

中华人民共和国国家标准

GB/T 14260—202X

代替 GB/T 14260—2010、GB/T 14261—2010、GB/T 14262—2010、GB/T 14263—2010 等

散装重有色金属浮选精矿取样、制样方法

Methods for sampling and sample preparation of heavy nonferrous metals
flotation concentrates in bulk

(ISO 12743: 2021, Copper, lead, zinc and nickel
concentrates—Sampling procedures for determination of metal and
moisture content, NEQ)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会

发布

目 录

前 言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 要求	3
5 取样	5
5.1 取样工具	5
5.2 取样程序	6
5.3 份样数	7
5.4 份样量	7
5.5 取样方法	8
5.5.1 系统取样法	8
5.5.2 分层取样法	9
5.5.3 货车取样法	9
5.5.4 袋装取样法	10
6 制样	11
6.1 制样设备及工具	11
6.2 制样要求	12
6.3 制样程序	12
6.4 制样方法	17
6.4.1 试样破碎方法	19
6.4.2 试样混匀方法	17
6.4.3 试样缩分方法	18
6.5 试样容器和标签	20
7 水分测定	20
7.1 方法提要	20
7.2 水分测定设备和工具	20
7.3 测定要求	20
7.4 测定步骤	20
7.5 计算	21
附录 A（规范性）精矿品质波动试验方法	22
附录 B（规范性）精密度校核试验方法	225
附录 C（规范性）取样系统误差校核试验方	35

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 14260—2010《散装重有色金属浮选精矿取样、制样通则》、GB/T 14261—2010《散装浮选锌精矿取样、制样方法》、GB/T 14262—2010《散装浮选铅精矿取样、制样方法》、GB/T 14263—2010《散装浮选铜精矿取样、制样方法》、GB/T 25952—2010《散装浮选镍精矿取样、制样方法》，与 GB/T 14260—2010、GB/T 14261—2010、GB/T 14262—2010、GB/T 14263—2010 和 GB/T 25952—2010 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 汇总了基本批量的划分（见4.1，GB/T 14261—2010、GB/T 14262—2010、GB/T 14263—2010和GB/T 25952—2010的4.1）；
- b) 更改了条件限制下取样方法的说明（见4.9，GB/T 14263—2010版4.5）；
- c) 更改了取样钎的要求（见5.1.1，GB/T 14261—2010、GB/T 14262—2010、GB/T 14263—2010和GB/T 25952—2010的5.1.1）；
- d) 更改了验明检验批或副批的质量方法，增加预检验方式（见5.2.1，GB/T 14261—2010、GB/T 14262—2010、GB/T 14263—2010和GB/T 25952—2010的5.2.1）；
- e) 增加了重新划分检验批情况的内容（见5.2.6）；
- f) 更改了系统取样法中截流式自动取样的说明（见5.5.1，GB/T 14261—2010、GB/T 14262—2010、GB/T 14263—2010和GB/T 25952—2010的5.5.1）；
- g) 更改了汽车落地取样的说明，增加机械混匀布点，将汽车和火车取样进行了汇总（见5.5.3，GB/T 14261—2010、GB/T 14262—2010、GB/T 14263—2010和GB/T 25952—2010的5.5.3）；
- h) 更改了制样机的种类，增加了工具棒磨机（见6.1.1，GB/T 14263—2010版的6.1.1）；
- i) 更改了特殊情况干燥制样的要求，增加了挥发性元素化学分析对制样温度的要求（见6.2.3，GB/T 14261—2010、GB/T 14262—2010、GB/T 14263—2010和GB/T 25952—2010的6.2.3）；
- j) 增加了制样方法中试样破碎方法（见6.4.1）；
- k) 增加了试样混匀方法中的移锥法、对角切片法及机械设备混匀（见6.4.2.2、6.4.2.4和6.2.4.5）；
- l) 更改了试样缩分方法中的圆锥四分法（见6.4.3.2，GB/T 14261—2010、GB/T 14262—2010的6.4.2，GB/T 14263—2010的6.4.2.2和GB/T 25952—2010的6.3.2）；
- m) 增加了机械设备缩分的试样缩分方法（见6.4.3.3）；

n)增加了水份测定时操作的要求（见7.4）；

o)更改了水分测定时平行样允许差超差时的处理方法（见7.5.2，GB/T 14261—2010、GB/T 14262—2010、GB/T 14263—2010和GB/T 25952—2010的7.4.2）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本文件起草单位：有色金属技术经济研究院有限责任公司、大冶有色金属有限责任公司、河南豫光金铅股份有限公司、葫芦岛锌业股份有限公司、锡矿山闪星锑业有限责任公司、铜陵有色金属集团控股有限公司、株洲冶炼集团股份有限公司、江西铜业股份有限公司、云南铜业股份有限公司西南铜业分公司、水口山有色金属有限责任公司、北方铜业股份有限公司、中国检验认证集团广西有限公司、金川集团股份有限公司、南京海关工业产品检测中心、湖南华星有色控股集团有限公司、湖南安化渣滓溪矿业有限公司、贵州东峰锑业股份有限公司、云南驰宏锌锗股份有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、云南云铜锌业股份有限公司、南丹县南方有色金属有限责任公司、紫金矿业集团股份有限公司。

本文件主要起草人：吴帅锦、曾静、林若虚、贾俊骐、牛军民、孟庆武、刘琳、彭康、刘虎、张鹏洲、原张喜、张冬明、毛奇志、杨威、梁莉芳、徐东祥、万佳韦、班卿、杨锋、杨得臣、黄文晴、邓福平、张文斌、刘成涛、黄华礼、王冠军、党政尤、张广汉、陈斌、赵伟、封亚辉、龚文、龚中田、吴少波、张敏、覃事敦、廖平昌、马静、韩峰、艾显文、汤令、陈祝海、刘春华、韦永保、覃加仁、刘扬、李加生、金贵忠。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——本文件于1993年首次发布，2010年第一次修订，本次为第二次修订，并入了GB/T 14261—2010（1993年首次发布，2010年第一次修订）、GB/T 14262—2010（1993年首次发布，2010年第一次修订）、GB/T 14263—2010（1993年首次发布，2010年第一次修订）、GB/T 25952—2010的内容。

散装重有色金属浮选精矿取样、制样方法

1 范围

本文件规定了散装重有色金属浮选精矿的取样、制样和水分测定的程序、方法和一般原则。提供了品质波动、取样精密度校核和取样系统误差校核试验方法。

本文件适用于散装重有色金属浮选精矿的化学成分、水分及其他物理项目检测用样品的采取和制备。

2 规范性引用文件

本文件没有参考文件。

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 检验批 lot sample

为测定品位而划定的取样单元。

3.2 交货批 delivery lot

一次交付同一规格一定数量的精矿。它可由一个或多个检验批组成。

3.3 副批 sub-lot

将检验批分为若干个部分，每部分为一个副批。

3.4 基本批量 basic lot

取、制样标准中规定的一批精矿的最小质量。

3.5 份样 increment

从检验批或副批中一次性动作取得一定质量的精矿样品。

3.6 副样 subsample

由两个或两个以上份样组成的样品。

3.7 大样 general sample

从一个检验批中取出的（或根据需要逐个进行缩分后的）全部份样或全部副样合并所组成的一定质量的样品。

3.8 试样 test sample

用于测定检验批的水分质量、化学成分等项目的样品。

3.9 水分试样 moisture sample

用于测定精矿水分含量的试样。

3.10 成分试样 test sample

用于测定精矿化学成分的试样。

3.11 品质波动 quality-fluctuation

精矿中品质特性的不均匀程度，用批内份样间的标准偏差（ σ_w ）表示。根据 σ_w 值可将精矿产品划分品质波动大、中、小三种类型。

3.12 精密度（ β ） precision

测得值互相一致的程度。概率为95%时，精密度用二倍的标准偏差表示（ $\beta = 2\sigma$ ）。总精密度（ β_{SPM} ）包括取样精密度（ σ_s ）、制样精密度（ σ_p ）和测定精密度（ σ_M ），公式如（1）所示。

$$\beta_{SPM} = 2\sqrt{\sigma_s^2 + \sigma_p^2 + \sigma_M^2} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

σ_s —以标准偏差表示的取样精密度；

σ_p —以标准偏差表示的制样精密度；

σ_M —以标准偏差表示的测定精密度。

3.13 变异系数（ C_v ） coefficient of variation

用标准偏差除以测定值的平均值（ \bar{x} ）的百分率表示，公式如（2）所示：

$$C_v = \frac{\sigma}{\bar{x}} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

3.14 系统取样 systematic sampling

从一个检验批中按一定的时间或质量间隔随机采取份样。

3.15 分层取样 stratified random sampling

在精矿的装卸过程中，将检验批分成数层（不得少于3层），从不同层中按质量比例均匀布点采取份样。

3.16 货车（船）取样 truck (ship) sampling

当精矿用铁路货车或汽车（船）装运时，从铁路货车或汽车（船）上采取份样。

3.17 袋装取样 bag sampling

当精矿用吨袋装运时，直接在吨袋内上采取份样。

3.18 快化分析 rapid analysis

当需要对精矿进行快速化学成分测定时，采用便携式仪器或简易化学方法分析主要元素含量。

3.19 淘洗 elutriation

利用水流淘洗使轻重矿物分离，以便获取代表性样品或进行粒度组成检查。

3.20 目视 visual inspection

当对精矿外观进行初步质量判断时，直接用肉眼或借助放大镜观察颜色、粒度、水分、可见杂质等表观特征。

4 要求

4.1 不同检验批量的取样、制样及测定的总精密度 (β_{SPM}) 和取样精密度 (β_S) 如表 1。

表 1 不同检验批铜精矿应取最少份样数

检验批量 N/t	品质波动类型			$\beta_S/\%$	$\beta_{SPM}/\%$
	小	中	大		
	$\sigma_W < 1.0$	$1.0 \leq \sigma_W < 2.0$	$\sigma_W \geq 2.0$		
≤ 70	6	20	32	0.9	1.02
>70~300	14	46	72	0.77	0.85
>300~500	18	58	94	0.52	0.56

表 2 不同检验批铅精矿应取最少份样数

检验批量 N/t	品质波动类型			$\beta_S/\%$	$\beta_{SPM}/\%$
	小	中	大		
	$\delta_W < 1.0$	$1.0 < \delta_W \leq 2.5$	$\delta_W > 2.5$		
≤ 70	4	20	28	1.134	1.174

>70~140	6	30	40	0.949	0.997
>140~500	12	54	76	0.688	0.752

表3 不同检验批量锌精矿应取最少份样数

检验批量 N/t	品质波动类型			$\beta_S/\%$	$\beta_{SPM}/\%$
	小	中	大		
	$\sigma_W < 1.0$	$1.0 < \sigma_W \leq 2.0$	$\sigma_W > 2.0$		
≤ 60	6	20	32	0.90	1.02
>60~120	8	28	44	0.77	0.85

表4 不同检验批镍精矿应取的最少份样数

检验批量 N/t	品质波动类型			$\beta_S/\%$	$\beta_{SPM}/\%$
	小	中	大		
	$\sigma_W < 0.3$	$0.3 \leq \sigma_W < 0.6$	$\sigma_W \geq 0.6$		
≤ 60	6	18	28	0.300	0.287
>60~240	12	36	56	0.193	0.173
>240~600	20	58	90	0.159	0.134

注：如品质波动过大，达不到规定精密度时，可按公式 $n = (\frac{2\sigma_W}{\beta_S})^2$ 计算份样数。

4.2 本文件所列取样的第一种方法及制样流程视为无系统误差方法。

4.3 特殊情况，检验批量由供需双方协商

4.4 严格按本文件规定的方法取样和制样，并根据需要按附录 B、附录 C 进行取样、制样精密度和取样系统误差校核试验。

4.5 如因条件限制（场地受限、矿粉冻结等），可适当变更取样方法。但所用取样方法必须经校核试验确认无显著性差异，方可采用。

4.6 精矿品质波动大小是随着生产、贮存、运输等条件的改变而变化的，应定期按附录 A 进行品质波

动试验，以掌握其变化情况。

4.7 取样、制样所用工具和盛样容器应保持清洁、干燥、耐用。水分试样的容器应密封性好，不得放在阳光下及通风处，防止试样水分含量发生变化。

4.8 一般以精矿主成分的百分含量作为品质特性。

4.9 如果交货的精矿品质极不均匀或混入外来杂质，由供需双方协商。

4.10 成分试样应妥善保存至少三个月（国际贸易或高金银样品建议至少保存六个月），以备核查。

4.11 整个取样、制样过程应遵守有关安全操作规程。

5 取样

5.1 取样工具

5.1.1 取样钎，应为耐腐蚀性、耐磨性、光滑、硬度不低于不锈钢的材质，如：钛合金、金刚石镀层、铝合金等，其规格尺寸见图 1 及表 5（根据需要，可以适当更换其他规格尺寸的取样钎）。

5.1.2 取样铲，其规格尺寸见图 2 及表 6（根据需要，可以适当更换其他规格尺寸的取样钎）。

5.1.3 钢锤，钢锹、钢棒。

5.1.4 带盖盛样桶或塑料盛样袋。

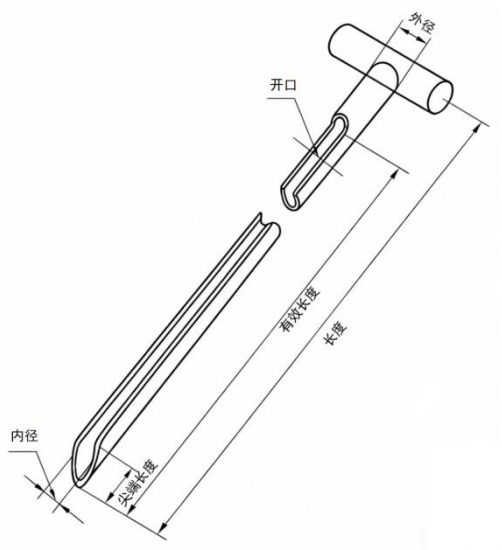


图 1 取样钎

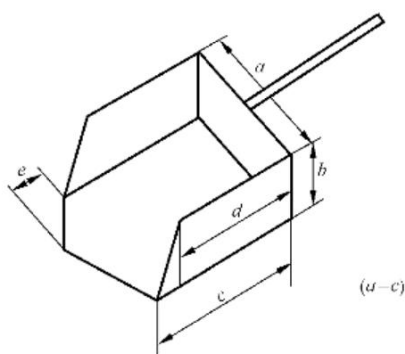


图 2 取样铲

表 5 常见取样钎规格

取样钎尺寸/mm						分样量/g
外径	内径	开口	有效长度	长度	尖端长度	
25	18	15	800	1000	30	约 400
25	13	9	800	1000	30	约 200
25	20	15	800	1000	30	约 500
25	18	15	1000	1200	30	约 500
28	24	15	800	1200	30	约 700
25	18	15	1300	1500	30	约 650

表 6 常见取样铲规格

编号	取样铲尺寸 /mm					容量 /mL
	a	b	c	d	e	
20	80	45	80	70	35	约 270
15	70	40	70	60	30	约 180
10	60	35	60	50	25	约 120

5.2 取样程序

5.2.1 验明检验批或副批的质量，使用快化分析、淘洗、目视等方式进行预检验。

5.2.2 根据检验批量大小、品质波动类型及取样精密度的要求确定应取的最少份样数和取样间隔。

5.2.3 确定取样方法、工具及份样量。

5.2.4 确定份样的组合方式，按需要组成大样或副样，见图 3、图 4。

5.2.5 水分试样应在计量时或计量后立即采取，并置于干燥、洁净、非吸潮性材料制成的密闭容器中，以防止水分发生变化。

5.2.6 检验批中各副批水分差异显著或其他异常情况时，重新划分检验批。

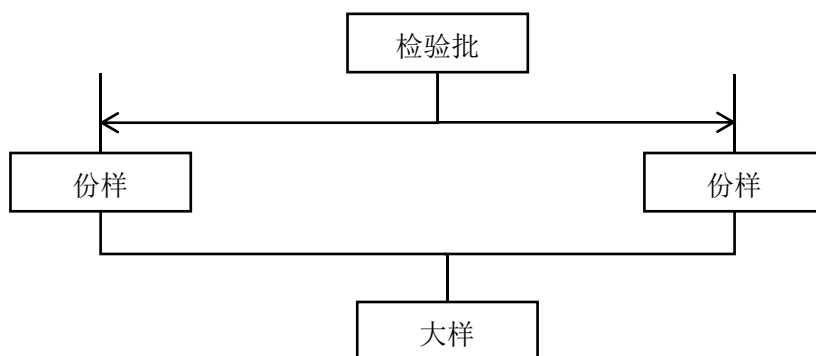


图 3 由一个检验批的全部份样组成大样流程示意图

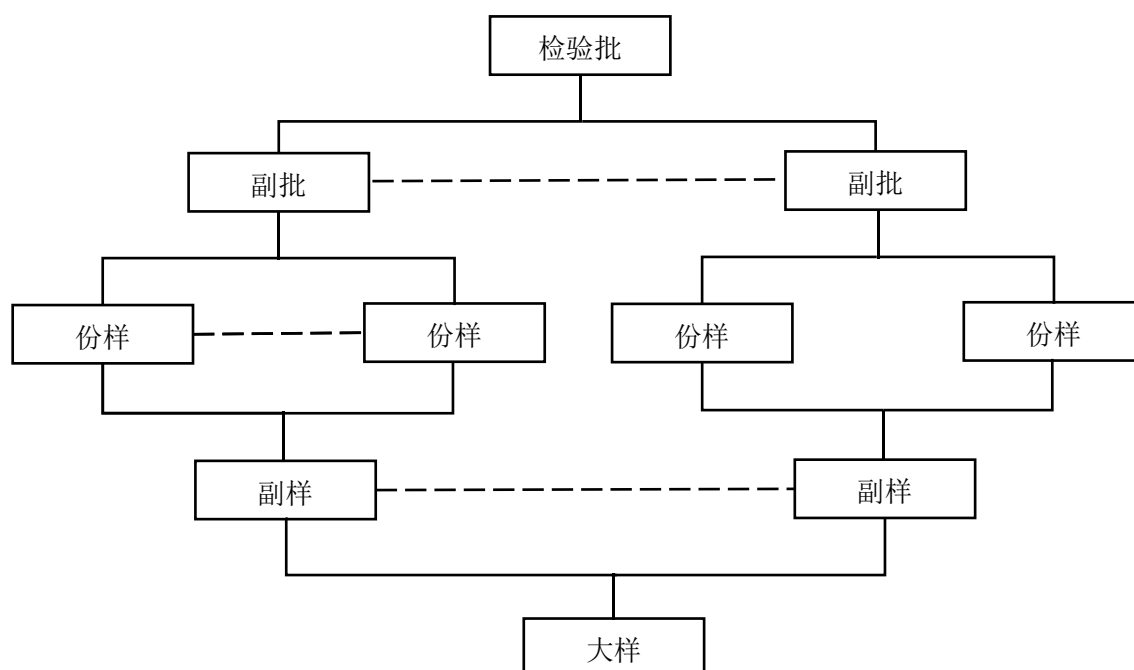


图 4 由多个副批的全部份样组成副样合并组成大样流程示意图

5.3 份样数

5.3.1 不同检验批量应取最少份样应不少于表 1 的规定。

5.3.2 当精矿的品质波动类型不明时，应按品质波动“大”的类型来选取份样数。或应先进进行品质波动试验以确定其类型。

5.4 份样量

5.4.1 用取样铲取样，应根据所需用量，选用适当容量的取样铲。如遇结块，需砸碎后取样。20 号铲

份样量约 700g；15 号铲份样量约 450g；10 号铲份样量约 300g。

5.4.2 用图 1 所示取样钎取样时，份样量约 400g。

5.4.3 所取份样量应基本一致，其质量变异系数不大于 20%。

5.5 取样方法

5.5.1 系统取样法

系统取样法分为质量系统取样和时间系统取样。它是在一批精矿装卸或计量的移动过程按一定的质量或时间间隔采取份样。

质量系统取样的取样间隔按公式（4）计算，遇小数则保留整数部分。

$$T_1 \leq \frac{N_1}{n} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

T_1 —取样质量间隔，单位为吨（t）；

N_1 —检验批量，单位为吨（t）；

n —本文件中规定的份样数。

时间系统的取样间隔按公式（5）计算，遇小数则舍保留整数部分。

$$T_2 \leq \frac{60N_1}{G \cdot n} \dots\dots\dots (5)$$

式中：

T_2 —取样时间间隔，单位为分（min）；

N_1 —检验批量，单位为吨（t）；

n —本文件中规定的份样数；

G —每小时装卸量，单位为吨每小时（t/h）。

系统取样法的第一个份样，可在第一间隔内随机取样，但不可在第一间隔的起点处取样，以后按计算的间隔采取份样。按固定间隔已经取完应取份样数，而精矿装卸仍在进行，应按规定间隔继续取样，直至整批精矿装卸完为止。

对运输通道中运动着的精矿进行取样时，须截取精矿流的完整横截面。可在其料流通道（如运输皮

带)上安装符合抽取份样要求的取样机械或装置,即在精矿料流通道上安装能整段截取精矿料流作为份样的自动取样装置,完成取样操作,用于较湿精矿取样时,应注意样品的黏结。所取份样数和份样量符合本文件规定。取样时按所需抽取的份样数设定时间间隔,时间间隔按上述公式(5)计算。

初次使用自动取样,取样前应进行取样误差校核试验。

如在抓斗、铲车等工具装卸、堆垛过程中取样,应在装卸或堆垛过程新露出的精矿面上取样,也可在装卸工具中取样。取样点应均匀分布在整批精矿的各个部位。

5.5.2 分层取样法

一批精矿在装卸过程中分成数层(不得小于三层)取样,根据每层的质量,按比例在新露出的面上均匀布点取样。每层应取的份样数按公式(6)计算,遇小数则进为整数。

$$n_i \geq \frac{n \cdot N_i}{N_1} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

n_i —每层应取的份样数;

n —标准中规定份样数;

N_i —每层质量,单位为吨(t);

N_1 —检验批量,单位为吨(t)。

5.5.3 货车取样法

当一批精矿用火车或汽车交货时,在车厢内均匀布点,用取样钎从表面垂直插入底部,旋转后采取份样。应避免从表层或某一局部采取。此种方法必须是按附录C校核后证明不会带来误差时,方可采用。

日常取样可根据检验批量,按本文件规定的份样数取样。当检验批由多辆货车组成时(即检验批量小于基本批量),每车应取的份样数按公式(7)计算,遇小数则进为整数。

$$n_2 \geq \frac{n}{M} \dots\dots\dots (7)$$

式中:

n_2 —每车应取的份样数;

n —标准中规定的份样数;

M —检验批总车数。

注:货车装载质量不同时,份样数的分配与装载量成正比。

如果检验批量小于基本批量，应取份样数按公式（8）进行计算（遇小数进为整数）；如果检验批量不小于基本批量，可按本文件中规定份样数采取。

$$n_1 \geq n \sqrt{\frac{N_1}{N}} \dots\dots\dots (8)$$

式中：

- n_1 —汽车应取的最少份样数；
- n —标准中规定的最少份样数；
- N_1 —检验批量，单位为吨（t）；
- N —基本批量，单位为吨（t）。

汽车落地取样，精矿到场后，卸到指定场地，围绕料堆按上、中、下三层及表 1 规定的最少份样数取样，或采用机械对检验批/副批物料进行转堆、翻拌、混匀并摊平至≤80cm 的厚度，均匀布点，按表 1 规定的最少份样数随机取样。

5.5.4 袋装取样法

袋装精矿的取样，应在装入前或破袋后翻拌、混匀铺平至≤80cm 后取样。但如果取样钎能穿透包装袋取到完整的样品，可用取样钎直接从袋中取样。

对于袋装 1000 kg 以上的大袋精矿，应逐袋随机采取份样，每袋应取的份样数按公式（9）计算，遇小数则进为整数。或根据附录 A 进行品质波动试验并结合表 1 确定应取最少份样数后按 5.5.1 质量系统取样方法采取份样。

$$n_3 \geq \frac{n}{M_1} \dots\dots\dots (9)$$

式中：

- n_3 —每袋应取的最少份样数；
- n —标准中规定的最少份样数；
- M_1 —检验批的总袋数。

对于袋装 50kg~1000kg 的小袋精矿，可按质量间隔抽取样袋，从样袋中随机采取份样。取样间隔可根据标准中最大品质波动类型的份样数和检验批的总袋数，按公式（10）计算，遇小数则进为整数。

$$T_3 \geq \frac{M_1}{n} \dots\dots\dots (10)$$

式中：

T_3 —取样质量间隔；

M_1 —检验批的总袋数；

n —本文件中规定的最少份样数。

注：对集装箱装精矿取样方法，参照货车取样法或袋装取样法。

6 制样

6.1 制样设备及工具

6.1.1 制样研磨机、密封式制样机或棒磨机。

6.1.2 恒温鼓风干燥箱。

6.1.3 份样铲（见图 5 及表 7）。

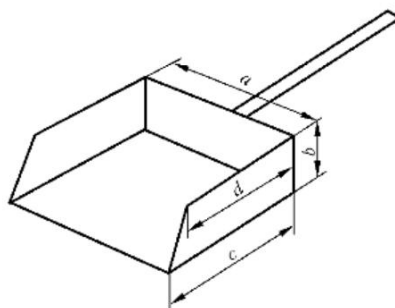


图 5 份样铲

表 7 常用份样铲规格

编号（样品最大粒度 /mm）	份样铲尺寸 /mm				料层厚度 /mm	容量 /mL
	a	b	c	d		
5.0	50	30	50	40	20~30	约 70
2.8	40	25	40	30	15~25	约 35
1.0	30	20	30	25	10~20	约 16
0.25	15	10	15	12	5~10	约 2

6.1.4 磨矿板、磨矿锤及防吸水耐酸胶皮(板)。

6.1.5 缩分板、分样板。

6.1.6 标准筛。

6.1.7 毛刷、样刀。

6.1.8 搪瓷(或不锈钢)平底干燥盘。

6.1.9 试样袋、铝箔袋。

6.2 制样要求

6.2.1 制样过程中应防止试样的成分和水分发生变化或受到污染。

6.2.2 制备水分试样时，应保证试样中的水分不发生变化。

6.2.3 当试样过湿粘难于制备成分试样时，可在不高于 $105\pm 5^{\circ}\text{C}$ 的恒温鼓风干燥箱中或空气中进行预干燥至制样不发生困难为止。如需对汞等挥发性元素进行分析时，则应在不超过 60°C 的温度下干燥。

6.2.4 制样后设备中不能残留试样。

6.2.5 试样应充分混匀，以减少缩分误差。

6.2.6 按照本文件的规定制样时，应根据需要按附录 B 进行精密度校核试验。

6.2.7 对于易氧化的硫化精矿，研磨时应避免过热而引起成分的变化。

6.3 制样程序

6.3.1 选择每一阶段的缩分方法，但水分试样的制备应采用份样缩分法。

6.3.2 如果试样不易氧化，而烘干后的水分测定试样又具有充分的代表性，可选择水分测定后的样品继续制备成分样品。

6.3.3 选择合适的制样流程，如果有多个副样，可选择图 6-8 的制样方式，如果只有一个样品，可选择图 9-10 的制样方式。

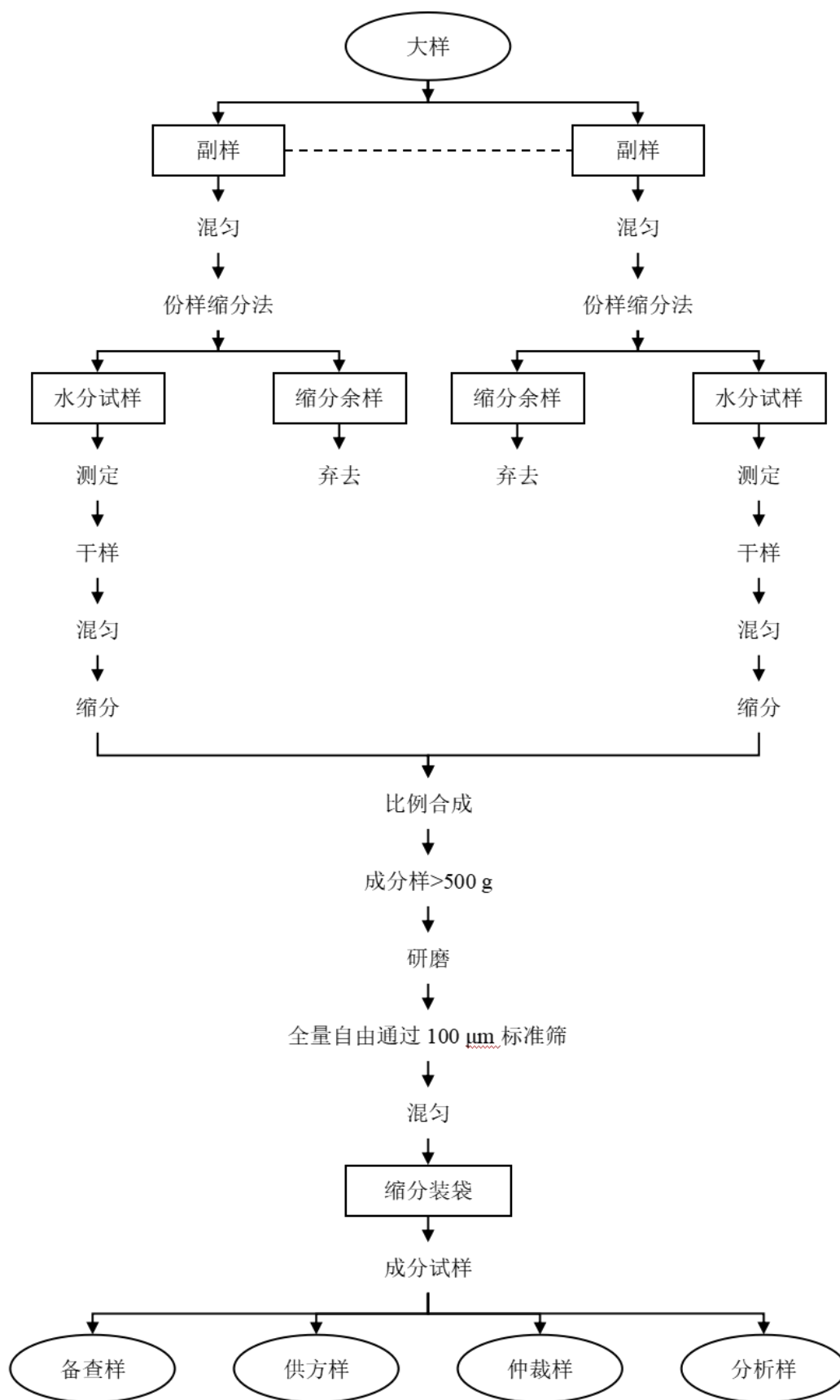


图 6 多副样制样流程一

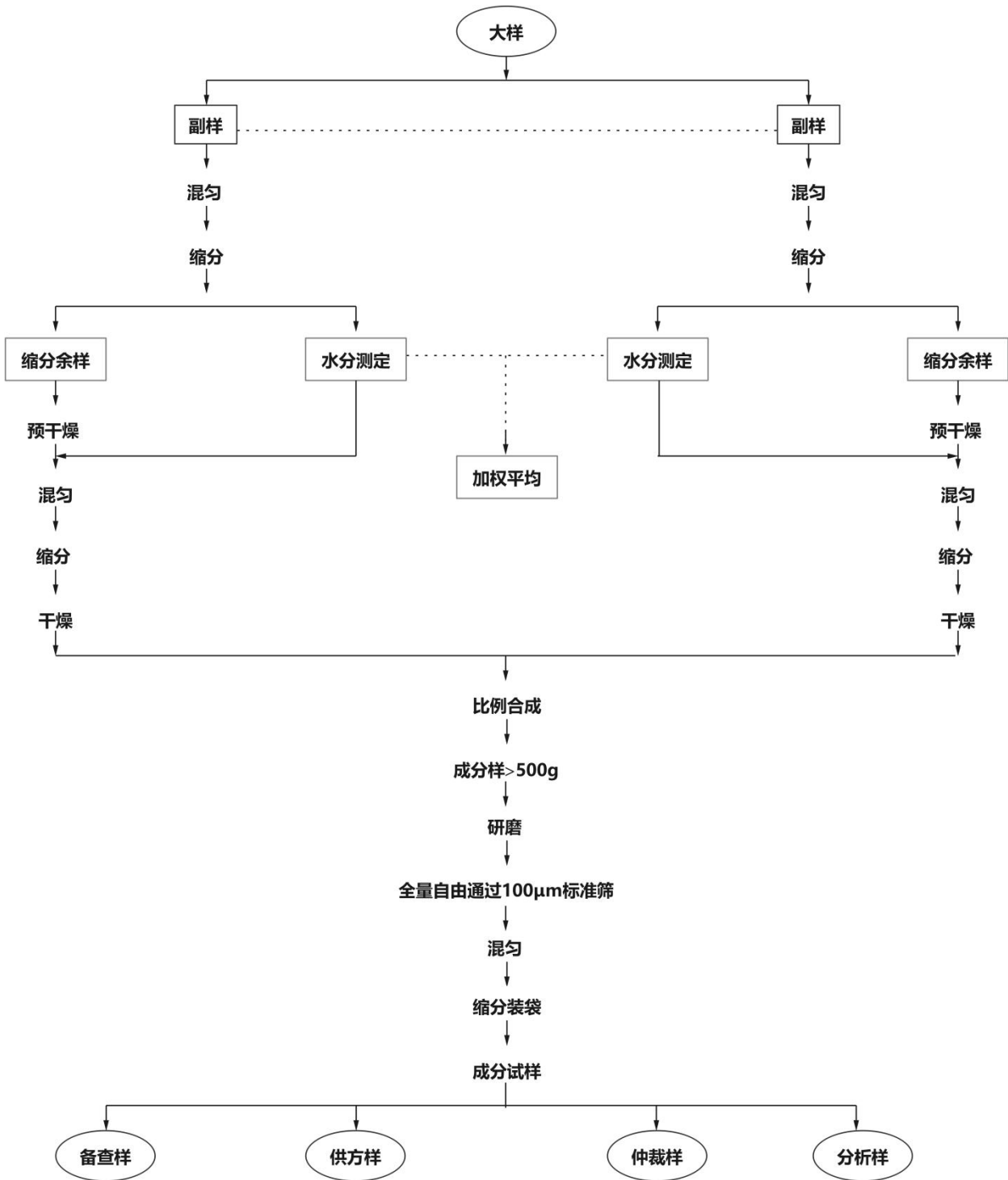


图 7 多副样制样流程二

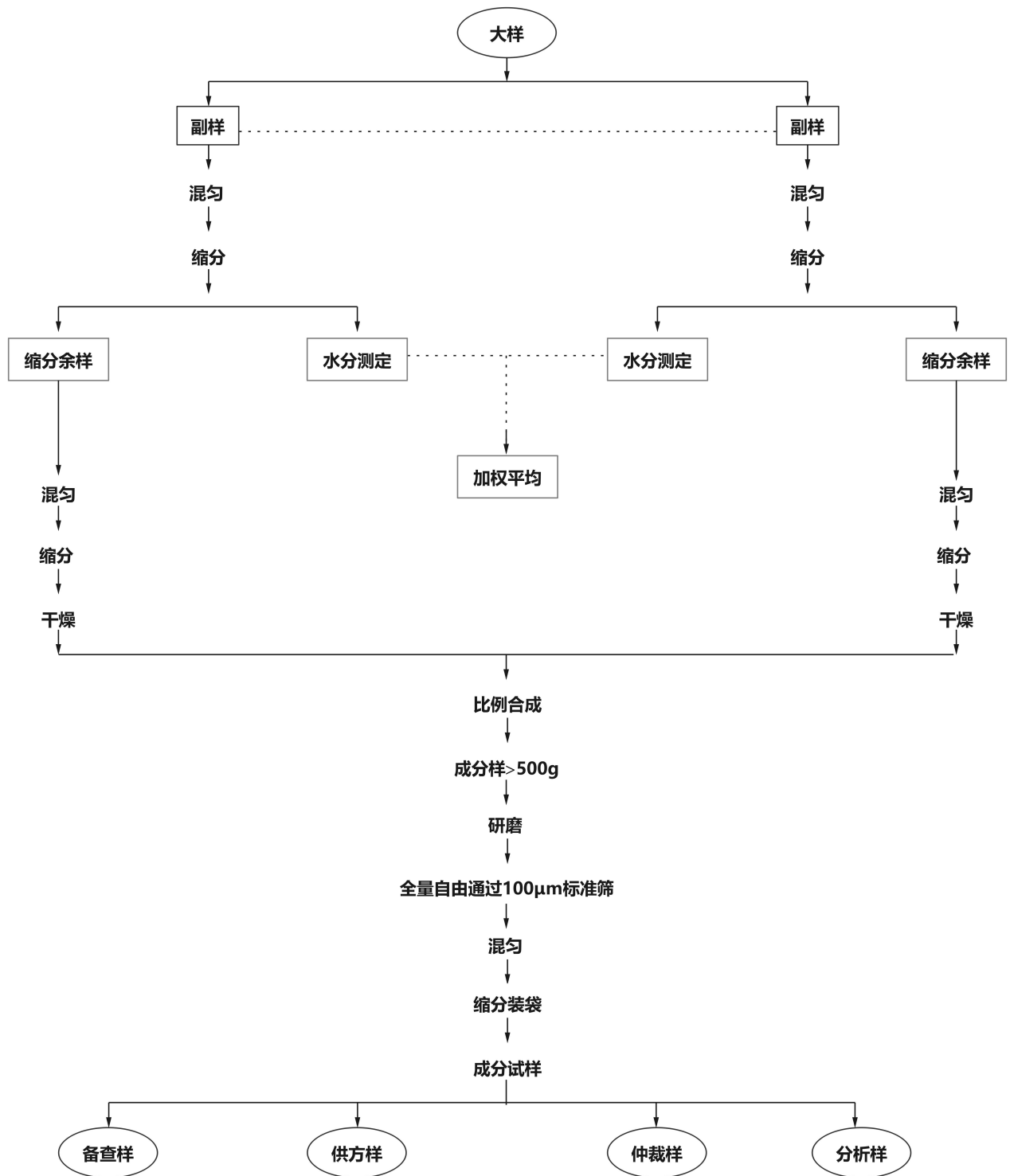


图 8 多副样制样流程三

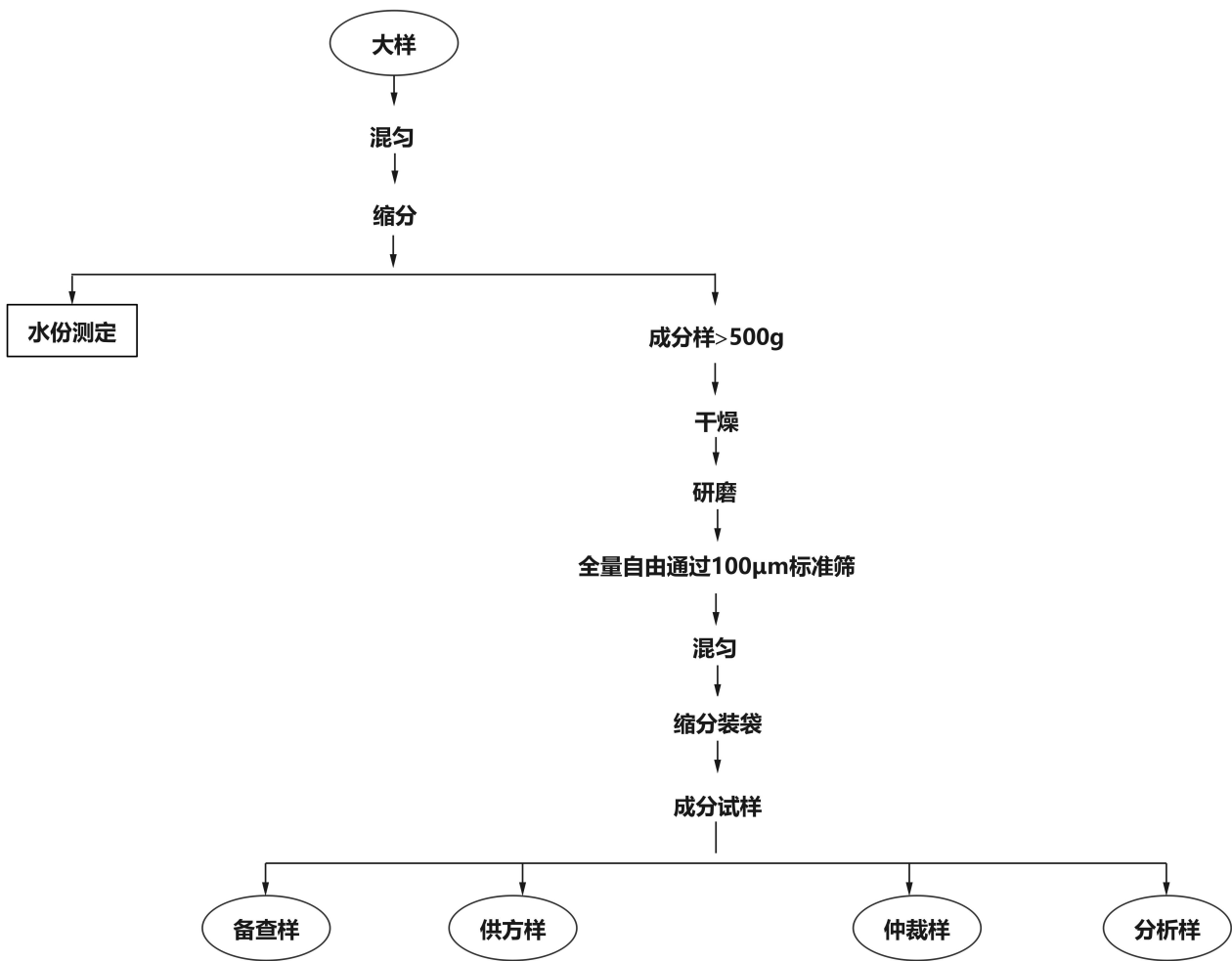


图 9 单一制样流程一

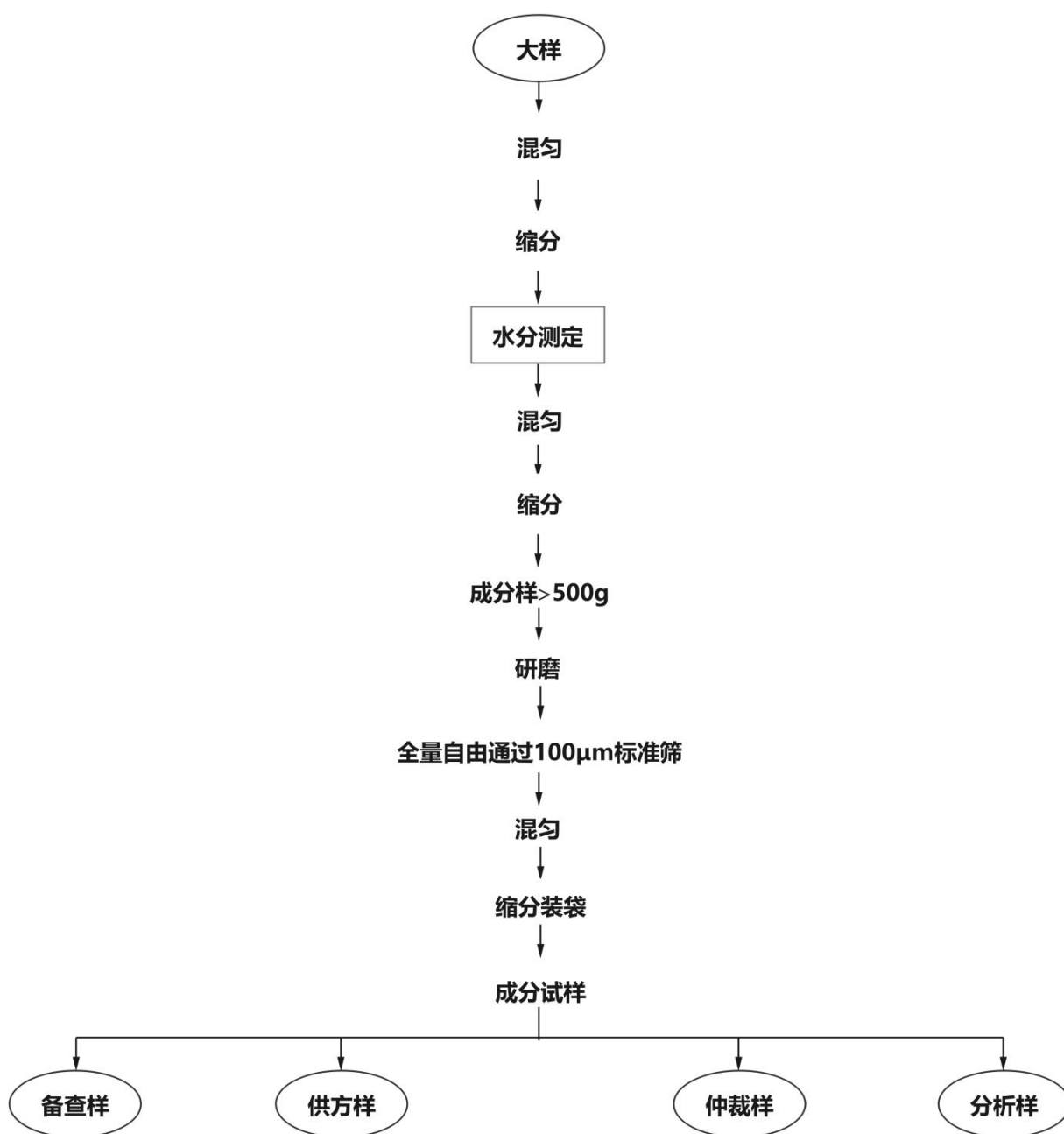


图 10 单一制样流程二

6.4 制样方法

6.4.1 试样混匀方法

6.4.1.1 滚动法（适合目测水分小于等于 12%的试样）

将试样置于洁净的缩分胶皮（板）上，用缩分样板将试样充分压碎，提起胶皮对角反复来回滚动，要求将试样滚过中心线，使试样充分混匀。

6.4.1.2 移锥法（适合目测水分小于 12%的试样）

将待混匀份样归集成堆，然后使用铁锹、样铲等工具按照一定顺序沿料堆周长方向逐一或对角铲取样品，将每次铲取的样品另归一堆。归堆时每铲样品均应从同一点（堆锥）处缓慢给料，使样品从锥顶向四周均匀散落，重复以上步骤数次直至样品充分混匀。

6.4.1.3 揉搓法（适合目测水分不小于 12%的试样）

将试样置于洁净的缩分胶皮（板）上，提起胶皮一角压住样品反复搓揉，注意含明水的样品不要使水分流失，重复操作使试样充分混匀。

6.4.1.4 对角切片法（适合目测水分不小于 12%的试样）

将待混匀份样集中放在胶皮布上归集成方形，用分样刀切分成大小大致相等的四块，分别对角叠放在一起，然后用分样刀切片打散，再切分成四块后分别对角叠放在一起后打散，如此重复操作数次直至样品充分混匀。

6.4.1.5 自动化设备混匀

可使用机械混合器，如 V 型混合器，旋转圆筒、搅拌机等设备对试样进行混匀，设备部件应采用耐磨材料，易于清洗，尽量减少污染。在使用这些设备前，应根据需要按附录 B 进行精密度校核试验，确认设备符合要求。

6.4.2 试样缩分方法

6.4.2.1 份样缩分法

将试样置于平整、洁净的缩分胶皮（板）上，平铺成厚度均匀的长方形平堆，将平堆划分成等份的网格。缩分大样不得少于 20 格，缩分副样不得少于 12 格（见图 14）。根据平堆的厚度从表 3 中选择合适的份样铲和档板，从每一网格的任意部位垂直插入，铲取等量的一铲集合为缩分试样。如果缩分后的试样质量小于所需质量，应增加每铲的质量或网格数。

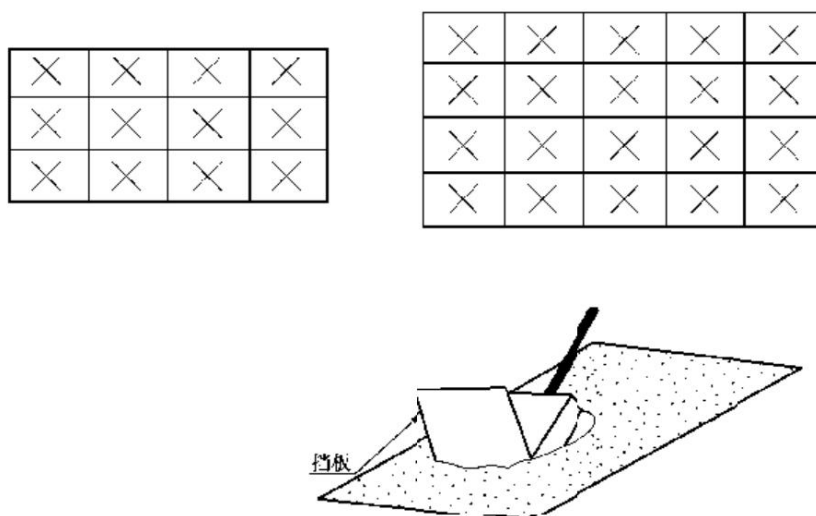


图 8 份样缩分法示意图

6.4.2.2 圆锥四分法

将混匀的样品归整成规则的对称几何形（一般为圆形、方形），然后按照对称轴将样品分成四份，取对角合并得到需要的样品。若样品量仍然过多，可重复上述操作，但每次缩分前都应再次混匀。

6.4.2.3 机械设备缩分

可采用旋转机、切割机、二分器等机械设备将混匀的样品进行缩分，在使用这些设备前，应根据需要按附录 B 进行精密度校核试验。

6.4.3 试样破碎方法

制样设备包括颚式破碎机、滚筒式棒磨机、密封研磨机等，应采用耐磨材料，易于清洗，尽量减少污染。在样品化学成分不发生变化的前提下，不局限于下述破碎方法，应使用手工或设备将样品破碎至满足化学成分检测要求的粒度。对于难以破碎的样品（筛上物）不能轻易地混合回样品中。

6.4.3.1 手工研磨方法

将所需样品置于洁净的制样台上，用磨矿锤以 30° ~ 50° 的角度向下前方施压，在制样台上做往返运动，使试样在制样台和磨矿锤中间的重力挤压下破碎，重复操作至试样全量达到所需粒度。

6.4.3.2 棒磨机破碎方法

将所需样品置于洁净的密封式样筒内，拧紧压紧装置，利用棒磨机产生的滚动力带动样筒内的磨棒匀速研磨试样，使试样全量达到粒度要求。

6.4.3.3 密封研磨机破碎方法

将所需样品置于洁净的密封式料钵内，拧紧压紧装置，利用制样机产生的离心力带动料钵内的击环和高速撞击试样，使试样破碎，重复操作至试样全量达到所需粒度。试样混匀不少于一次。

6.4.3.4 圆盘粉碎机破碎方法

开机前调整圆盘粉碎机磨盘之间的间隙，两个磨盘轻微接触，启动圆盘粉碎机，运行正常后，用压缩风、刷子等清洗设备，并将试样从进料斗匀速投入。试样混匀不少于一次。

6.5 试样容器和标签

6.5.1 盛样容器应有较好的密封性，以防试样变质。

6.5.2 试样包括以下信息：

- a) 编号；
- b) 精矿名称、来源；
- c) 车号或船号；
- d) 制样人员；
- e) 取样、制样日期；
- f) 分析项目。

7 水分测定

7.1 方法提要

将试样置于恒温干燥箱内，在规定的温度下干燥至恒重，根据失去的质量计算水分。

7.2 水分测定设备和工具

7.2.1 电子天平：感量小于等于 0.01g。

7.2.2 恒温鼓风干燥箱。

7.2.3 干燥盘：底面为平底，深度不大于 5cm。

7.3 测定要求

7.3.1 水分试样不小于 1000g。

7.3.2 当用大样制备水分试样时，制备两个平行试样。

7.4 测定步骤

将水分试样平铺于已知质量 (m_1) 的干燥盘内，使其厚度不超过 30mm，立即称量 (m_2)，放入

105±5℃恒温鼓风干燥箱内，一旦开始进行干燥，其间烘箱中不要放入其它湿的样品。干燥一定时间后取出，趁热立即称量或在干燥箱中冷却至室温后称量。再次将干燥盘放入干燥箱，继续烘干 1 小时，重复上述操作步骤，直至最后两次称量之差不大于试样初始质量的 0.05%。记录最后一次质量 (m_3)。

热称量时，应用适当的隔热材料隔离称量盘，以免对天平产生影响。

7.5 计算

7.5.1 按公式 (11) 计算试样的水分含量 (ω_i)。

$$\omega_i = \frac{(m_2 - m_3)}{(m_2 - m_1)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (11)$$

式中：

m_1 —干燥盘质量，单位为克 (g)；

m_2 —干燥盘加湿样质量，单位为克 (g)；

m_3 —干燥盘加干样质量，单位为克 (g)。

7.5.2 当由大样制备水分试样测定水分时，检验批的水分含量按照公式 (12) 计算：

$$\bar{\omega}_i = \frac{\omega_1 + \omega_2}{2} \quad \dots\dots\dots (12)$$

式中：

ω_1 、 ω_2 —分别为两个试样的水分含量 (%)；

ω_1 、 ω_2 的允许差不大于 0.2%，若超过则将样品再次烘 2 小时，进行二次测定，若允差不超过 0.25%，取四次结果 (ω_1 、 ω_2 、 ω_3 、 ω_4) 的平均值，若允差超过 0.25%，则舍去最大、最小值，取剩下两个水分测定值的平均值。

7.5.3 当由多个副样制备水分试样测定水分时，检验批的水分含量按公式 (13) 计算。

$$\omega = \frac{\sum_{i=1}^k m_i \cdot \omega_i}{\sum_{i=1}^k m_i} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (13)$$

式中：

k —副批数；

ω_i —第 i 个副批的水分含量；

m_i —第 i 个副批的质量。

注：以上计算数值按 GB/T 8170-2008 中 3.2 修约到小数点后第二位。

附录 A

(规范性)

精矿品质波动试验方法

A.1 试验目的

通过试验求出检验批内份样间标准偏差 (σ_W)，以确定该类精矿品质不均匀程度。

A.2 一般规定

A.2.1 试验可结合日常生产进行。

A.2.2 通常选择精矿主成分的百分含量作为品质特性。必要时，也可选择其他检测项目。

A.2.3 取样、制样方法按本标准进行。

A.2.4 为保证试验数据的可靠性，大批量试验使用同一类型的精矿应不少于 10 批，小批量试验应不少于 5 批。

A.3 试验方法

A.3.1 进行大批量精矿试验时，将该批精矿分成数量大致相等的至少 10 个部分（如图 A.1 所示）。将每部分所取的份样按顺序编号，然后每部分的奇数号份样合并为 A 副样，偶数号份样合并为 B 副样，从而构成一对副样，每个副样制成一个成分试样，分别进行测定。

○ ○ A ₁ B ₁	○ ○ A ₂ B ₂	○ ○ A ₃ B ₃	○ ○ A ₄ B ₄	○ ○ A ₅ B ₅	○ ○ A ₆ B ₆	○ ○ A ₇ B ₇	○ ○ A ₈ B ₈	○ ○ A ₉ B ₉	○ ○ A ₁₀ B ₁₀
--------------------------------------	--------------------------------------	--------------------------------------	--------------------------------------	--------------------------------------	--------------------------------------	--------------------------------------	--------------------------------------	--------------------------------------	--

图 A.1 一个交货批精矿分成 10 份为例示意图

A.3.2 进行小批量试验时，将从每一批取出的份样分为 10 个副样，每个副样由二个或以上的相邻份样组成，组成副样的份样数应相等。由每个副样制备一个成分试样，分别进行测定。当日常取样方法取出的份样数不能满足试验要求时，应增加份样数，以保证每个副样由相等数量的份样组成。

A.4 计算方法

A.4.1 对于大批量试验，可由极差法估算份样间的标准偏差。

成对测定数值的极差 R 按公式 (A.1) 计算。

$$R = |A - B| \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

A —由副样 A 制备的成分试样所得的测定值；

B —由副样 B 制备的成分试样所得的测定值。

所有极差的平均值 \bar{R} 按公式 (A.2) 计算:

$$\bar{R} = \frac{1}{K} \sum R \dots\dots\dots (A. 2)$$

式中:

K — R 值的个数。

份样间标准偏差估计值 σ_w 按公式 (A.3) 计算:

$$\hat{\sigma}_w = \sqrt{n_s} (\bar{R}/d_2) \dots\dots\dots (A. 3)$$

式中:

n_s — 组成副样 A (或 B) 的份样数;

d_2 — 由极差估计标准偏差的计算系数, 成对数据时 $\frac{1}{d_2}$ 为 0.8865。

A. 4.2 对于小批量试验, 按公式 (A.4) 计算份样间的标准偏差。

$$\hat{\sigma}_w = \sqrt{H \cdot \frac{m \sum X_i^2 - (\sum X_i)^2}{m(m-1)}} \dots\dots\dots (A. 4)$$

式中:

H — 组成一个副样的份样数;

X_i — 每个副样的测定值;

m — 副样的个数。

从公式 (A.3)、(A.4) 中得出的 $\hat{\sigma}_w$ 实为取样、制样、测定的总标准偏差, 是过高估计的 $\hat{\sigma}_w$, 但在确定品质波动大小类型时一般可按此值划分。

A. 5 结果的表示

依照上述方法从一系列试验中所得份样间标准偏差估计值的平均值按公式 (A.5) 计算:

$$\bar{\sigma}_w = \sqrt{\frac{1}{n} \sum \hat{\sigma}_w^2} \dots\dots\dots (A. 5)$$

式中:

n — $\hat{\sigma}_w$ 的个数。

A. 6 计算示例

示例 1:

a) 精矿名称

某大型铜矿山所产散装浮选铜精矿。

b) 批量

交货批量约 600t。

c) 批数

1 批。

d) 品质波动类型

根据以前使用情况，该矿山铜精矿类型为“中”。

e) 份样数

按 GB/T 14263 的规定，计算出的份样数至少为 64 个，为方便取样，本试验取样 80 个。

f) 份样量

按标准规定，份样量为 300g±60g。

g) 部分数

将该交货批精矿分成质量大致相等的 10 个部分。

h) 组成副样的份样数。

$$n_s = \frac{80}{10 \times 2} = 4$$

i) 品质特性

以铜精矿中铜的百分含量作为品质特性。

j) 试验结果列于表 A.1。

表 A.1 品质波动试验数据

部分号	副样 A	副样 B	极差 R
1	18.94	18.21	0.73
2	18.42	18.46	0.04
3	20.99	20.80	0.19
4	19.94	20.18	0.24
5	20.17	19.64	0.53
6	20.33	18.47	1.86
7	18.92	19.97	0.87
8	18.45	18.72	0.27
9	19.14	18.90	0.24
10	19.04	19.14	0.10
$\sum R$			5.07

k) 计算极差的平均值，按公式 (A.2) 计算。

$$\bar{R} = \frac{1}{K} \sum R = \frac{1}{10} \times 5.07 = 0.507$$

l) 计算份样间的标准偏差的估计值，按公式 (A.3) 计算。

$$\hat{\sigma}_w = \sqrt{n_s} \cdot \left(\frac{\bar{R}}{d_2} \right) = \sqrt{4} \times \left(\frac{0.507}{d_2} \right) = 0.899$$

示例 2:

a) 精矿名称

某小型铜矿山所产散装浮选铜精矿。

b) 批量

每个交货批的批量 60t。

c) 批数

共进行 5 批。

d) 品质波动类型

根据以前使用情况，该矿山所产精矿品质波动为“小”。

e) 份样数

按本文件规定，每批至少取 6 个份样，本试验在每批中取 16 个份样。

f) 份样量

按本文件规定，每个份样质量为 300g±60g。

g) 组成副样的份样数

本试验直接对份样进行制样、测定，即每个副样由一个份样组成。

h) 品质特性

以铜精矿中铜的百分含量作为品质特性。

i) 把试验结果和按公式 (A.4) 计算的每批精矿标准偏差填入表 A.2。

表 A.2 品质波动试验数据

份样号	试 验 结 果				
	第 1 批	第 2 批	第 3 批	第 4 批	第 5 批
1	19.74	18.53	20.95	21.08	19.97
2	18.60	18.48	20.89	20.85	19.70
3	19.87	18.85	21.16	21.58	19.75
4	19.34	18.90	21.24	21.08	19.94
5	19.75	18.50	20.90	21.50	19.84
6	19.92	18.62	20.92	21.07	19.89
7	19.94	18.08	20.91	21.74	20.04
8	19.36	18.90	19.77	21.93	19.67
9	17.77	18.86	21.01	21.54	19.77
10	17.06	18.54	20.92	21.04	19.83
11	19.94	18.34	20.63	21.66	19.88
12	20.02	18.58	21.27	21.50	19.89
13	19.32	18.94	21.07	21.25	19.73
14	19.66	18.70	21.08	21.66	20.16
15	19.88	19.11	20.54	21.29	19.73
16	19.52	19.53	20.81	21.38	20.01
\bar{x}	19.36	18.72	20.88	21.38	19.86
$\sum x$	309.69	299.46	334.07	342.15	317.80
$\sum x^2$	6005.01	5606.48	6977.05	7318.04	6312.58
$\hat{\sigma}_w$	0.847	0.338	0.354	0.303	0.137

j) 按公式 (A.5) 计算该精矿份样间标准偏差的平均值, 确定品质波动类型。

$$\hat{\sigma}_w = \sqrt{\frac{1}{n} \sum \hat{\sigma}_{wi}^2} = \sqrt{\frac{1}{5} (0.847^2 + 0.338^2 + 0.354^2 + 0.303^2 + 0.137^2)} = 0.46$$

附录 B

(规范性)

精密度校核试验方法

B.1 试验目的

通过试验校核散装重有色浮选精矿取样、制样及测定精密度是否符合其标准的规定。

B.2 一般规定

B.2.1 试验批数

通常用 20 批以上同一类型不同品位的精矿进行试验。如条件不具备,批数可适当减少,但不得少于 10 批。也可将大批划分为几个小批,对每个小批进行试验,以达到足够的试验批数。

B.2.2 份样数

试验所需的份样数为本文件中规定的 2 倍,即 $2n$ 。如果试验结合日常工作进行,取 $2n$ 个份样有困难,也可按本文件规定取 n 个份样,这样每个大样由 $n/2$ 个份样组成。

B.2.3 份样量

份样量应符合本文件的规定。

B.2.4 取样方法

根据校核需要,可从有关取样、制样方法中任意选择一种方法进行试验。

B.3 试验方法

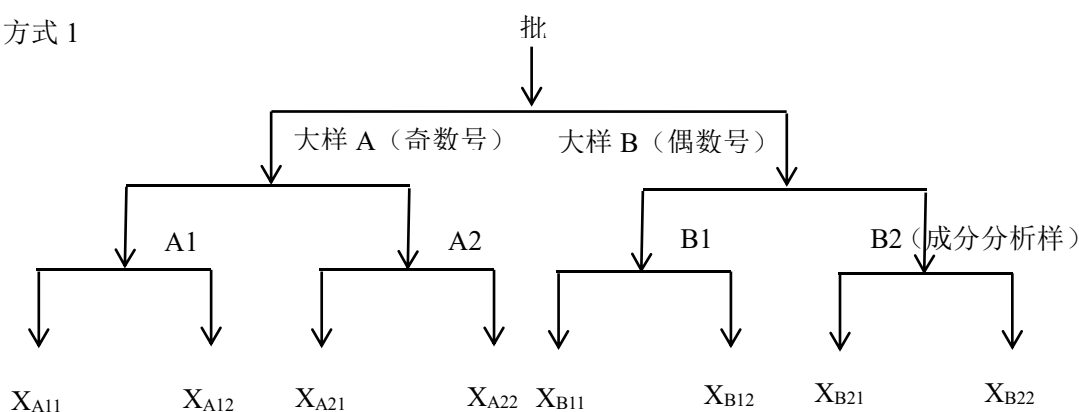
B.3.1 大样的组合方式

将从检验批中取出的所有份样按顺序编上号,将全部奇数号份样合并为 A 大样,全部偶数号份样合并为 B 大样。

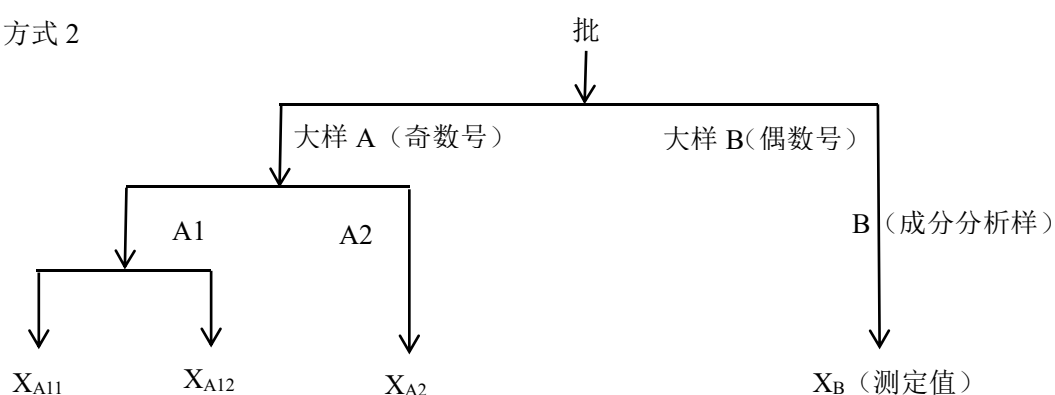
B.3.2 样品的缩分方式

根据需要可从下列两种缩分方式中任意选择一种进行。

方式 1



方式 2



B.4 数据解析 (采用 95%概率)

B.4.1 方式 1

B.4.1.1 将一批试验所得的四个成分分析样品的八个测定结果用下列符号表示。

X_{A11} 、 X_{A12} 代表由大样 A 制备出的成分分析样品 A₁ 的一对测定结果；

X_{A21} 、 X_{A22} 代表由大样 A 制备出的成分分析样品 A₂ 的一对测定结果；

X_{B11} 、 X_{B12} 代表由大样 B 制备出的成分分析样品 B₁ 的一对测定结果；

X_{B21} 、 X_{B22} 代表由大样 B 制备出的成分分析样品 B₂ 的一对测定结果。

B.4.1.2 计算出每个成分分析样品双实验测定结果的平均值 ($\overline{x_{ij}}$) 和极差 (R_i)。

$$\overline{x_{ij}} = \frac{1}{2}(X_{ij1} + X_{ij2}) \dots\dots\dots (B.1)$$

$$R_i = |X_{ij1} - X_{ij2}| \dots\dots\dots (B.2)$$

式中：

i —大样 A 或 B 的成对制备样品；

j —大样 A 和 B 的成对成分试样；

1、2—成分试样的双试验测定结果。

B. 4. 1. 3 算出成对成分试样 A_1 、 A_2 和 B_1 、 B_2 的平均值 (\bar{x}_i) 和极差 (R_2)。

$$\bar{x}_i = \frac{1}{2}(\bar{X}_{i1} + \bar{X}_{i2}) \cdots \cdots \cdots \text{(B. 3)}$$

$$R_2 = |\bar{X}_{i1} - \bar{X}_{i2}| \cdots \cdots \cdots \text{(B. 4)}$$

B. 4. 1. 4 算出大样 A 和 B 的平均值 (\bar{x}) 和极差 (R_3)。

$$\bar{x} = \frac{1}{2}(X_A + X_B) \cdots \cdots \cdots \text{(B. 5)}$$

$$R_3 = |\bar{X}_A - \bar{X}_B| \cdots \cdots \cdots \text{(B. 6)}$$

B. 4. 1. 5 算出极差的平均值 (\bar{R}_1 、 \bar{R}_2 、 \bar{R}_3)。

$$\bar{R}_1 = \frac{1}{4K} \sum R_1 \cdots \cdots \cdots \text{(B. 7)}$$

$$\bar{R}_2 = \frac{1}{2K} \sum R_2 \cdots \cdots \cdots \text{(B. 8)}$$

$$\bar{R}_3 = \frac{1}{K} \sum R_3 \cdots \cdots \cdots \text{(B. 9)}$$

式中：

K —试验批数。

B. 4. 1. 6 计算极差 R 的控制上限，凡超出上限的数值舍去，舍去后，应重新按式 (B.7)、式 (B.8)、式 (B.9) 重新计算极差的平均值 \bar{R}_1 、 \bar{R}_2 、 \bar{R}_3 及相应的舍弃数值上限，并予舍弃，直至所有数值均小于上限值为止。

$$R_1 \text{ 的上限: } D_4 \bar{R}_1$$

$$R_2 \text{ 的上限: } D_4 \bar{R}_2$$

$$R_3 \text{ 的上限: } D_4 \bar{R}_3$$

式中：

D_4 ——数值为 3.267（对于成对测定值而言）。

B.4.1.7 算出按极差推算的测定标准偏差定标准偏差（ $\hat{\sigma}_M$ ）、制样标准偏差（ $\hat{\sigma}_P$ ）和取样标准偏差（ $\hat{\sigma}_S$ ）的估计值。

$$\hat{\sigma}_M = \frac{\bar{R}_1}{d_2} \dots\dots\dots (B.10)$$

$$\hat{\sigma}_P = \sqrt{\left(\frac{\bar{R}_2}{d_2}\right)^2 - \frac{1}{2}\left(\frac{\bar{R}_1}{d_2}\right)^2} \dots\dots\dots (B.11)$$

$$\hat{\sigma}_S = \sqrt{\left(\frac{\bar{R}_3}{d_2}\right)^2 - \frac{1}{2}\left(\frac{\bar{R}_2}{d_2}\right)^2} \dots\dots\dots (B.12)$$

式中：

$1/d_2$ ——成对试验时由极差估算标准偏差的系数，数值为 0.8865。

注：如大样由 $n/2$ 个份样组成，公式中 B.12 中的 $\hat{\sigma}_S$ 的值应除以 $\sqrt{2}$ 。

B.4.1.8 计算出测定精密度（ β_M ）、制样精密度（ β_P ）和取样精密度（ β_S ）：

$$\beta_M = 2\hat{\sigma}_M \dots\dots\dots (B.13)$$

$$\beta_P = 2\hat{\sigma}_P \dots\dots\dots (B.14)$$

$$\beta_S = 2\hat{\sigma}_S \dots\dots\dots (B.15)$$

B.4.1.9 按下式算出取样、制样和测定的总标准偏差（ σ_{SPM} ）和总精密度（ β_{SPM} ）：

$$\sigma_{SPM}^2 = \hat{\sigma}_S^2 + \hat{\sigma}_P^2 + \hat{\sigma}_M^2 \dots\dots\dots (B.16)$$

$$\sigma_{SPM} = \sqrt{\hat{\sigma}_S^2 + \hat{\sigma}_P^2 + \hat{\sigma}_M^2} \dots\dots\dots (B.17)$$

$$\beta_{SPM} = 2\sigma_{SPM} \dots\dots\dots (B.18)$$

B.4.1.10 将 β_{SPM} 与有关标准规定的精密度进行比较。

B.4.2 方式 2

B.4.2.1 将一批将一批精矿的三个制备样品，四个测定结果用下列符号表示：

X_{A11} 、 X_{A12} —代表由大样 A 制备出的成分分析样品 A₁ 的一对测定结果；

X_{A2} —代表大样 A 制备样品 A₂ 的单试验测定结果；

X_B —代表大样 B 制备样品 B 的单试验测定结果。

B.4.2.2 将算出制备样品 A₁ 双试验测定结果的极差 (R_1)、成对制备样品 A₁ 和 A₂ 的极差 (R_2)、大样 A 和 B 的极差 (R_3)。计算方法用 B.4.1。计算可任取 X_{A11} 和 X_{A12} ，但须前后一致。

B.4.2.3 算出极差的平均值 \bar{R}_1 、 \bar{R}_2 、 \bar{R}_3 。

$$\bar{R}_1 = \frac{1}{K} \sum R_1 \dots\dots\dots (B.19)$$

$$\bar{R}_2 = \frac{1}{K} \sum R_2 \dots\dots\dots (B.20)$$

$$\bar{R}_3 = \frac{1}{K} \sum R_3 \dots\dots\dots (B.21)$$

式中：

K —试验批数。

B.4.2.4 算出舍弃数值上限，并舍弃超过上限值数据；再重新计算极差平均值和舍弃上限，直至所有极差值都小于舍弃上限为止。计算方法同 B.4.1。

B.4.2.5 算出按极差推算的测定标准偏差 $\hat{\sigma}_M$ 、制样标准偏差 $\hat{\sigma}_P$ 和取样标准偏差 $\hat{\sigma}_S$ 的估计值。

$$\hat{\sigma}_M = \sqrt{\left(\frac{\bar{R}_1}{d_2}\right)^2} \dots\dots\dots (B.22)$$

$$\hat{\sigma}_P = \sqrt{\left(\frac{\bar{R}_2}{d_2}\right)^2 - \left(\frac{\bar{R}_1}{d_2}\right)^2} \dots\dots\dots (B.23)$$

$$\hat{\sigma}_S = \sqrt{\left(\frac{\bar{R}_3}{d_2}\right)^2 - \left(\frac{\bar{R}_2}{d_2}\right)^2} \sigma \dots\dots\dots (B.24)$$

B.4.2.6 算出测定、制样、取样精密度 (β_M 、 β_P 、 β_S) 及总精密度 (β_{SPM})。计算方法同 B.4.1。

B.4.2.7 将 β_{SPM} 值与本标准中规定的精密度进行比较。

B.5 将试验结果和异常情况的处理

B.5.1 通过本试验求得的 β_{SPM} 值若小于标准中的规定值，说明日常的取样、制样和测定过程符合要求。

当试验求得的 β_{SPM} 值大于规定值时，应检查取样、制样和测定是否有不正常情况，必要时加以改进。

若无不正常情况，应按附录 A 重新评价浮选精矿的品质波动是否发生变化，以便相应地改变份样数。

B.5.2 如进行品质波动试验有困难，而取样精密度大于规定值时，应提高取样精密度。

B.5.2.1 增加份样数，按公式 B.25 计算应取的份样数。

$$\beta_S / \beta_{S1} = \sqrt{n/n'} \dots\dots\dots (B.25)$$

式中：

β_{S1} —试验所得取样精密度；

β_S —应达到的取样精密度；

n —标准中规定的份样数；

n' —达到 β_S 时应取的份样数。

B.5.2.2 增加份样量也可提高取样精密度。但份样量增大到一定程度后，再继续增大份样量，对提高精密度效果不显著。

B.6 计算示例

试验用系统取样方法按方式 1 结合日常生产进行。

a) 精矿名称

浮选铅精矿。

b) 批数

采用精矿 19 批。

c) 品质波动类型

根据日常使用情况，品质波动类型为“小”。

d) 份样数

按本文件规定，本试验每批取 10 个份样，这样每个大样由 $n/2$ 个份样组成。

e) 份样量

按标准规定，每个份样质量为 $400g \pm 80g$ 。

f) 标准确定的精密度 $\beta_{SPM} = 1.174\%$ ， $\beta_S = 1.134\%$ 。

g) 取样方法

在精矿装卸过程中，按计算的间隔在抓斗上取样，奇数样组成 A 大样，偶数样组成 B 大样。

h) 制样方法

按本文件要求，将 AB 两个大样分别制成 A₁、A₂、B₁、B₂ 四个试样进行测定。结果列于表 B.1。

表 B.1 精密度校核试验数据表

批号	批量 (t)	份样数		A ₁				A ₂				A		B ₁				B ₂				B		\bar{X}	R ₃
		A	B	X _{A11}	X _{A12}	\bar{X}_{A1}	R ₁	X _{A21}	X _{A22}	\bar{X}_{A2}	R ₁	\bar{X}_A	R ₂	X _{B11}	X _{B12}	\bar{X}_{B1}	R ₁	X _{B21}	X _{B22}	\bar{X}_{B2}	R ₁	\bar{X}_B	R ₂		
1	62	10	10	61.24	61.17	61.20	0.07	61.19	61.07	61.13	0.12	61.16	0.07	59.88	59.70	59.79	0.18	59.88	59.77	59.82	0.11	59.80	0.03	60.48	1.36
2	50	10	10	59.88	59.93	59.90	0.05	59.59	59.62	59.60	0.03	59.75	0.30	59.88	59.70	59.79	0.18	59.88	59.77	59.82	0.11	59.80	0.03	59.78	0.05
3	55	10	10	60.77	60.73	60.75	0.04	60.62	60.80	60.71	0.18	60.73	0.04	61.80	61.92	61.86	0.12	61.80	61.61	61.70	0.19	61.78	0.16	61.26	1.05
4	50	10	10	60.88	60.70	60.79	0.18	60.66	60.89	60.78	0.23	60.78	0.01	59.71	59.48	59.60	0.23	59.77	59.95	59.86	0.18	59.73	0.26	60.26	1.05
5	62	10	10	63.23	63.00	63.12	0.23	63.12	62.92	63.02	0.19	63.07	0.10	62.07	62.00	62.04	0.07	61.96	61.73	61.84	0.23	61.94	0.20	62.50	1.13
6	50	10	10	61.92	62.00	61.96	0.08	62.13	61.87	62.00	0.26	61.98	0.04	62.25	62.31	62.28	0.06	61.96	61.72	61.84	0.24	62.06	0.44	62.02	0.08
7	50	10	10	61.79	61.82	61.80	0.03	61.60	61.49	61.54	0.11	61.67	0.26	60.68	60.67	60.68	0.01	60.53	60.51	60.52	0.02	60.60	0.16	61.14	1.07
8	62	10	10	58.51	58.50	58.50	0.01	58.55	58.44	58.50	0.11	58.50	0.00	57.57	57.50	57.54	0.07	57.90	57.98	57.94	0.08	57.74	0.40	58.12	0.76
9	62	10	10	56.89	57.01	56.95	0.12	57.55	57.57	57.56	0.02	57.25	0.61	57.07	56.88	56.98	0.19	56.92	56.95	56.94	0.03	56.96	0.04	57.10	0.29
10	62	10	10	59.28	59.44	59.36	0.16	59.34	59.29	59.32	0.05	59.34	0.04	58.96	58.79	58.88	0.17	58.80	58.82	58.81	0.02	58.84	0.07	59.09	0.50
11	62	10	10	59.37	59.37	59.37	0.00	59.36	59.25	59.30	0.11	59.34	0.07	59.11	58.97	59.04	0.14	59.26	59.10	59.18	0.16	59.11	0.14	59.22	0.23
12	62	10	10	58.87	58.90	58.89	0.03	58.88	58.73	58.80	0.15	58.84	0.09	60.49	60.26	60.38	0.23	60.18	60.02	60.10	0.16	60.24	0.28	59.54	1.40
13	50	10	10	58.68	58.59	58.64	0.09	58.56	58.40	58.48	0.16	58.56	0.16	58.93	58.75	58.84	0.18	59.00	58.83	58.91	0.17	58.87	0.07	58.71	0.31
14	62	10	10	56.90	57.01	56.96	0.11	56.76	56.71	56.74	0.05	58.85	0.22	56.87	56.88	56.88	0.01	56.89	56.93	56.91	0.04	56.90	0.03	56.87	0.05
15	62	10	10	57.73	57.88	57.80	0.15	57.35	57.48	57.42	0.13	57.61	0.38	57.91	58.06	57.98	0.15	57.72	57.84	57.78	0.12	57.88	0.20	57.74	0.27
16	62	10	10	58.77	58.85	58.81	0.08	58.96	58.80	58.88	0.16	58.84	0.07	59.05	59.08	59.06	0.03	58.92	58.82	58.87	0.10	58.96	0.19	58.90	0.12
17	58	10	10	58.65	58.53	58.59	0.12	58.45	58.37	58.41	0.08	58.50	0.18	58.74	58.65	58.70	0.09	58.61	58.57	58.59	0.04	58.64	0.11	58.57	0.14
18	55	10	10	58.46	58.45	58.46	0.01	58.72	58.67	58.70	0.05	58.58	0.24	58.84	58.72	58.78	0.12	58.99	58.82	58.90	0.17	58.84	0.12	58.71	0.26
19	62	10	10	63.20	62.96	63.08	0.24	62.81	62.88	62.84	0.07	62.96	0.24	64.28	64.04	64.16	0.24	63.40	63.40	63.40	0.00	63.78	0.76	63.37	0.82
Σ							1.80				2.26		3.12				2.47				2.17		3.69		10.94

i) 数据解析

1) 算出极差的平均值。

$$\bar{R}_1 = \frac{1}{4K} \sum R_1 = 8.7/19 \times 4 = 0.114$$

$$\bar{R}_2 = \frac{1}{2K} \sum R_2 = 6.81/19 \times 2 = 0.178$$

$$\bar{R}_3 = \frac{1}{K} \sum R_3 = 10.94/19 = 0.576$$

2) 算出舍弃数值上限

$$R_1 \text{ 舍弃数值上限: } D_4 \bar{R}_1 = 3.267 \times 0.114 = 0.372$$

$$R_2 \text{ 舍弃数值上限: } D_4 \bar{R}_2 = 3.267 \times 0.178 = 0.585$$

$$R_3 \text{ 舍弃数值上限: } D_4 \bar{R}_3 = 3.267 \times 0.576 = 1.882$$

3) 检查 R_1 、 R_2 、 R_3 数值是否处于受控状态。

经检查, R_1 、 R_3 之值均无超过上限值, 但第九批 A 副样 R_2 和第十九批 B 副样的 R_2 , 超出了上限值, 处于异常状态。经查, 其原因是制样工具污染造成。

4) 剔除异常值后重新计算 \bar{R}_2 。

$$\bar{R}_2 = \frac{1}{2K} \sum R_2 = 5.44/(2 \times 18) = 0.151$$

$$R_2 \text{ 舍弃数值上限: } D_4 \bar{R}_2 = 3.267 \times 0.151 = 0.493$$

5) 算出测定、制样和取样标准偏差 (%)

$$\hat{\sigma}_M = \sqrt{\left(\frac{\bar{R}_1}{d_2}\right)^2} = \sqrt{(0.114 \times 0.8865)^2} = 0.101\%$$

$$\hat{\sigma}_P = \sqrt{\left(\frac{\bar{R}_2}{d_2}\right)^2 - \frac{1}{2}\left(\frac{\bar{R}_1}{d_2}\right)^2} = \sqrt{(0.151 \times 0.8865)^2 - 0.5 \times (0.114 \times 0.8865)^2} = 0.113\%$$

$$\hat{\sigma}'_S = \sqrt{\left(\frac{R_3}{d_2}\right)^2 - \frac{1}{2}\left(\frac{R_2}{d_2}\right)^2} = \sqrt{(0.576 \times 0.8865)^2 - 0.5 \times (0.151 \times 0.8865)^2} = 0.474\%$$

因大样由 $\frac{1}{2}n$ 个份样组成, 故实际取样标准偏差为:

$$\hat{\sigma}_S = \hat{\sigma}'_S / \sqrt{2} = 0.474/1.414 = 0.335\%$$

6) 算出测定、制样和取样精密度 (%) 和总精密度 (%)。

$$\beta_M = 2\hat{\sigma}_M = 2 \times 0.101 = 0.202\%$$

$$\beta_P = 2\hat{\sigma}_P = 2 \times 0.113 = 0.226\%$$

$$\beta_S = 2\hat{\sigma}_S = 2 \times 0.335 = 0.670\%$$

$$\beta_{SPM} = \sqrt{\hat{\sigma}_S^2 + \hat{\sigma}_P^2 + \hat{\sigma}_M^2} = 2 \times \sqrt{0.335^2 + 0.113^2 + 0.101^2} = 0.735\%$$

j) 将试验结果和标准规定进行比较。

经比较，试验所得各项达到标准精密度要求。

附录 C

(规范性)

取样系统误差校核试验方法

C.1 试验目的

用同一批散装浮选精矿，分别用参比取样方法（A 法）和被校核取样方法（B 法）采取一系列成对样品，并将其结果进行比较，校核其差值是否存在显著性差异，从而确定 B 法能否适合于日常取样。

C.2 一般规定

C.2.1 试样的品质特性

以精矿的主成分含量作为试样的品质特性。

C.2.2 试验组数

预先试验组数不得少于 20 组。所需试验组数根据 20 个试验数据差值的标准偏差和最大允许系统偏差（ δ ）值计算确定。

注：最大允许系统偏差（ δ ）一般为总精密度的一半。

C.2.3 试验用精矿的选择

应优先选用品质波动大的精矿作为试验用精矿。

C.2.4 对比试验用样品的选择。

采用大样或副样对比法。

C.2.5 参比方法的选择

参比方法是从技术经济的角度考虑不会带来系统误差的方法。根据现场条件，可由有关方协商确定。

C.2.6 制样及样品分析方法

样品的制备及分析按有关标准的规定进行。

C.2.7 显著性水平检验方法

采用 5% 显著性水平 t 检验（单侧）评定系统误差。

C.3 试验方法

用同一批精矿分别用 A 法和 B 法取相同数目的份样，然后分别将其合并为一个 A 大样（或 A 副样）和一个 B 大样（或 B 副样），并且用相同的制样和分析方法进行试验。

C.4 数据解析

C.4.1 用 X_{Ai} 代表 A 法取出样品的各个测定结果，用 X_{Bi} 代表按 B 法取出样品的各个测定结果。

C.4.2 用公式 (C.1) 算出 X_{Ai} 和 X_{Bi} 的差值 d_i 。

$$d_i = X_{Bi} - X_{Ai} \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

i —试验批次。数值为1、2、3…… k 。

C.4.3 算出差值的平均值 \bar{d} 。

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

C.4.4 算出标准偏差 S_d 。

$$S_d = \sqrt{\frac{K \sum d_i^2 - (\sum d_i)^2}{K(K-1)}} \dots\dots\dots (C.3)$$

C.4.5 确定所需的成对试验组数。

C.4.5.1 按公式 (C.4) 计算系数 D 。

$$D = \frac{\delta}{S_d} \dots\dots\dots (C.4)$$

式中:

δ —最大允许系统误差, 规定为 $\frac{1}{2} \beta_{SPM}$ 。

C.4.5.2 由表 (C.1) 查出所需成对试验组数 n_1 。当 $n_1 \leq 20$ 时, 按公式 (C.5) 计算 t_0 值; 当 $n_1 > 20$ 时, 应进行追加试验。

表 C.1 由系数 D 确定所需的成对数据组数 n_1

系数 D 的范围	所需的成对数据组数 n_1	系数 D 的范围	所需的成对数据组数 n_1
$0.30 \leq D < 0.35$	122	$0.95 \leq D < 1.00$	14
$0.35 \leq D < 0.40$	90	$1.00 \leq D < 1.05$	13
$0.40 \leq D < 0.45$	70	$1.1 \leq D < 1.2$	11
$0.45 \leq D < 0.50$	55	$1.2 \leq D < 1.3$	10
$0.45 \leq D < 0.55$	45	$1.3 \leq D < 1.4$	8
$0.55 \leq D < 0.60$	38	$1.4 \leq D < 1.5$	8
$0.60 \leq D < 0.65$	32	$1.5 \leq D < 1.6$	7
$0.65 \leq D < 0.70$	28	$1.6 \leq D < 1.7$	6
$0.70 \leq D < 0.75$	24	$1.7 \leq D < 1.8$	6

$0.75 \leq D < 0.80$	21	$1.8 \leq D < 1.9$	6
$0.80 \leq D < 0.85$	19	$1.9 \leq D < 2.0$	5
$0.85 \leq D < 0.90$	17	$2.0 \leq D$	5
$0.90 \leq D < 0.95$	15		

C.4.6 计算 t_0 值，按公式 (C.5) 进行。

$$t_0 = \frac{|\bar{d}|}{S_d / \sqrt{K}} \dots\dots\dots (C.5)$$

C.4.7 从表 C.2 中查出 t 值，其概率为 95%。

表 C.2 5%显著性水平的 t 值 (单侧)

成对组数	t	成对组数	t	成对组数	t
2	6.314	21	1.725	40	1.685
3	2.920	22	1.721	41	1.684
4	2.353	23	1.717	42	1.683
5	2.132	24	1.714	43	1.682
6	2.015	25	1.711	44	1.681
7	1.943	26	1.708	45	1.680
8	1.895	27	1.706	46	1.679
9	1.860	28	1.703	47	1.679
10	1.833	29	1.701	48	1.678
11	1.812	30	1.699	49	1.677
12	1.796	31	1.697	50	1.677
13	1.782	32	1.696	51	1.676
14	1.771	33	1.694	61	1.671
15	1.761	34	1.692	81	1.664
16	1.753	35	1.691	121	1.658
17	1.746	36	1.690	240	1.651
18	1.740	37	1.688	∞	1.645
19	1.734	38	1.687		
20	1.729	39	1.686		

C.4.8 将 t_0 和 t 进行比较，如果 $t_0 < t$ ，则认为 B 法和 A 法无显著性差异，B 法可用于日常取样；如果

$t_0 > t$ ，则认为 B 法与 A 法有显著性差异，B 法不能用于日常取样工作，应采取措施消除系统误差。

C.5 计算示例

a) 精矿名称

散装浮选铅精矿。

b) 品质波动类型

精矿品质波动类型为“大”。

c) 试验批量

预先试验批数 20 批。

d) 取样方法选择

选择系统取样法作为参比取方法（A 法），货车取样法为被校核取样方法（B 法）。

e) 试验步骤

从同一检验批用 A 法和 B 法各取相同数量的份样，分别合并为 A 大样和 B 大样，然后用相同的制样、分析方法测定特性值，并将结果记入表 C.3。

f) 计算差值的平均值（ \bar{d} ）

$$\bar{d} = \frac{1}{K} \sum d_i = \frac{1}{20} \times (-0.53) = -0.0265$$

g) 计算差值的标准偏差（ S_d ）

$$S_d = \sqrt{\frac{K \sum d_i^2 - (\sum d_i)^2}{K(K-1)}} = \sqrt{\frac{20 \times 3.5311 - (-0.53)^2}{20 \times (20-1)}} = 0.430$$

h) 确定所需的成对试验组数

1) 最大允许误差 δ

$$\delta = \frac{1}{2} \beta_{SPM} = \frac{1}{2} \times 1.174 = 0.587$$

2) 计算系数 D

$$D = \frac{\delta}{S_d} = \frac{0.587}{0.430} = 1.365$$

3) 根据 D 值查表 C.1 得所需试验组数 $n_1 = 8$ ，故所收集的 20 组数据对本试验已足够。

i) 计算 t_0

j) 查 5% 显著性水平的 t 值表（单侧）

由表 C.2 查得成对试验组数为 20 时 t 值为 1.729。

k) 结论

由于 $t_0 < t$ ，故 B 法与 A 法无显著性差异，B 法（货车取样法）可作为日常取样方法。

参考文献

- [1] GB/T 8170 数字修约规则与极限数值的表示和判定
-