

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 10322.4—2014/ISO 3086:2006  
代替 GB/T 10322.4—2000

## 铁矿石 校核取样偏差的实验方法

Iron ores—Experimental methods for checking the bias of sampling

(ISO 3086:2006, IDT)

2014-06-24 发布

2015-04-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会

发布

## 目 次

前言 .....	I
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	1
4 原理 .....	1
5 一般条件 .....	1
6 取样和制样方法 .....	2
6.1 取样 .....	2
6.2 制样 .....	2
7 试验数据的分析 .....	2
7.1 差值计算 .....	2
7.2 测定各个差值的平均值和标准偏差 .....	2
7.3 离群值检验-格鲁布斯检验 .....	3
7.4 偏差试验统计数据的选择 .....	4
7.5 偏差的统计分析 .....	4
8 试验报告 .....	5
附录 A (规范性附录) 统计分析的流程 .....	6
附录 B (资料性附录) 试验数据计算示例 .....	8

## 前 言

GB/T 10322《铁矿石》分为 8 个部分：

- 第 1 部分：铁矿石 取样和制样方法；
- 第 2 部分：铁矿石 评定品质波动的实验方法；
- 第 3 部分：铁矿石 校核取样精密度的实验方法；
- 第 4 部分：铁矿石 校核取样偏差的实验方法；
- 第 5 部分：铁矿石 交货批水分含量的测定；
- 第 6 部分：铁矿石 热裂指数的测定方法；
- 第 7 部分：铁矿石 粒度分布的筛分测定；
- 第 8 部分：铁矿石 比表面积的单点测定 氮吸附法。

本部分为 GB/T 10322 的第 4 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 10322.4—2000《铁矿石 校核取样偏差的实验方法》，本部分与 GB/T 10322.4—2000 相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 增加了“离群值检验-格鲁布斯检验”；
- 增加了“偏差试验统计数据的选择”。

本部分使用翻译法等同采用 ISO 3086:2006《铁矿石 校核取样偏差的实验方法》。

与本部分中规范性引用的国际文件有一致性对应关系的我国文件如下：

- GB/T 10322.1—2014 铁矿石 取样和制样方法(ISO 3082:2009, IDT)
- GB/T 10322.3—2000 铁矿石 校核取样精密度的实验方法(ISO 3085:1996, IDT)
- GB/T 10322.7—2004 铁矿石 粒度分布的筛分测定(ISO 4701:1999, IDT)

本部分做了下列编辑性修改：

- 在“范围”中增加了“本部分适用于对铁矿石进行校核取样偏差的实验方法。”；
- “规范性引用文件”中用等同采用的国家标准代替了相应的国际标准，同时由于在 ISO 原标准的正文中引用了“ISO 4701”标准，故在“规范性引用文件”增加了对“ISO 4701”的引用。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国铁矿石与直接还原铁标准化技术委员会(SAC/TC 317)归口。

本部分起草单位：宝山钢铁股份有限公司、冶金工业信息标准研究院、宁波检验检疫科学技术研究院。

本部分主要起草人：陈小奇、王晗、王春生、孙良、吉华东、于成峰、陈自斌、曹国洲。

本部分所替代标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 10322.4—2000。

## 铁矿石 校核取样偏差的实验方法

### 1 范围

当按照 ISO 3082:2002 规定的方法进行取样时,本部分规定的实验方法是以 ISO 3082:2002 的停带取样法作为标准方法来校核铁矿石的取样偏差。

推荐在偏差试验之前进行机械取样系统的检查。

对于一个不完全符合 ISO 3082:2002 的取样系统,通常不希望有偏差。因此,对不符合 ISO 3082:2002 条件的主要影响有异议时,可做偏差校核实验。如果一方认为在某些特定条件下,偏差可能很大,那么当采用这些条件时,通常也应做偏差试验。

本部分适用于对铁矿石进行校核取样偏差的实验方法。

注:这里描述的实验数据的分析方法,本部分应用于:

- a) 以 ISO 3082:2002 样品制备作为标准方法,校核铁矿石样品制备偏差。
- b) 以 ISO 4701 手工筛分法作为标准方法,校核筛分铁矿石粒度分布偏差。
- c) 校核从不同的场所,如装货港和卸货港采集同一批量的样品,获得的结果可能有明显的差别。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 20565—2006 铁矿石和直接还原铁 术语(ISO 11323:2002, IDT)

ISO 3082:2002 铁矿石 取样和制样方法(Iron ores—Sampling and sample preparation procedures)

ISO 3085:2002 铁矿石 校核取样精密度的实验方法(Iron ores—Experimental methods for checking the precision of sampling, sample preparation and measurement)

ISO 4701 铁矿石和直接还原铁 粒度分布的筛分测定(Iron ores and direct reduced iron—Determination of size distribution by sieving)

### 3 术语和定义

GB/T 20565—2006 界定的术语和定义适用于本文件。

### 4 原理

将被校核的方法(称作方法 B)与在技术和经验上被认为不产生偏差的标准方法(称作方法 A)得到的结果加以比较,如果用方法 B 和方法 A 得到的结果之间在统计意义上无显著差异,可将方法 B 作为日常方法采用。在 90% 的置信区间内,通过实测的平均偏差与相应的偏差  $\delta$  (见 5.2) 的比较来评估该差异。

### 5 一般条件

5.1 试验交货批数应不少于 10 批。是否需要增加试验批数,取决于在至少 10 批的基础上,实际平均

偏差置信区间统计分析结果和离群值检验的结果。

注：对同一原料采用方法 A 和方法 B 取样，用相同的方法制样和测定，得到一对测试数据。

5.2 相关偏差  $\delta$  应预先确定，当相关偏差  $\delta$  已足够大时，为降低平均偏差所采取的措施是合理的。原则上，相关偏差  $\delta$  可小于根据 ISO 3085:2002 确定的取样、制样和测定的标准偏差  $\sigma_{SPM}$ 。

注：如果实验目的仅为校核样品制备， $\delta$  值可以小于按 ISO 3085:2002 所确定  $\sigma_{PM}$ 。

5.3 品质特性诸如全铁含量、水分含量、粒度分布和物理性能均可采用。

## 6 取样和制样方法

### 6.1 取样

校核取样偏差的标准方法(方法 A)为 ISO 3082:2002 的停带取样法。

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

被校核的方法 B 尽可能按照 ISO 3082:2002 方法实施，应该用与方法 A 相同的原料。

方法 B:方法 B 的实例，如用机械取样器在移动过程中取样和在转运时取样，或从船舱和货车中取样。考虑矿石流波动的因素，方法 A 和方法 B 样品应尽可能在近邻的部分采取试样。

### 6.2 制样

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

6.2.2 按照 ISO 3082:2002 的规定，用同样的方法制备 A 和 B 两个大样，并按有关标准规定进行分别试验得到一对测定值。

6.2.3 按上述步骤，进行 10 批或 10 批以上的试验(见 5.1)。

当方法 A 和方法 B 能够从矿石的邻近部分采取份样时，建议单独对份样或副样进行制样和试验。这样可使得组成 10 对或 10 对以上的测定值进行比较，要比用全部批数的测定值进行比较更快些。上述的比较，应该用相同类型的矿石，从若干批中采取成对份样，但不允许由份样和大样组成若干对，而应该是份样或大样其中的一种若干对的进行比较。

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

## 7 试验数据的分析

### 7.1 差值计算

7.1.1 用  $X_{Ai}$ 、 $X_{Bi}$  分别表示按照方法 A 和方法 B 得到的测定值。当取制样和测定采用相同方法时，也可以表示为同一方法测定数据的平均值。

7.1.2 用式(1)计算  $X_{Ai}$  和  $X_{Bi}$  之间的差值  $d_i$ 。

$$d_i = X_{Bi} - X_{Ai} \quad i = 1, 2, 3, \dots, k \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

$k$ ——成对测定的组号。

### 7.2 测定各个差值的平均值和标准偏差

7.2.1 用式(2)计算差值的平均值  $\bar{d}$  并比原值多 1 位小数。

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

7.2.2 用式(3)计算  $SS_d$ ,用式(4)计算标准偏差  $S_d$  并比过程数据多 1 位小数。

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

$$S_d = \sqrt{\frac{SS_d}{(k-1)}} \quad \dots\dots\dots (4)$$

7.3 离群值检验-格鲁布斯检验

7.3.1 把  $d_i$  从小到大排序。

7.3.2 用式(5)计算格鲁布斯统计量  $G_k$ ,用式(6)计算  $G_1$  :

$$G_k = \frac{d_k - \bar{d}}{S_d} \quad \dots\dots\dots (5)$$

$$G_1 = \frac{\bar{d} - d_1}{S_d} \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

$d_k$ —— $d_i$  中的最大值;

$d_1$ —— $d_i$  中的最小值。

7.3.3 选择  $G_k$  和  $G_1$  中较大值。

7.3.4  $G_k$  和  $G_1$  中较大值与表 1 中在 5%置信水平下格鲁布斯检验临界值比较。

表 1 格鲁布斯检验临界值

$k$	临界值(5%)	$k$	临界值(5%)	$k$	临界值(5%)
6	1.887	12	2.412	18	2.651
7	2.020	13	2.462	19	2.681
8	2.126	14	2.507	20	2.709
9	2.215	15	2.549	21	2.733
10	2.290	16	2.585	22	2.758
11	2.355	17	2.620	23	2.781

注: 针对更宽范围观察数和其他显著水平格鲁布斯检验临界值,在格鲁布斯、F.E 和 Beck G 等人(1972)的试样粒度和离群观察值显著性测试百分数,技术计量学 14,页码:847~854 中给出。

7.3.4.1 如果  $G_k$  和  $G_1$  中较大值小于或等于该临界值,说明数据无离群,按 7.5 进行。

7.3.4.2 如果  $G_k$  和  $G_1$  中较大值大于该临界值:

a) 如果  $G_k$  是较大值,则差值的最大值  $d_k$  是离群值;

b) 如果  $G_1$  是较大值,则差值的最小值  $d_1$  是离群值。

7.3.5 剔除离群值  $d_i$ ,重复 7.2~7.3.3 中描述的过程。

7.3.6  $G_k$  和  $G_1$  中较大值与表 1 中在 5%置信水平下格鲁布斯检验临界值比较。

7.3.6.1 如果  $G_k$  和  $G_1$  中较大值小于或等于该临界值,说明数据无离群,按 7.4 进行。

7.3.6.2 如果  $G_k$  和  $G_1$  中较大值大于该临界值:

a) 如果  $G_k$  是较大值,则差值的最大值  $d_k$  是离群值;

b) 如果  $G_1$  是较大值,则差值的最小值  $d_1$  是离群值。

7.3.7 如果至少 60%的初始数据还保留,按 7.3.5 进行。

7.3.8 如果没有,停止离群数据检验,恢复所有离群值且按 7.5 进行。

7.4 偏差试验统计数据的选择

7.4.1 引起离群值的原因是确定的

通过格鲁布斯检验一旦发现离群值,要考虑到引起这些离群值的原因是确定的,例如水分含量改变,取样机开口部分堵塞,或被取样材料的特性改变。

每个已确定引起离群值的原因是合理可信的,如果原因可能在将来发生,则恢复所有离群值,但是如果这些原因不可能在将来发生,则剔除该离群值。

7.4.2 引起离群值的原因是不确定的

如果引起离群值的原因无法以合理可信的方法确定,那么应该剔除这个离群值。

7.4.3 考虑保留数据的量

如果至少还保留 10 对测定组数,按照 7.5 进行。如果没有,需要进行再取样和检验来完成至少 10 对测定组数,除去已经认定原因且不可能在将来发生的这些离群值,恢复其他已剔除的离群值,重复 7.1~7.4 步骤,因为与先前离群值分类有差异或当格鲁布斯检验应用到更大数据结果时,原先剔除的离群值可能不会被发现成为离群值。

7.5 偏差的统计分析

7.5.1  $\bar{d}$  置信区间的确定

7.5.1.1 计算作为离群值还未被剔除的差值平均值和标准偏差

7.5.1.2 用式(7)计算置信区间的下限  $LL$ ,用式(8)计算置信区间的上限  $UL$ ,保留相同小数点位数。

$$LL = \bar{d} - t \frac{S_d}{\sqrt{k}} \dots\dots\dots (7)$$

$$UL = \bar{d} + t \frac{S_d}{\sqrt{k}} \dots\dots\dots (8)$$

式中:

$t$  ——自由度( $k-1$ )时  $t$  分布的值,列于表 2;

$k$  ——离群值还未被剔除时成对测定组数。

表 2 是通过给出成对测定组数  $k$ ,对应的自由度( $k-1$ )时的  $t$  值。

7.5.2 置信区间的说明

画一条水平坐标直线,在中间标出零点,并将  $LL$ 、 $UL$ 、 $+\delta$  和  $-\delta$  值标在水平坐标上。

检查  $LL$ 、 $UL$  的区间是否包含在  $+\delta$  和  $-\delta$  的区间内。

如果是,说明没有显著性差异,不必再为降低偏差而采取措施,并可停止试验,可把方法 B 作为日常采用的方法。

如果不是这样,检查零点是否包含在  $LL$  和  $UL$  的区间内。

如果零点不在这个区间,那么方法 B 不能作为日常方法被采用,并应调整取样系统。

如果零点包含在这个区间内,则需进一步再取样试验,但为节省费用,以尽可能少的补充实验,重复 7.1~7.5 的步骤,直至检验结论可接受,或者明确拒绝该方法作为日常方法为止。统计分析的流程见附录 A,试验数据计算参见附录 B。

表 2 10%显著性水平的  $t$  值(双测检验)

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

注 1: 表 2 出自 ISO 2602:1980 试验结果的统计分析 平均值估算 置信区间。  
注 2: 表中  $t$  值可在大量统计教科书里查到。

## 8 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 参照的标准;
- b) 试验操作人员和管理者的姓名;
- c) 试验地点;
- d) 试验报告签发日期;
- e) 试验期限;
- f) 测定特性和参照的标准;
- g) 被调查批的详情;
- h) 取样和制样的详情;
- i) 离群值检验的结果和结论;
- j)  $t$  值和结论;
- k) 管理者的评价和意见;
- l) 根据结果采取的措施。



附录 A  
(规范性附录)  
统计分析的流程

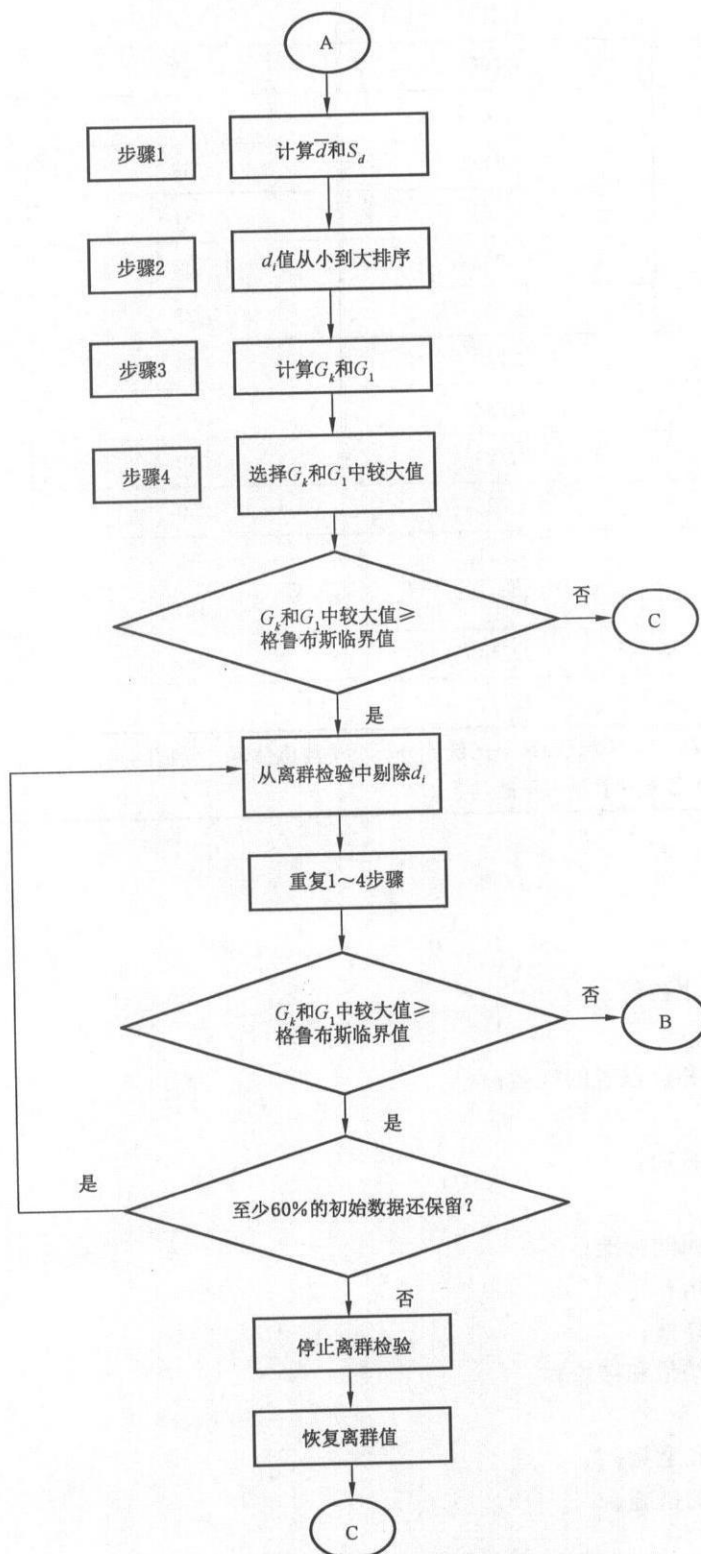


图 A.1 格鲁布斯离群值检验流程图

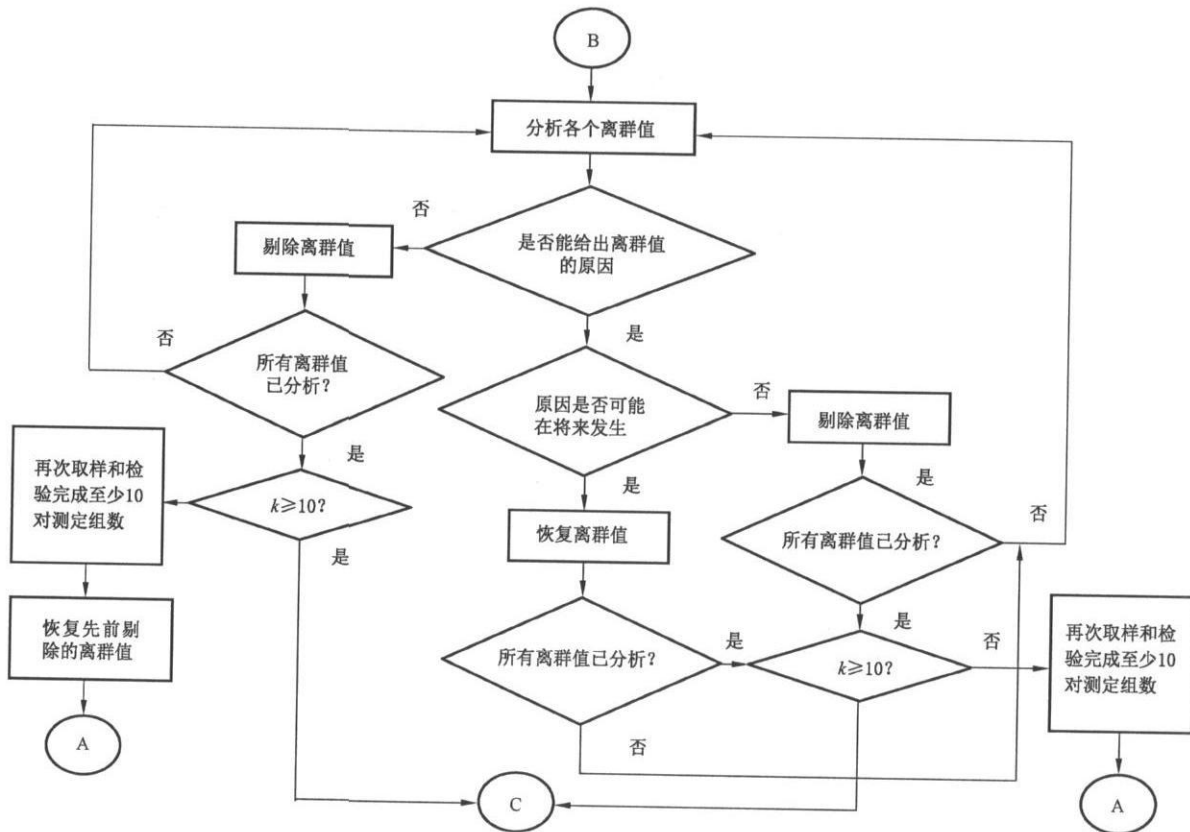


图 A.2 离群值确认流程图

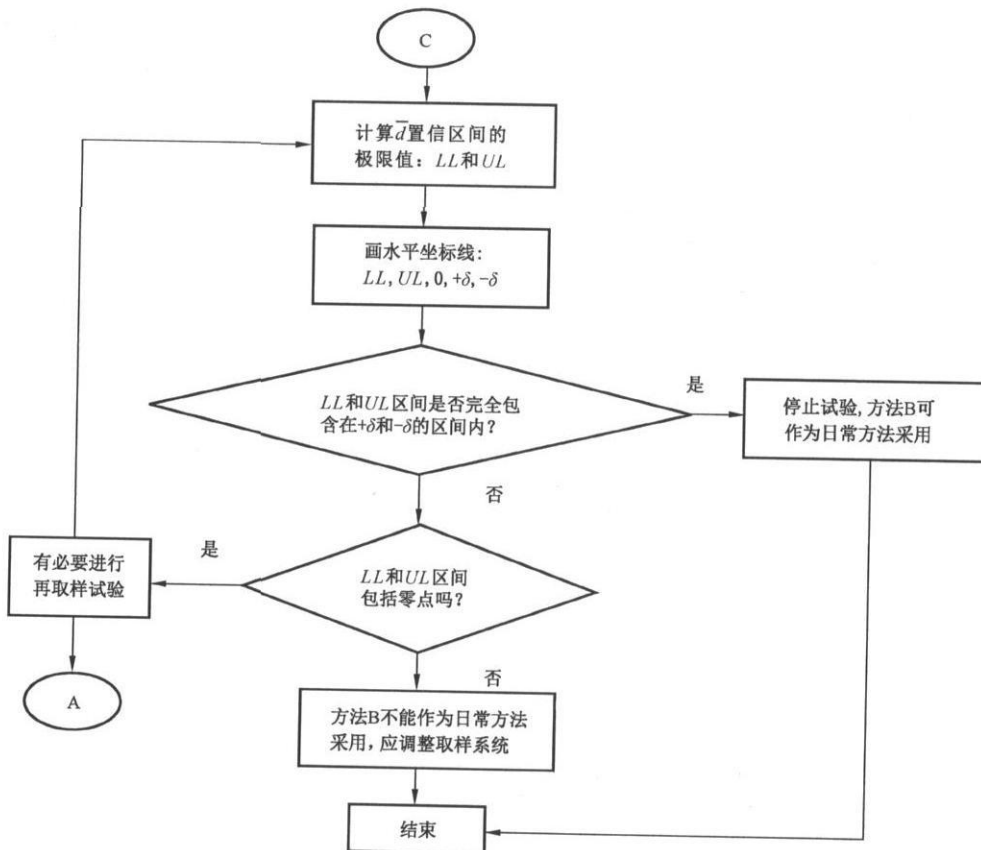


图 A.3 偏差检验流程图

**附录 B**  
(资料性附录)  
**试验数据计算示例**

表 B.1~表 B.5 中所示试验数据是从实际试验中获得的。通过对两个方法(A 和 B)得到的结果增加一个常数进行了转换,以便保存原始数据。然而试验条件和相关值仅是示例。

**B.1 数值示例 1**

( $\delta$ : 0.10% 全铁含量)

表 B.1 数值示例是一个机械取样(方法 B)和标准方法 A 的比较试验结果。试验中测得的偏差,就全铁含量而言  $\delta=0.10\%$ 。

**表 B.1 试验数据**

批	全铁含量/%		$d_i = X_{Bi} - X_{Ai}$	$d_i^2$
	$X_{Bi}$	$X_{Ai}$		
1	63.71	63.75	-0.04	0.001 6
2	62.98	62.95	0.03	0.000 9
3	63.24	63.70	-0.46	0.211 6
4	63.77	63.93	-0.16	0.025 6
5	60.01	60.82	-0.81	0.656 1
6	63.82	63.99	-0.17	0.028 9
7	63.85	64.09	-0.24	0.057 6
8	64.20	64.21	-0.01	0.000 1
9	64.08	64.12	-0.04	0.001 6
10	64.07	64.27	-0.20	0.040 0
		合计	-2.10	1.024 0

$$\bar{d} = \frac{1}{k} \sum d_i = \frac{-2.10}{10} = -0.210$$

$$SS_d = \sum d_i^2 - \frac{1}{k} (\sum d_i)^2 = 1.024 - \frac{(-2.10)^2}{10} = 0.583$$

$$S_d = \sqrt{\frac{SS_d}{k-1}} = \sqrt{0.583/9} = 0.255$$

离群值检验:

$d_i$  值排序: -0.81; -0.46; -0.24; -0.20; -0.17; -0.16; -0.04; -0.04; -0.01; 0.03。

$$G_k = \frac{d_k - \bar{d}}{S_d} = \frac{0.03 - (-0.210)}{0.255} = 0.941$$

$$G_1 = \frac{\bar{d} - d_1}{S_d} = \frac{-0.210 - (-0.81)}{0.255} = 2.353$$

$G_k$  和  $G_1$  中较大值 = 2.353

从表 1 可以得到 10 对测试数据格鲁布斯临界值为 2.290。

由于  $G_1 > 2.290$ , 得出结论是  $d_i = -0.81$  是离群值。

接着采用剩余 9 对数据进行离群检验。

$$\bar{d} = \frac{1}{k} \sum d_i = \frac{-1.29}{9} = -0.143$$

$$SS_d = \sum d_i^2 - \frac{1}{k} (\sum d_i)^2 = 0.368 - \frac{(-1.29)^2}{9} = 0.183$$

$$S_d = \sqrt{\frac{SS_d}{(k-1)}} = \sqrt{0.183/8} = 0.151$$

离群值检验:

$d_i$  值排序:  $-0.46; -0.24; -0.20; -0.17; -0.16; -0.04; -0.04; -0.01; 0.03$ 。

$$G_k = \frac{d_k - \bar{d}}{S_d} = \frac{0.03 - (-0.143)}{0.151} = 1.146$$

$$G_1 = \frac{\bar{d} - d_1}{S_d} = \frac{-0.143 - (-0.46)}{0.151} = 2.099$$

$G_k$  和  $G_1$  中较大值 = 2.099

从表 1 可以得到 9 对测试数据格鲁布斯临界值为 2.215。

由于  $G_1 < 2.215$ , 得出结论是这里没有额外的离群值。

离群值的分析:

分析说明离群值  $d_i = -0.81$  有确定的原因, 例如, 这里取样原料特性发生变化。由于这个原因很可能将来也会发生, 这对数据应该保留, 这些原始数据(表 B.1)应该进行偏差检验。

偏差检验:

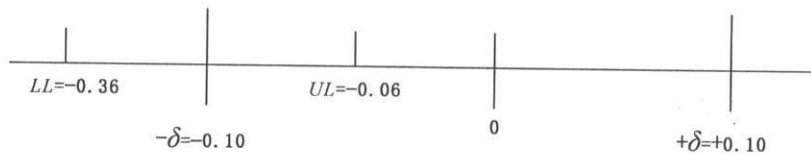
$\bar{d}$ 、 $SS_d$  和  $S_d$  原始数值应该保留。

$$LL = \bar{d} - t \frac{S_d}{\sqrt{k}} = -0.210 - 1.833 \frac{0.255}{\sqrt{10}} = -0.36$$

$$UL = \bar{d} + t \frac{S_d}{\sqrt{k}} = -0.210 + 1.833 \frac{0.255}{\sqrt{10}} = -0.06$$

$t = 1.833$  在表 2 中给出。

画水平坐标线:



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

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

## B.2 数值示例 2

( $\delta$ : 0.20% 全铁含量)

表 B.2 数值示例是一个按照 ISO 3082:2002 进行的机械取样(方法 B)和标准方法 A 的比较试验结果。

试验中测得的偏差,就全铁含量而言  $\delta=0.20\%$ 。

表 B.2 试验数据(10 批次)

批	全铁含量/%		$d_i = X_{Bi} - X_{Ai}$	$d_i^2$
	$X_{Bi}$	$X_{Ai}$		
1	62.36	62.36	0	0
2	62.18	62.21	-0.03	0.000 9
3	62.22	62.44	-0.22	0.048 4
4	62.32	62.27	0.05	0.002 5
5	62.43	62.51	-0.08	0.006 4
6	62.72	62.74	-0.02	0.000 4
7	63.58	63.79	-0.21	0.044 1
8	63.64	63.77	-0.13	0.016 9
9	63.85	64.15	-0.30	0.090 0
10	63.21	63.93	-0.72	0.518 4
		合计	-1.66	0.728 0

$$\bar{d} = \frac{1}{k} \sum d_i = \frac{-1.66}{10} = -0.166$$

$$SS_d = \sum d_i^2 - \frac{1}{k} (\sum d_i)^2 = 0.728 0 - \frac{(-1.66)^2}{10} = 0.452$$

$$S_d = \sqrt{\frac{SS_d}{(k-1)}} = \sqrt{0.452/9} = 0.224$$

离群值检验:

$d_i$  值排序: -0.72; -0.30; -0.22; -0.21; -0.13; -0.08; -0.03; -0.02; 0.00; 0.05。

$$G_k = \frac{d_k - \bar{d}}{S_d} = \frac{0.05 - (-0.166)}{0.224} = 0.964$$

$$G_1 = \frac{\bar{d} - d_1}{S_d} = \frac{-0.166 - (-0.72)}{0.224} = 2.473$$

$G_k$  和  $G_1$  中较大值 = 2.473

从表 1 可以得到 10 对测试数据格鲁布斯临界值为 2.290。

由于  $G_1 > 2.290$ , 得出结论是  $d_i = -0.72$  是离群值。

接着采用剩余 9 对数据进行离群检验。

计算剩余 9 对数据的  $\bar{d}$  和  $S_d$ :

$$\bar{d} = \frac{1}{k} \sum d_i = \frac{-0.94}{9} = -0.104$$

$$SS_d = \sum d_i^2 - \frac{1}{k} (\sum d_i)^2 = 0.209 6 - \frac{(-0.94)^2}{9} = 0.111$$

$$S_d = \sqrt{\frac{SS_d}{(k-1)}} = \sqrt{0.111/8} = 0.118$$

离群值检验:

$d_i$  值排序: -0.30; -0.22; -0.21; -0.13; -0.08; -0.03; -0.02; 0.00; 0.05。

$$G_k = \frac{d_k - \bar{d}}{S_d} = \frac{0.05 - (-0.104)}{0.118} = 1.305$$

$$G_1 = \frac{\bar{d} - d_1}{S_d} = \frac{-0.104 - (-0.30)}{0.118} = 1.661$$

$G_k$  和  $G_1$  中较大值=1.661

从表 1 可以得到 9 对测试数据格鲁布斯临界值为 2.215。

由于  $G_1 < 2.215$ , 得出结论是这里没有额外的离群值。

离群值分析:

分析说明离群值  $d_i = -0.72$  没有确定的原因。这就需要再次取样和检验来完成至少 10 对的数据, 恢复 10 批次成对数据与新数据合并, 因为现在离群值的测定的结果有所不同, 见表 B.3。

$$\bar{d} = \frac{1}{k} \sum d_i = \frac{-1.63}{11} = -0.148$$

$$SS_d = \sum d_i^2 - \frac{1}{k} (\sum d_i)^2 = 0.7289 - \frac{(-1.63)^2}{11} = 0.487$$

$$S_d = \sqrt{\frac{SS_d}{(k-1)}} = \sqrt{0.487/10} = 0.221$$

离群值检验:

$d_i$  值排序: -0.72; -0.30; -0.22; -0.21; -0.13; -0.08; -0.03; -0.02; 0.00; 0.03; 0.05。

$$G_k = \frac{d_k - \bar{d}}{S_d} = \frac{0.05 - (-0.148)}{0.221} = 0.896$$

$$G_1 = \frac{\bar{d} - d_1}{S_d} = \frac{-0.148 - (-0.72)}{0.221} = 2.588$$

表 B.3 试验数据(11 批次)

批	全铁含量/%		$d_i = X_{Bi} - X_{Ai}$	$d_i^2$
	$X_{Bi}$	$X_{Ai}$		
1	62.36	62.36	0	0
2	62.18	62.21	-0.03	0.000 9
3	62.22	62.44	-0.22	0.048 4
4	62.32	62.27	0.05	0.002 5
5	62.43	62.51	-0.08	0.006 4
6	62.72	62.74	-0.02	0.000 4
7	63.58	63.79	-0.21	0.044 1
8	63.64	63.77	-0.13	0.016 9
9	63.85	64.15	-0.30	0.090 0
10	63.21	63.93	-0.72	0.518 4
11	63.53	63.50	0.03	0.000 9
		合计	-1.63	0.728 9

$G_k$  和  $G_1$  中较大值 = 2.588

从表 1 可以得到 11 对测试数据格鲁布斯临界值为 2.355。

由于  $G_1 > 2.355$ , 得出结论是  $d_i = -0.72$  仍然是离群值, 应该从离群检验中剔除。

接着采用剩余 10 对数据进行离群检验。

表 B.4 试验数据

批	全铁含量/%		$d_i = X_{Bi} - X_{Ai}$	$d_i^2$
	$X_{Bi}$	$X_{Ai}$		
1	62.36	62.36	0	0
2	62.18	62.21	-0.03	0.000 9
3	62.22	62.44	-0.22	0.048 4
4	62.32	62.27	0.05	0.002 5
5	62.43	62.51	-0.08	0.006 4
6	62.72	62.74	-0.02	0.000 4
7	63.58	63.79	-0.21	0.044 1
8	63.64	63.77	-0.13	0.016 9
9	63.85	64.15	-0.30	0.090 0
10	剔除			
11	63.53	63.50	0.03	0.000 9
		合计	-0.91	0.210 5

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

$$SS_d = \sum d_i^2 - \frac{1}{k} (\sum d_i)^2 = 0.210 5 - \frac{(-0.91)^2}{10} = 0.128$$

$$S_d = \sqrt{\frac{SS_d}{(k-1)}} = \sqrt{0.128/9} = 0.119 1 = 0.119$$

离群值检验:

$d_i$  值排序: -0.30; -0.22; -0.21; -0.13; -0.08; -0.03; -0.03; -0.02; 0.00; 0.05。

$$G_k = \frac{d_k - \bar{d}}{S_d} = \frac{0.05 - (-0.091)}{0.119} = 1.185$$

$$G_1 = \frac{\bar{d} - d_1}{S_d} = \frac{-0.091 - (-0.30)}{0.119} = 1.756$$

$G_k$  和  $G_1$  中较大值 = 1.756

从表 1 可以得到 10 对测试数据格鲁布斯临界值为 2.290。

由于  $G_1 < 2.290$ , 得出结论是这里没有额外的离群值。

偏差检验:

由于数据的组数没有改变,  $\bar{d}$ 、 $SS_d$  和  $S_d$  最终数值应该保留。

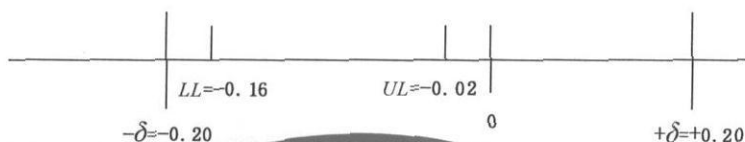
$\bar{d}$  的置信区间的确定:

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

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

$t=1.833$  在表 1 中给出。

画水平坐标线：



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

因此,没有显著性差异,不必再为降低偏差而采取措施,方法 B 可作日常方法。

### B.3 数值示例 3

( $\delta=0.30\%$  +6.3 mm 粒级部分含量)

表 B.5 数值示例是一个机械取样(方法 B)和标准方法 A 的比较试验结果。

试验中测得的偏差,就 +6.3 mm 粒级部分含量而言  $\delta=0.30\%$ 。

表 B.5 试验数据

批	+6.3 mm 粒级含量/%		$d_i = X_{Bi} - X_{Ai}$	$d_i^2$
	$X_{Bi}$	$X_{Ai}$		
1	2.62	2.63	-0.01	0.000 1
2	3.76	2.79	0.97	0.940 9
3	1.75	1.83	-0.08	0.006 4
4	3.08	4.04	-0.96	0.921 6
5	1.80	2.33	-0.53	0.280 9
6	2.38	2.82	-0.44	0.193 6
7	2.64	3.21	-0.57	0.324 9
8	2.25	2.08	0.17	0.028 9
9	2.35	2.48	-0.13	0.016 9
10	2.31	2.34	-0.03	0.000 9
		合计	-1.61	2.715 1

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

$$SS_d = \sum d_i^2 - \frac{1}{k} (\sum d_i)^2 = 2.715 1 - \frac{(-1.61)^2}{10} = 2.456$$

$$S_d = \sqrt{\frac{SS_d}{(k-1)}} = \sqrt{2.456/9} = 0.522$$



离群值检验:

$d_i$  值排序: -0.96; -0.57; -0.53; -0.44; -0.13; -0.08; -0.03; -0.01; 0.17; 0.97。

$$G_k = \frac{d_k - \bar{d}}{S_d} = \frac{0.97 - (-0.161)}{0.522} = 2.167$$

$$G_1 = \frac{\bar{d} - d_1}{S_d} = \frac{-0.161 - (-0.96)}{0.522} = 1.531$$

$G_k$  和  $G_1$  中较大值 = 2.167

从表 1 可以得到 10 对测试数据格鲁布斯临界值为 2.290。

由于  $G_k < 2.290$ , 这里没有离群值。

偏差检验:

由于这里没有离群值,  $\bar{d}$ 、 $SS_d$  和  $S_d$  数值应该保留。

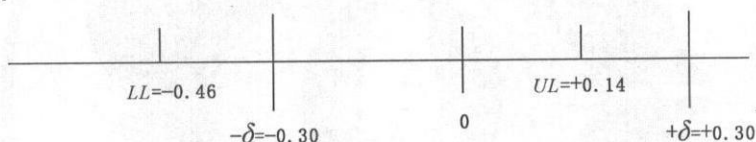
$\bar{d}$  的置信区间的确定:

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

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

$t = 1.833$  在表 1 中给出。

画水平坐标线:



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

因此, 必须再取样试验。

#### B.4 数值示例 4

( $\delta$ : 0.30% 水分含量)

表 B.6 所示的最后一个数值示例是粒度和试样量对水分含量影响的试验结果。在该试验中, 用 1 kg 粒度小于 10 mm 的样品(方法 B)与 5 kg, 粒度小于 22.4 mm 的样品(方法 A)进行比较。

试验中测得的显著偏差, 对水分含量而言为  $\delta = 0.30\%$ 。

表 B.6 试验数据

批	品名	水分含量/%		$d_i = X_{Bi} - X_{Ai}$	$d_i^2$
		$X_{Bi}$	$X_{Ai}$		
1	A	1.89	2.00	-0.11	0.012 1
2	A	1.64	1.68	-0.04	0.001 6
3	A	1.80	1.67	0.13	0.016 9
4	B	5.34	5.42	-0.08	0.006 4
5	B	5.22	5.29	-0.07	0.004 9
6	C	3.27	3.04	0.23	0.052 9

表 B.6 (续)

批	品名	水分含量/%		$d_i = X_{Bi} - X_{Ai}$	$d_i^2$
		$X_{Bi}$	$X_{Ai}$		
7	C	3.75	3.90	-0.15	0.022 5
8	D	4.36	4.65	-0.29	0.084 1
9	E	4.08	4.00	0.08	0.006 4
10	C	3.70	3.89	-0.19	0.036 1
		合计		-0.49	0.243 9

$$\bar{d} = \frac{1}{k} \sum d_i = \frac{-0.49}{10} = -0.049$$

$$SS_d = \sum d_i^2 - \frac{1}{k} (\sum d_i)^2 = 0.243 9 - \frac{(-0.49)^2}{10} = 0.220$$

$$S_d = \sqrt{\frac{SS_d}{k-1}} = \sqrt{\frac{0.220}{9}} = 0.156$$

离群值检验:

$d_i$  值排序: -0.29; -0.19; -0.15; -0.11; -0.08; -0.07; -0.04; 0.08; 0.13; 0.23。

$$G_k = \frac{d_k - \bar{d}}{S_d} = \frac{0.23 - (-0.049)}{0.156} = 1.788$$

$$G_1 = \frac{\bar{d} - d_1}{S_d} = \frac{-0.049 - (-0.29)}{0.156} = 1.545$$

$G_k$  和  $G_1$  中较大值 = 1.788

从表 1 可以得到 10 对测试数据格鲁布斯临界值为 2.290。

由于  $G_k < 2.290$ , 这里没有离群值。

偏差检验:

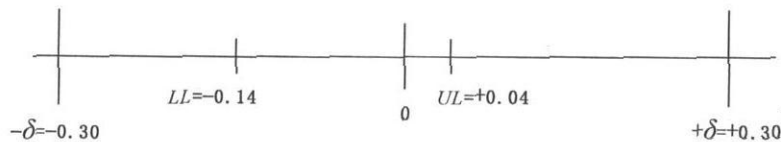
$\bar{d}$  的置信区间的确定:

$$LL = \bar{d} - t \frac{S_d}{\sqrt{k}} = -0.049 - 1.833 \frac{0.156}{\sqrt{10}} = -0.14$$

$$UL = \bar{d} + t \frac{S_d}{\sqrt{k}} = -0.049 + 1.833 \frac{0.156}{\sqrt{10}} = 0.04$$

$t=1.833$  在表 2 中给出。

画水平坐标线:



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

因此,两种方法不存在显著性差异。

B.5 数值示例 5

( $\delta$ :0.30% 全铁含量)

表 B.7 和表 B.8 数值示例是一个按照 ISO 3082:2002 进行的机械取样(方法 B)和标准方法 A 的比较试验结果。

试验中测得的偏差,就全铁含量而言  $\delta=0.30\%$ 。

表 B.7 试验数据(10 批)

批	+6.3 mm 粒级含量/%		$d_i = X_{Bi} - X_{Ai}$	$d_i^2$
	$X_{Bi}$	$X_{Ai}$		
1	66.88	66.68	0.20	0.040 0
2	67.53	67.24	0.29	0.084 1
3	65.20	64.96	0.24	0.057 6
4	68.35	68.13	0.22	0.048 4
5	66.57	66.84	-0.27	0.072 9
6	66.14	66.16	-0.02	0.000 4
7	66.19	65.96	0.23	0.052 9
8	66.35	66.32	0.03	0.000 9
9	67.00	66.70	0.30	0.090 0
10	66.40	66.26	0.14	0.019 6
		合计	1.36	0.466 8

$$\bar{d} = \frac{1}{k} \sum d_i = \frac{1.36}{10} = 0.136$$

$$SS_d = \sum d_i^2 - \frac{1}{k} (\sum d_i)^2 = 0.466 8 - \frac{(1.36)^2}{10} = 0.282$$

$$S_d = \sqrt{\frac{SS_d}{(k-1)}} = \sqrt{\frac{0.282}{9}} = 0.177$$

离群值检验:

$d_i$  值排序: -0.27; -0.02; 0.03; 0.14; 0.20; 0.22; 0.23; 0.24; 0.29; 0.30。

$$G_k = \frac{d_k - \bar{d}}{S_d} = \frac{0.30 - 0.136}{0.177} = 0.927$$

$$G_1 = \frac{\bar{d} - d_1}{S_d} = \frac{0.136 - (-0.27)}{0.177} = 2.294$$

$G_k$  和  $G_1$  中较大值 = 2.294

从表 1 可以得到 10 对测试数据格鲁布斯临界值为 2.290。

由于  $G_1 > 2.290$ , 得出结论是  $d_i = -0.27$  是离群值, 应该从离群检验中剔除。

接着采用剩余 9 对数据进行离群检验。

$$\bar{d} = \frac{1}{k} \sum d_i = \frac{1.63}{9} = 0.181$$

$$SS_d = \sum d_i^2 - \frac{1}{k} (\sum d_i)^2 = 0.394 - \frac{(1.63)^2}{9} = 0.099$$

$$S_d = \sqrt{\frac{SS_d}{(k-1)}} = \sqrt{0.099/8} = 0.111$$

离群值检验：

$d_i$  值排序：-0.02；0.03；0.14；0.20；0.22；0.23；0.24；0.29；0.30。

$$G_k = \frac{d_k - \bar{d}}{S_d} = \frac{0.30 - 0.181}{0.111} = 1.072$$

$$G_1 = \frac{\bar{d} - d_1}{S_d} = \frac{0.181 - (-0.02)}{0.111} = 1.811$$

$G_k$  和  $G_1$  中较大值=1.811

从表 1 可以得到 9 对测试数据格鲁布斯临界值为 2.215。

由于  $G_k < 2.215$ ，这里没有离群值。

表 B.8 试验数据(11 批, 剔除第 5 批)

批	+6.3 mm 粒级含量/%		$d_i = X_{B_i} - X_{A_i}$	$d_i^2$
	$X_{B_i}$	$X_{A_i}$		
1	66.88	66.68	0.20	0.040 0
2	67.53	67.24	0.29	0.084 1
3	65.20	64.96	0.24	0.057 6
4	68.35	68.13	0.22	0.048 4
5	剔除			
6	66.14	66.16	-0.02	0.000 4
7	66.19	65.96	0.23	0.052 9
8	66.35	66.32	0.03	0.000 9
9	67.00	66.70	0.30	0.090 0
10	66.40	66.26	0.14	0.019 6
11	66.83	66.91	-0.08	0.006 4
		合计	1.55	0.400 3

离群值分析：

分析说明离群值  $d_i = -0.27$  有确定的原因，就是样品受到污染，这种情况不可能在将来发生，所以剔除第 5 批次成对数据。因此，需要再次取样和检验获得新的一对数据，如表 B.8 所示。

$$\bar{d} = \frac{1}{k} \sum d_i = \frac{1.55}{10} = 0.155$$

$$SS_d = \sum d_i^2 - \frac{1}{k} (\sum d_i)^2 = 0.400 3 - \frac{(1.55)^2}{10} = 0.160$$

$$S_d = \sqrt{\frac{SS_d}{(k-1)}} = \sqrt{0.160/9} = 0.133$$

离群值检验:

$d_i$  值排序:  $-0.08; -0.02; 0.03; 0.14; 0.20; 0.22; 0.23; 0.24; 0.29; 0.30$ 。

$$G_k = \frac{d_k - \bar{d}}{S_d} = \frac{0.30 - 0.155}{0.133} = 1.090$$

$$G_1 = \frac{\bar{d} - d_1}{S_d} = \frac{0.155 - (-0.08)}{0.133} = 1.767$$

$G_k$  和  $G_1$  中较大值 = 1.767

从表 1 可以得到 9 对测试数据格鲁布斯临界值为 2.290。

由于  $G_k < 2.290$ , 这里没有离群值。

偏差检验:

由于数据组数没有改变,  $\bar{d}$ 、 $SS_d$  和  $S_d$  最终数值应该保留。

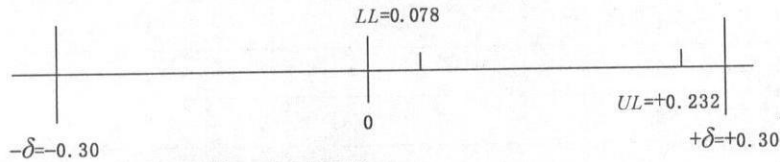
$\bar{d}$  的置信区间的确定:

$$LL = \bar{d} - t \frac{S_d}{\sqrt{k}} = 0.155 - 1.833 \frac{0.133}{\sqrt{10}} = 0.08$$

$$UL = \bar{d} + t \frac{S_d}{\sqrt{k}} = 0.155 + 1.833 \frac{0.133}{\sqrt{10}} = 0.23$$

$t=1.833$  在表 2 中给出。

画水平坐标线:



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

因此, 没有显著性差异, 不必再为降低偏差而采取措施。

可把方法 B 作为日常采用的方法。

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
铁矿石 校核取样偏差的实验方法  
GB/T 10322.4—2014/ISO 3086:2006

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235  
读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 1.5 字数 36 千字  
2014年8月第一版 2014年8月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-49858 定价 24.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68510107



GB/T 10322.4-2014