text{ значиме.} \end{array} \right\} \quad (5)$$

Примітка. Щоб зробити висновок, див. розділ 6.

5.2 Непарні дані

5.2.1 F-випробовування для рівності двох дисперсій

Перед проведенням t -випробовування на значимість різниці між двома середніми значеннями, дисперсію результатів методу А і методу В необхідно випробовувати на рівність статистичним методом за допомогою F -випробовування, тому це дослідження називають ступенем випробовування дисперсій.

5.2.1.1 Для спрощення оброблення незведених виміри зводять до цілого числа:

$$\begin{aligned} X_{Ai} &= (x_{Ai} - c_1)h \quad i = 1, 2, \dots, n, \\ X_{Bi} &= (x_{Bi} - c_2)h \quad i = 1, 2, \dots, n, \end{aligned} \quad (6)$$

де x_{Ai} , x_{Bi} — незведені виміри проб А і В відповідно;

X_{Ai} , X_{Bi} — зведені виміри проб А і В відповідно;

c_1 , c_2 — відповідні постійні для зведення, вибрані довільно, кожна окремо;

h — стала, на яку множать, вибрана довільно, для зведення;

n — кількість вимірів проби А або проби В.

5.2.1.2 Розраховують середні значення вимірювань проб А і В, що позначають відповідно \bar{X}_A та \bar{X}_B і виражають за допомогою зворотніх перетворень:

$$\begin{aligned} \bar{X}_A &= c_1 + \frac{\bar{X}_A}{h}, \\ \bar{X}_B &= c_2 + \frac{\bar{X}_B}{h}, \end{aligned} \quad (7)$$

де

$$\bar{X}_A = \frac{1}{n} \sum X_{Ai}, \quad i = 1, 2, \dots, n$$

та

$$\bar{X}_B = \frac{1}{n} \sum X_{Bi}.$$

5.2.1.3 Розраховують суму квадратів, позначених S_A і S_B відповідно:

$$\begin{aligned} S_A &= \sum X_{Ai}^2 - \frac{1}{n} \left(\sum X_{Ai} \right)^2, \quad i = 1, 2, \dots, n \\ S_B &= \sum X_{Bi}^2 - \frac{1}{n} \left(\sum X_{Bi} \right)^2. \end{aligned} \quad (8)$$

¹⁾ Джерело: Фішер Р. А. і Ятес Ф. Статистичні таблиці для біологічних, сільськогосподарських і медичних досліджень, 4-е видання, 1953 р.

5.2.1.4 Розраховують незміщені оцінки дисперсій, позначених V_A і V_B відповідно:

$$V_A = \frac{S_A}{\phi_A}, \quad V_B = \frac{S_B}{\phi_B}, \quad V_A, V_B \geq 0, \quad (9)$$

де ϕ_A, ϕ_B — кількість ступенів свободи для проб А і В відповідно, $\phi_A = n_A - 1, \phi_B = n_B - 1$;
у цьому методі $n_A = n_B = n$.

5.2.1.5 За формулою (10) розраховують відношення V_B методу В до V_A еталонного методу А і зводять до другого десяткового знака.

У цьому методі допускається, що дисперсія еталонного методу А менше, ніж методу В ($V_A < V_B$), однак, якщо виявиться, що $V_A > V_B$, чисельник і знаменник міняють місцями так, що відношення стає більше одиниці, і застосовують формулу (10а):

$$F_0 = V_B/V_A \quad F_0 \geq 1, \quad (10)$$

$$F_0 = V_A/V_B \quad F_0 \geq 1. \quad (10a)$$

5.2.1.6 Одержують F -статистику на 5 % рівні значимості для ϕ_B і ϕ_A ступенів свободи ($\phi_B = \phi_A = \phi$), позначену $F(\phi, \phi; 0,05)$ (див. таблицю 2).

Таблиця 2 — $F(\phi, \phi; 0,05)^2$

ϕ	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
F	3,18	2,98	2,82	2,69	2,58	2,48	2,40	2,33	2,27	2,22	2,17	2,12

5.2.1.7 Порівнюють досліджуване значення F_0 , отримане під час експерименту, із точкою $F(\phi, \phi; 0,05)$, отриманою із таблиці 2.

Якщо $F_0 < F(\phi, \phi; 0,05)$, випробовування має позитивний результат (11)

Якщо $F_0 \geq F(\phi, \phi; 0,05)$, випробовування має негативний результат (12)

5.2.1.8 Якщо F -випробовування має позитивний результат, проводять t -випробовування відповідно до 5.2.2. Якщо F -випробовування має негативний результат, експериментальні результати бракують і, якщо необхідно, виконують експеримент повторно, а метод удосконалюють.

5.2.2 t -випробовування значимості різниці

5.2.2.1 Розраховують досліджуване значення t -статистики, позначене t_0 і зводять до третього десяткового знака:

$$t_0 = \frac{\bar{x}_B - \bar{x}_A}{\sqrt{\frac{S_A + S_B}{\phi_A + \phi_B} \left(\frac{1}{n_A} + \frac{1}{n_B} \right)}}, \quad (13)$$

звідси:

$$t_0 = \frac{\bar{x}_B - \bar{x}_A}{\sqrt{\frac{S_A + S_B}{\phi n}}}, \quad (14)$$

де $\phi_A = n_A - 1$;
 $\phi_B = n_B - 1$;
 $\phi_A = \phi_B = \phi$;
 $n_A = n_B = n$.

5.2.2.2 Порівнюють абсолютне значення t_0 , отримане під час експерименту, із точкою $t(2\phi, 0,05)$, отриманою відповідно до таблиці 1.

$$\left. \begin{array}{l} \text{Якщо } |t_0| < t(2\phi, 0,05), \text{ то } \bar{d} \text{ незначиме.} \\ \text{Якщо } |t_0| \geq t(2\phi, 0,05), \text{ то } \bar{d} \text{ значиме.} \end{array} \right\} \quad (15)$$

Примітка. Щоб зробити висновки про результат поданих випробувань, див. розділ 6.

²⁾ Джерело: Меррінгтон М. і Томпсон С. М. Таблиці точок відсоткових відношень зворотнього β - розподілення. Біометрика 33, 1943.

6 ОПРАЦЬОВУВАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ ЕКСПЕРИМЕНТУ

Якщо в ході *t*-випробовування різниця між результатами, отриманими методом В і методом А, незначна, тоді метод В вважають стандартним методом за умови, що між зацікавленими сторонами досягнуто згоди. Потрібно дотримуватися умов, установлених у 6.1—6.3.

6.1 Якщо різниця між значенням, отриманим під час стандартних випробовувань, та істинним значенням, або еталонним значенням статистично незначна за 5 % рівня значимості, припускається, що систематична похибка відсутня.

6.2 Якщо навіть різниця статистично значна, її розглядають із практичної або економічної точок зору, якщо незначна, тоді метод В вважають стандартним методом за умови, що, за необхідності, між зацікавленими сторонами буде досягнуто згоди.

6.3 Якщо різниця статистично незначна, але її вважають настільки великою, що її, на думку зацікавлених сторін, не можна не враховувати з практичної та економічної точок зору, необхідно виконати експеримент.

Таблиця 3 — Протокол *t*-випробовування парних вимірів (приклад)

Позначка експерименту:					
Вид руди: (наприклад марганцева руда)					
Дата експерименту:					
Партія продукції №	Назва руди	Характеристика якості (наприклад, % Mn)			
		X_{Bi}	X_{Ai}	$d_i = X_{Bi} - X_{Ai}$	d_i^2
1.					
2.					
.					
.					
.					
<i>k</i> .					
				Сума	

t-випробовування

$$\bar{d} = \frac{1}{k} \sum d_i \begin{cases} >0 \\ <0 \end{cases}$$

$$V_d = \frac{1}{\phi} \left\{ \sum d_i^2 - \left(\sum d_i \right)^2 / k \right\} = \dots\dots\dots$$

$$t_0 = \frac{\bar{d}}{\sqrt{V_d / k}} = \dots\dots\dots$$

$$t(\phi, 0,05) = \dots\dots\dots$$

$$|t_0| \begin{cases} \leq \\ > \end{cases} t(\phi, 0,05)$$

Висновок про результат *t*-випробування:

Редактор **С. Мельниченко**
Технічний редактор **О. Марченко**
Коректор **О. Ніколаєнко**
Верстальник **І. Барков**

Підписано до друку 03.09.2007. Формат 60 × 84 1/8.
Ум. друк. арк. 1,39. Зам. Ціна договірна.

Відділ наукового редагування
нормативних документів ДП «УкрНДНЦ»
03115, м. Київ, вул. Святошинська, 2