



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

РУДИ МАРГАНЦЕВІ ТА ХРОМОВІ

Експериментальні методи контролю
точності визначення вологи

(ISO 8531:1986, IDT)

ДСТУ ISO 8531:2005

Видання офіційне

БЗ № 7–2005/506

Київ
ДЕРЖСПОЖИВСТАНДАРТ УКРАЇНИ
2007

ПЕРЕДМОВА

1 ВНЕСЕНО: Технічний комітет зі стандартизації «Руди залізні, марганцеві та хромові» (ТК 9)
(Центр Стандартрудсепро)

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 8531:1986 Manganese and chromium ores — Experimental
methods for checking the precision of moisture determination (Руди марганцеві та хромові. Експе-
риментальні методи контролю точності визначення вологи)

Ступінь відповідності — ідентичний (IDT)

Переклад з англійської (en)

4 НА ЗАМІНУ: ДСТУ 3791–98 у частині марганцевих руд

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 Експериментальний метод	2
5 Аналізування експериментальних даних	2
6 Опрацьовування результатів експерименту	4
Додаток Суть методу для визначання допустимого відхилення під час визначання вологи об'єднаних проб	5

НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП

Цей стандарт є тотожний переклад ISO 8531:1986 Manganese and chromium ores — Experimental methods for checking the precision of moisture determination (Руди марганцеві та хромові. Експериментальні методи контролю точності визначення вологи).

Технічний комітет, відповідальний за цей стандарт, — ТК 9 (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.

В Україні замість ISO 4296-1:1984 Manganese ores — Sampling — Part 1: Increment sampling (Руди марганцеві. Відбирання проб. Частина 1. Відбирання точкових проб) чинний ДСТУ ISO 4296-1:2005.

Замість ISO 4296-2:1983 Manganese ores — Sampling — Part 2: Preparation of samples (Руди марганцеві. Відбирання проб. Частина 2. Готування проб) чинний ДСТУ ISO 4296-2:2005.

Замість ISO 4299:1989 Manganese ores — Determination of moisture content (Руди марганцеві. Визначання масової частки вологи) чинний ДСТУ ISO 4299:2005.

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
точності визначення вологи**

РУДЫ МАРГАНЦЕВЫЕ И ХРОМОВЫЕ

**Экспериментальные методы контроля
точности определения влаги**

MANGANESE AND CHROMIUM ORES

**Experimental methods for checking
the precision of moisture determination**

Чинний від 2008-01-01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт установлює експериментальні методи, застосовані для перевіряння точності визначання вологи марганцевих та хромових руд, як природних, так і перероблених, виконаних відповідно до методів, установлених у відповідних стандартах.

Примітка. Суть методу визначання допустимого відхилення для дублікатних визначень вологи на об'єднаних пробах наведено в додатку А.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті є посилання на такі нормативні документи:

ISO 4296-1:1984 Manganese ores — Sampling — Part 1: Increment sampling

ISO 4296-2:1983 Manganese ores — Sampling — Part 2: Preparation of samples

ISO 4299:1989 Manganese ores — Determination of moisture content.

НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ

ISO 4296-1:1984 Руди марганцеві. Відбирання проб. Частина 1. Відбирання точкових проб

ISO 4296-2:1983 Руди марганцеві. Відбирання проб. Частина 2. Готування проб

ISO 4299:1989 Руди марганцеві. Визначання масової частки вологи.

3 ЗАГАЛЬНІ УМОВИ

3.1 Відбирання, готування проб на вологу та визначання вологи виконують відповідно до методів, установлених у відповідних стандартах.

3.2 Масу та кількість точкових проб для проби, призначеної для експерименту, визначають згідно з вимогами ISO 4296-1 для марганцевих руд та відповідних стандартів на хромові руди.

3.3 Рівні масової частки вологи для марганцевих руд наведено у таблиці ISO 4299, для хромових руд — у відповідному стандарті.

3.4 Експеримент повторюють не менше ніж 10 раз для будь-якого рівня масової частки вологи.

3.5 Середнє значення масової частки вологи в партії продукції, одержане цим експериментом, можна використовувати для комерційних цілей.

4 ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНИЙ МЕТОД

4.1 Метод відбирання проб

Від партії продукції відбирають дві об'єднані проби або підпроби, кожна з яких складається з певної кількості точкових проб установленої маси, яка відповідає вимогам ISO 4296-1 для марганцевих руд та відповідному стандарту для хромових руд.

4.2 Готування експериментальних проб

Від кожної об'єднаної проби готують дві проби на вологу. Окремо виконують готування двох наборів проб.

4.3 Готування проб на вологу

4.3.1 Крупність і маса проби для визначання вологи за крупності крупнокускових руд мінус 22,4 мм — 5 кг, а за мінус 10,0 мм — 1 кг.

Примітка. Будь-яке зменшення крупності проби або маси проби на визначання вологи виконують із крайньою пересторогою, щоб не допустити втрати вологи.

4.3.2 Крупність і маса проби для визначання вологи у дрібнозернистих рудах за крупності часток мінус 10,0 мм — 1 кг. Як приклад див. рисунок 1 проведення випробування на вологу.

4.4 Апаратура та метод визначання вологи

Вимоги до апаратури та методу досліджень марганцевих руд на вологу встановлено в ISO 4299 та у відповідному стандарті для хромових руд.

4.5 Протокол випробовування

Рекомендовано експериментальні дані записувати у протокол випробовування, як подано у таблиці 1.

5 АНАЛІЗУВАННЯ ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНИХ ДАНИХ

Аналізувати експериментальні дані треба для кожного рівня масової частки вологи.

5.1 Об'єднана похибка скорочування та вимірювання¹⁾

Розрахункову величину об'єднаної похибки скорочування та вимірювання, виражену середнім квадратичним відхилом, обчислюють із рівнянь:

$$\bar{R}_1 = \frac{1}{2r} (\sum |x_{i11} - x_{i12}| + \sum |x_{i21} - x_{i22}|), \quad (1)$$

$$\hat{\sigma}_{DM} = \bar{R}_1 / d_2, \quad (2)$$

де x_{i11} , x_{i12} , x_{i21} і x_{i22} — окремі виміри двох різних спарених парних проб i -го експерименту;
 r — кількість експериментів ($r \geq 10$);

$\bar{R}_1$ — середній розмах двох рядів двох різних дублікатних вимірів;

$\hat{\sigma}_{DM}$ — розрахункову величину об'єднаної похибки скорочування та вимірювання виражено середнім квадратичним відхилом;

d_2 — коефіцієнт оцінювання середнього квадратичного відхилу від розмаху ($d_2 = 1,128$ для дублікатних вимірів).

¹⁾ Джерело: Американське товариство з випробовування матеріалів. Довідник із контролювання якості матеріалів, Філадельфія, поліаміди. Американське товариство з випробовування і матеріалів, 1951.

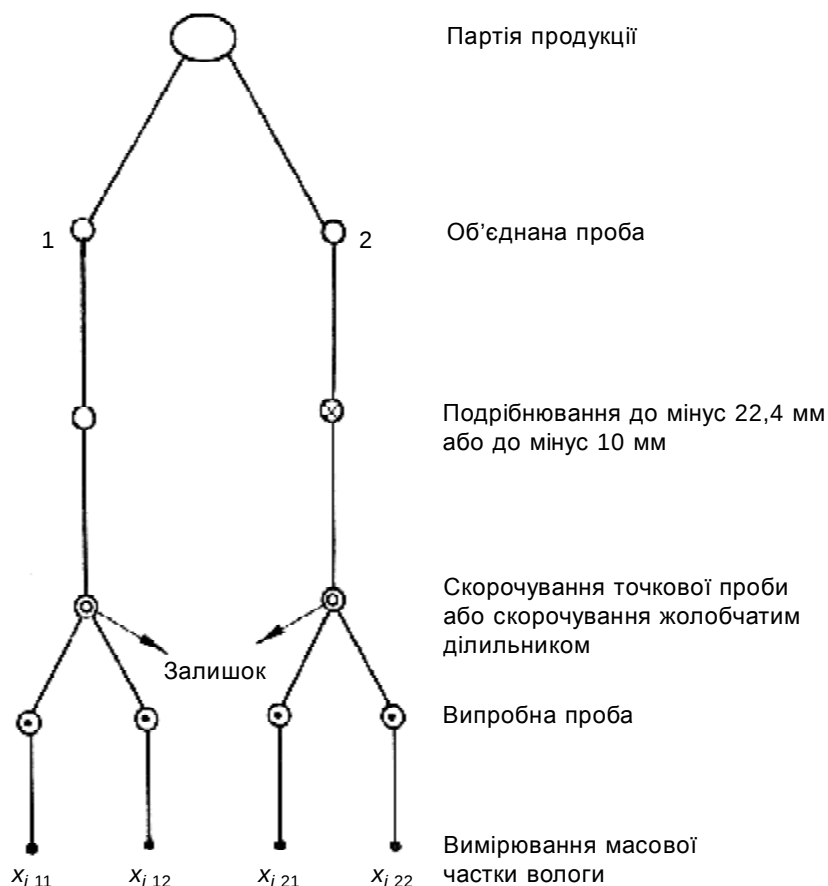


Рисунок 1 — Схема готування проб для експериментального визначання масової частки вологи

5.2 Похибка відбирання проб та визначання масової частки вологи партії продукції

5.2.1 Розрахункову величину похибки відбирання проб, виражену середнім квадратичним відхилом, обчислюють із рівнянь:

$$\left. \begin{aligned} \bar{x}_{i1} &= \frac{1}{2}(x_{i11} + x_{i12}), \\ \bar{x}_{i2} &= \frac{1}{2}(x_{i21} + x_{i22}), \end{aligned} \right\} \quad (3)$$

$$\bar{R}_2 = \frac{1}{r} \sum |\bar{x}_{i1} - \bar{x}_{i2}|, \quad (4)$$

$$\hat{\sigma}_{SDM} = \bar{R}_2 / d_2, \quad (4a)$$

$$\hat{\sigma}_S = \sqrt{\hat{\sigma}_{SDM}^2 - \frac{\hat{\sigma}_{DM}^2}{2}}, \quad (5)$$

де $\bar{x}_{i1}, \bar{x}_{i2}$ — відповідні середні значення дублікатних вимірів i -го експерименту;

$\bar{R}_2$ — середнє размахів $\bar{R}_2 (|\bar{x}_{i1} - \bar{x}_{i2}|)$;

$\hat{\sigma}_S$ — розрахункову величину похибки відбирання проб виражено середнім квадратичним відхилом;

$\hat{\sigma}_{SDM}$ — розрахункова величина об'єднаної похибки відбирання проб, скорочування та вимірювання.

5.2.2 Масова частка вологи i -ої партії продукції, що підлягає випробовуванню, буде загальним середнім значенням вимірювань масової частки вологи (позначеним $\bar{\bar{x}}_i$), отриманим із формули:

$$\bar{\bar{x}}_i = \frac{1}{2}(\bar{x}_{i1} + \bar{x}_{i2}). \quad (6)$$

5.3 Розраховування похибки у дві сигми

5.3.1 Розрахункове значення об'єднаної похибки скорочування і вимірювання, $\hat{\beta}_{DM}$, у дві сигми розраховують за результатом, отриманим за формулою (2):

$$\hat{\beta}_{DM} = 2\hat{\sigma}_{DM}. \quad (7)$$

5.3.2 Розрахункове значення похибки відбирання проб у дві сигми, $\hat{\beta}_S$, розраховують за результатом, отриманим за формулою (5):

$$\hat{\beta}_S = 2\hat{\sigma}_S. \quad (8)$$

5.3.3 Розрахункове значення загальної похибки у дві сигми, $\hat{\beta}_{SDM}$, розраховують за результатом, отриманим за рівнянням (4а). У цьому випадку застосовують результати двократного вимірювання масової частки вологи, що задовольняють вимоги допустимого відхилення, встановленого у відповідному стандарті

$$\hat{\beta}_{SDM} = 2\hat{\sigma}_{SDM}. \quad (9)$$

6 ОПРАЦЬОВУВАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ ЕКСПЕРИМЕНТУ

6.1 Якщо яке-небудь одне або всі значення $\hat{\beta}_{DM}$, $\hat{\beta}_S$ і $\hat{\beta}_{SDM}$, отримані за результатами цього експерименту, значно більші ніж значення $\hat{\beta}_{DM}$, $\hat{\beta}_S$ і $\hat{\beta}_{SDM}$ у порівнянні з встановленими у відповідних стандартах, то перед тим, як вносити які-небудь зміни, що стосуються методів дослідження, треба перевірити, чи не відбувалося випарювання вологи в експериментальних пробах.

6.2 У випадку, коли контроль експериментальних досліджень є достатнім, але $\hat{\sigma}_S$ або $\hat{\sigma}_{DM}$ є досить великими, то потрібно переглянути інструкції із методів відбирання і готування проб відповідно до вимог стандартів. Якщо будуть виявлені недоліки, то необхідно провести роботу щодо їх усунення.

6.3 Що стосується робіт із перегляду інструкцій на методи випробовування, то необхідно приймати рішення враховуючи:

а) дослідження відповідності обирання дробарок, застосовуваних для готування проб на вологу;

б) статистичний аналіз співвідношення між рівнем масової частки вологи партії продукції і об'єднаною похибкою скорочування і вимірювання проби.

Таблиця А1 — Протокол проведення експериментального визначання вологи (приклад)

Позначення експерименту:										
Вид руди: (наприклад марганцева руда)										
Рівень масової частки вологи:										
Дата експерименту:										
Номер партії продукції	Назва руди	Маса партії продукції, т			Максимальна крупність, мм	Маса точкової проби, кг		Кількість точкових проб		
1										
2										
.										
.										
10										
Номер партії продукції	Об'єднана проба 1				Об'єднана проба 2					
	x_{i11}	x_{i12}	$\bar{x}_{i1}$	R_1	x_{i21}	x_{i22}	$\bar{x}_{i2}$	R_1	$\bar{x}_i$	R_2
1										
2										
.										
.										
10										

Розрахунок:

$$\hat{\sigma}_{SDM} = \bar{R}_2 / 1,128 = \dots$$

$$\hat{\sigma}_{DM} = \bar{R}_1 / 1,128 = \dots$$

$$\hat{\sigma}_S = \sqrt{\hat{\sigma}_{SDM}^2 - \frac{\hat{\sigma}_{DM}^2}{2}} = \dots$$

ДОДАТОК
(обов'язковий)

СУТЬ МЕТОДУ ДЛЯ ВИЗНАЧАННЯ ДОПУСТИМОГО ВІДХИЛУ ПІД ЧАС ВИЗНАЧАННЯ ВОЛОГИ ОБ'ЄДНАНИХ ПРОБ

(це додаток форм, які формують частину стандарту)

А.1 Загальне

Цей додаток являє собою суть методу визначання допустимого відхилення, визначеного на рівні ймовірності 95 %, використовуюваного для вимірювання масової частки вологи всередині лабораторії на об'єднаній пробі.

А.2 Загальний експеримент

Спільний експеримент є необхідною схемою та базується на проведенні загального експерименту на визнанні і взаєморозумінні між фірмами під час перевіряння показників, пов'язаних із контролюванням якості руди у кожній країні.

А.3 Об'єднана похибка скорочування та вимірювання

Розрахункове значення об'єднаної похибки скорочування та вимірювання, виражене варіацією (позначеною $\hat{\sigma}_{DM}^2$), одержують із результатів експерименту та обчислюють за формулою:

$$\hat{\sigma}_{DM}^2 = (\bar{R}_1/d_2)^2. \quad (\text{A.1})$$

А.4 Подання даних

Розрахункове значення об'єднаної похибки скорочування і вимірювання, що їх класифікували за рівнем масової частки вологи в кожному виді руди, отриманих під час лабораторних випробовувань, буде повідомлено у комітет, відповідальний за координацію спільного експерименту.

Середнє значення ряду значень, $\hat{\sigma}_{DM}^2$, обчислюють за формулою:

$$\bar{\sigma}_{DM} = \sqrt{\frac{1}{h} \sum \hat{\sigma}_{DM}^2}, \quad (\text{A.2})$$

де $\bar{\sigma}_{DM}$ — середнє значення декількох розрахункових значень об'єднаної похибки скорочування і вимірювання масової частки вологи на основі середнього квадратичного відхилення;

h — кількість значень $\hat{\sigma}_{DM}^2$.

А.5 Допустимий відхил

А.5.1¹⁾ Граничну величину $\hat{T}$, із допустимою ймовірністю 95 %, допустимого відхилення в межах лабораторії для дублікатних випробовувань вологи обчислюють за формулою:

$$\hat{T} = D_2(0,95) \bar{\sigma}_{DM}, \quad (\text{A.3})$$

де $\bar{\sigma}_{DM}$ — середнє число декількох значень $\hat{\sigma}_{DM}$, отриманих із рівняння (А.2);

$D_2(0,95)$ — відповідний коефіцієнт, із допустимою ймовірністю 95 %, для обчислювання допустимого відхилення між двома дублікатними результатами (у цьому випадку $D_2 = 2,77$).

А.5.2 Визначання допустимого відхилення, позначеного T , з областю повноважень технічного комітету з марганцевих руд.

¹⁾ Джерело: Pearson E. S. і Hartley H. O. Біометричні таблиці для статистиків. Том I. Кембрідж, Велика Британія, друкарня Кембріджського університету з біометрики.

Код УКНД 73.060.20

Ключові слова: визначання, випробовування, волога, мінерали і руди, руди марганцеві, руди хромові, точність.

Редактор **С. Мельниченко**

Технічний редактор **О. Марченко**

Коректор **Н. Тонишева**

Верстальник **І. Барков**

Підписано до друку 20.11.2007. Формат 60 × 84 1/8.

Ум. друк. арк. 0,93. 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 р., серія ДК, № 1647