

**М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й   С Т А Н Д А Р Т**

---

# **ФЕРРОСПЛАВЫ**

## **ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ ТОЧНОСТИ СОКРАЩЕНИЯ ПРОБ**

**Издание официальное**

**БЗ 7—2004**

**СТАНДАРТИНФОРМ  
Москва**

**М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й   С Т А Н Д А Р Т****ФЕРРОСПЛАВЫ****Экспериментальные методы контроля точности сокращения проб**Ferrous alloys. Experimental methods for checking  
the precision of sample deviation**ГОСТ  
28782—90  
(ИСО 7373—87)**МКС 77.100  
ОКСТУ 0809Дата введения 01.01.92**1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ**

Настоящий стандарт устанавливает экспериментальные методы контроля точности сокращения проб ферросплавов, проводимые на объединенной пробе или подпробах, отобранных от партии ферросплава в соответствии с методами, указанными в нормативно-технической документации на методы отбора и подготовки проб для отдельных видов или групп ферросплавов.

Настоящие методы применимы при взятии точечных проб легкодробимых ферросплавов и не применимы к труднодробимым ферросплавам, точечные пробы от которых готовят сверлением.

**2. ССЫЛКИ**

ИСО 4552 Ферросплавы. Отбор и подготовка проб для химического анализа.

Часть 1. Феррохром, ферросиликохром, ферросилиций, ферросиликомарганец и ферромарганец (ГОСТ 24991).

Часть 2. Ферротитан, ферромolibден, ферровольфрам, феррониобий и феррованадий (ГОСТ 20515, ГОСТ 25207 в части ферровольфрама, ГОСТ 26201).

ИСО 7087 Ферросплавы. Экспериментальные методы оценки вариации качества и контроля точности пробоотбора (ГОСТ 17260).

**3. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ****3.1. Масса объединенной пробы**

Масса объединенной пробы должна быть достаточной для получения лабораторной пробы требуемой массы. В связи с этим эксперименты проводят на партиях массой не менее 100 т для ферросплавов по ИСО 4552-1 (ГОСТ 24991) и не менее 5 т — для ферросплавов по ИСО 4552-2 (ГОСТ 20515, ГОСТ 25207 в части ферровольфрама, ГОСТ 26201).

**3.2. Методы анализа**

Анализ экспериментальных проб проводят в соответствии с методами, указанными в нормативно-технической документации на методы анализа конкретных видов ферросплавов.

**3.3. Показатели качества**

Показатели качества, по которым устанавливается погрешность сокращения проб, указывают в нормативно-технической документации на методы отбора и подготовки проб для отдельных видов или групп ферросплавов. По взаимному согласованию заинтересованных сторон любой другой элемент может быть выбран показателем качества.

### 3.4 Количество экспериментов

Эксперимент повторяют не менее 10 раз для каждого вида ферросплава на объединенных пробах или подпробах.

**Примечание.** Объединенная проба, взятая для определения качества партии, может быть использована для получения экспериментальных проб путем ее разделения.

## 4. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ

### 4.1. Выбор методов эксперимента

4.1.1. Для ферросплавов, физические свойства которых не позволяют готовить пробы путем одной или двух стадий сокращения и в том случае, если порции пробы, подлежащие отбрасыванию во время последовательных стадий подготовки, необходимо использовать как готовый продукт, например, ферросплавы ИСО 4552-2 (ГОСТ 20515, ГОСТ 25207 в части ферровольфрама, ГОСТ 26201), эксперимент рекомендуется проводить согласно методу сокращения в три и более стадий, приведенному в п. 4.2.

4.1.2. Если существующее устройство для дробления может быть использовано для подготовки пробы за одну или две стадии сокращения и требуется получить меньшую погрешность сокращения, то эксперимент рекомендуется проводить согласно методу сокращения в одну или две стадии, приведенному в п. 4.3.

### 4.2. Метод сокращения проб в три и более стадий

4.2.1. Метод применяется к ферросплавам по ИСО 4552-2 (ГОСТ 20515, ГОСТ 25207 в части ферровольфрама, ГОСТ 26201).

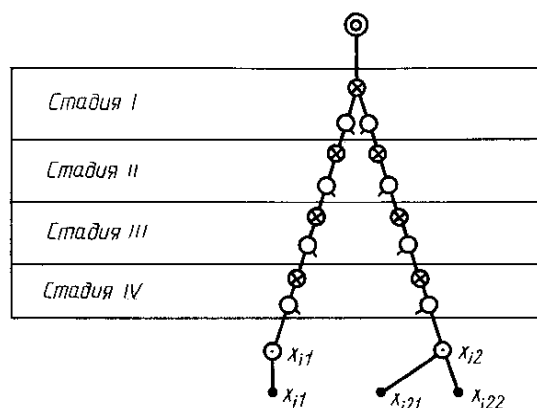
4.2.2. В табл. 1 приведены примеры размеров максимальных частиц пробы, подлежащей сокращению на каждой стадии.

Таблица 1

Стадия сокращения	Размер максимальных частиц
Первая	— 10 мм или — 7,10 мм
Вторая	— 5 мм или — 2,80 мм
Третья	— 1,0 мм или — 250 мкм

4.2.3. Пример схемы подготовки экспериментальных проб приведен на черт. 1.

### Пример схемы сокращения проб в четыре стадии



Обозначения:

- ⊙ объединенная проба или подпроба;
- ⊗ дробление;
- сокращение;
- ⊙ лабораторная проба для химического анализа;
- определение, проводимое на лабораторной пробе

Черт. 1

Из каждой сокращаемой пробы готовят одну лабораторную пробу.

Число стадий дробления и сокращения должно быть одинаковым при подготовке каждой из двоекных проб.

Одну из двоек лабораторных проб анализируют один раз, другую — два (дубликатные определения).

**Примечание.** Дубликатные определения проводят на двух навесках, взятых из одной лабораторной пробы в химической лаборатории.

4.2.4. Последовательность химического анализа экспериментальных лабораторных проб произвольна или же экспериментальные и обычные лабораторные пробы анализируют одновременно в произвольном порядке.

4.2.5. Данные эксперимента приводят в виде таблицы.

Пример записи данных эксперимента по сокращению проб приведен в таблице.

Наименование эксперимента: \_\_\_\_\_

Вид и марка ферросплавов (например ферромарганец): \_\_\_\_\_

Использованный метод сокращения (например метод, приведенный в п. 4.2): \_\_\_\_\_

Дата проведения эксперимента: \_\_\_\_\_

Объединенная проба	Показатель качества (например % марганца)				
	$x_{i1}$	$x_{i21}$	$x_{i22}$	$ x_{i21} - x_{i22} $	$ x_{i1} - x_{i21} $ ИЛИ $ x_{i1} - x_{i22} $
1					
2					
⋮					
⋮					
$k$					
$\sigma_{M^2} = \left( \frac{\bar{R}_1}{1,128} \right)^2;$ $\sigma_{II} = \sqrt{\left( \frac{\bar{R}_2}{1,128} \right)^2 - \sigma_{M^2}};$				$\bar{R}_1$	$\bar{R}_2$

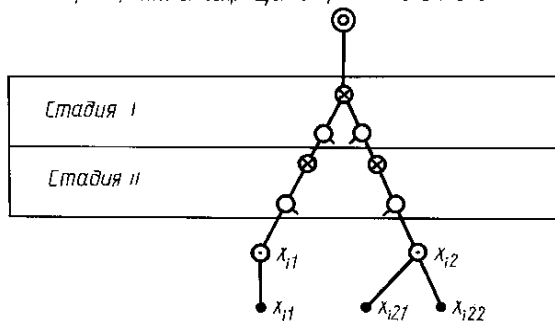
### 4.3. Метод сокращения в одну или две стадии

4.3.1. Метод применяется к ферросплавам по ИСО 4552-1 (ГОСТ 24991).

4.3.2. Рекомендуемый размер максимальных частиц сокращаемой пробы — 2,8 мм или — 1,0 мм.

4.3.3. Пример подготовки экспериментальных проб приведен на черт. 2. Из каждой сокращаемой пробы готовят одну лабораторную пробу. Число стадий дробления и сокращения должно быть одинаково при подготовке каждой из двоек лабораторных проб.

Пример схемы сокращения проб в две стадии



Обозначения:

- ⊙ объединенная проба или подпроба;
- ⊗ дробление;
- сокращение;
- ⊙ лабораторная проба для химического анализа;
- определение, проводимое на лабораторной пробе

Черт. 2

Одну из двоек лабораторных проб анализируют один раз, другую — два (дубликатные определения).

**Примечание.** Дубликатные определения проводят на двух навесках, взятых из одной лабораторной пробы в химической лаборатории.

4.3.4. Последовательность химического анализа экспериментальных лабораторных проб произвольна или экспериментальные и обычные пробы анализируют одновременно в произвольном порядке.

## 5. АНАЛИЗ ДАННЫХ

Анализ данных для оценки точности сокращения одинаков для экспериментов, проводимых по пп. 4.2 и 4.3.

**Примечание.** Если расчетная величина под корнем квадратным оказывается отрицательной, то среднеквадратическое отклонение считают равным нулю ( $\sigma = 0$ ) при условии, что никаких отклонений в процессе эксперимента не наблюдалось.

### 5.1. Погрешность метода химического анализа

Величину оценки погрешности метода химического анализа рассчитывают по формулам:

$$\bar{R}_1 = \frac{1}{k} \sum_{i=1}^k |x_{i21} - x_{i22}|; \quad (1)$$

$$\hat{\sigma}_M = \frac{\bar{R}_1}{d_2}, \quad (2)$$

где  $x_{i21}$ ,  $x_{i22}$  — первое и второе химическое определение  $i$ -той лабораторной пробы  $x_{i2}$ , соответственно;  
 $k$  — число экспериментов;  
 $\bar{R}_1$  — средний размах дубликатных определений;  
 $d_2$  — коэффициент, используемый для определения среднеквадратического отклонения по размаху при дубликатных измерениях;  
 $\hat{\sigma}_M$  — оценка величин погрешности метода химического анализа, выраженная среднеквадратическим отклонением.

### 5.2. Погрешность сокращения

Оценку величин погрешности сокращения пробы проводят по формулам:

$$\bar{R}_2 = \frac{1}{k} \sum_{i=1}^k |x_{i1} - x_{i21}| \quad (3)$$

или

$$\bar{R}_2 = \frac{1}{k} \sum_{i=1}^k |x_{i1} - x_{i22}|$$

$$\hat{\sigma}_\Pi = \sqrt{\left(\frac{\bar{R}_2}{d_2}\right)^2 - \hat{\sigma}_M^2}, \quad (4^*)$$

где  $\bar{R}_2$  — среднее значение размаха двоек лабораторных проб, одна из которых определена один раз, и одним из дубликатных определений — другой;  
 $\hat{\sigma}_\Pi$  — оценка величины погрешности сокращения, выраженная среднеквадратическим отклонением.

## 6. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ЭКСПЕРИМЕНТА

Полученные оценки погрешности сокращения пробы и/или погрешности метода химического анализа сравнивают с заданными величинами или величинами, указанными в государственных стандартах на методы отбора и подготовки проб для отдельных видов или групп ферросплавов.

\* Другие способы расчета приведены в ИСО 7087 (ГОСТ 17260).

В случае, если погрешность сокращения проб и/или погрешность метода химического анализа превышают заданные величины или величины, приведенные в соответствующих государственных стандартах, то организации, проводящие эксперименты, должны предпринять необходимые действия по совершенствованию подготовки проб и/или химического анализа.

Во избежание возникновения неконтролируемой ситуации следует помнить, что погрешность сокращения увеличивается в следующих случаях:

- а) если пробу, имеющую частицы большого размера, сокращают за один раз до сокращенной пробы малой массы;
- б) если сокращение проводят, используя большое число стадий;
- в) если используют устройство для сокращения проб, точность которого недостаточно контролируется;
- г) если принятая инструкция по подготовке проб точно не выполняется.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

## 1. ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР

## 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 14.12.90 № 3141

Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 7373—87 «Ферросплавы. Экспериментальные методы контроля точности сокращения проб» и полностью ему соответствует

## 3. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение соответствующего международного стандарта	Обозначение нормативно-технического документа, на который дана ссылка	Номер раздела
ИСО 7087—84	ГОСТ 17260—87	2
ИСО 4552-1—87	ГОСТ 24991—81	2
ИСО 4552-2—87	ГОСТ 20515—75	2
»	ГОСТ 25207—85	2
»	ГОСТ 26201—84	2

## 4. Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

## 5. ПЕРЕИЗДАНИЕ Март 2005 г.

Редактор *В.Н. Копысов*  
 Технический редактор *Л.А. Гусева*  
 Корректор *А.С. Черноусова*  
 Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 20.04.2005. Подписано в печать 04.05.2005. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,60.  
 Тираж 60 экз. С 1013. Зак. 261.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)

Набрано во ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ.

Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.