

**Deutsche  
Demokratische  
Republik**

PROBENAHME UND PROBENVORBEREITUNG  
VON FESTEN SCHÜTTFÄHIGEN, PASTEN-  
FÖRMIGEN UND FLÜSSIGEN STOFFEN  
Begriffe, Kurzzeichen, Voruntersuchung

★ **TGL**  
**23 157**  
Blatt 1

Gruppe 034

Отбор и подготовка проб твер-  
дых сыпучих, пастообразных и  
жидких веществ

Понятия, сокращения, предвари-  
тельное исследование

Sampling and Sample  
Preparation of Solid Bulk  
Material, Pastes and Fluids

Definitions, Symbols,  
Preliminary Investigation

Verbindlich ab 1. 1. 1973

Verbindlich für neu zu  
erarbeitende und zu über-  
arbeitende Standards  
ab 1. 10. 1971

Dieser Standard gilt in Verbindung mit TGL 23 157 Bl.2 und 3 als Rahmenstandard für das Erarbeiten von Festlegungen für die Probenahme und Probenvorbereitung fester schüttfähiger, pastenförmiger, salbenförmiger, halbflüssiger und flüssiger Rohstoffe und Produkte, wenn Partien eines derartigen Gutes in einer Vielzahl anfallen und für jede Partie eine Prüfung (Probenahme, Probenvorbereitung, Untersuchung, Auswertung) mit dem Ziel durchgeführt werden soll, den Partie-Mittelwert eines gegebenen Merkmales (oder mehrerer Merkmale) festzustellen.

Dieser Standard gilt nicht für die Ermittlung des Partie-Mittelwertes bei Gütern mit Korngrößen über 50 mm, bei denen eine Korrelation zwischen dem zu prüfenden Merkmal und der Korngröße besteht oder bei denen das Merkmal zwischen den einzelnen Körnern wesentlich schwankt, und nicht für Güter, für die gefordert wird, daß der Inhalt jeder einzelnen Packung oder jede anders festgelegte Teilmengendes Prüfgutes bestimmten technischen Forderungen entspricht (z.B. Produkte der pharmazeutischen Industrie, Reagenzien).

Fortsetzung Seite 2 bis 10

Verantwortlich: Ministerium für chemische Industrie, Berlin  
Bestätigt: 31.12.1970, Amt für Standardisierung, Berlin

## 1. BEGRIFFE

### 1.1. Partie

Menge ein und desselben Gutes (mit einheitlicher Bezeichnung, in gleichen Packungen oder ohne Verpackung), die in **e i n e m** gemeinsamen Herstellungsgang entstanden ist und in ihren äußerlich erkennbaren Eigenschaften (z. B. Körnung, Feuchteanteil, Verunreinigungen) keine wesentlichen Unterschiede aufweist; z. B. 1 Tagesproduktion als Zug zu 40 Waggons, 1 Waggon mit 400 Säcken, 1 Waggon loses Gut.

### 1.2. Packungseinheit

Jede Art einer Packung, z. B. ein Faß, eine Kiste, ein Sack, eine Schachtel, eine Flasche, ein Waggon, die sich als Teil der Partie wiederholt.

### 1.3. Prüfgut

### 1.4. Probe

### 1.5. Einzelprobe

### 1.6. 'Sammelprobe

### 1.7. Endprobe

nach TGL 16 791

### 1.8. Packung Gruppe 1

Packung, deren Inhalt die Größe von 1 Endprobe nicht überschreitet.

### 1.9. Packung Gruppe 2

Packung, deren Inhalt die Größe von 1 Endprobe, aber nicht die Größe von 3 Endproben überschreitet.

### 1.10. Packung Gruppe 3

Packung, deren Inhalt die Größe von 3 Endproben überschreitet.

### 1.11. Gleichartiges Produkt

im Sinne des Standards verpacktes oder unverpacktes Produkt, für das bei dem angewandten Analysenverfahren statistisch nicht nachweisbar ist, daß die Varianz der wahren Merkmalswerte von Einzelproben innerhalb der Packungen Gruppe 3 oder innerhalb der unverpackten Partien von Null verschieden ist (siehe Abschnitt 3.). Dabei müssen der Zustand des Prüfgutes, die Art der Entnahme der Einzelproben und die Einzelproben selbst den Bedingungen der Probenahme im praktischen Probenahmebetrieb entsprechen.

- 1.12. Standardabweichung }  
 1.13. Varianz (Streuung) } nach TGL 14 449 Bl.2

## 2. KURZZEICHEN

- N** = Anzahl der Packungen der Partie
- n** = Anzahl der aus einer Partie auszuwählenden Packungen
- m** = Anzahl der aus einer Packung oder einer unverpackten Partie auszuwählenden Einzelproben
- n<sub>A</sub>** = Anzahl der Bestimmungen an Einwaagen einer Endprobe
- a<sub>n</sub>** = Fehlerkoeffizient für die Bestimmung von n
- a<sub>m</sub>** = Fehlerkoeffizient für die Bestimmung von m
- s<sub>0</sub><sup>2</sup>** = Varianz zur Standardabweichung s<sub>0</sub> des Merkmalswertes zwischen den Packungseinheiten
- s<sub>p</sub><sup>2</sup>** = Varianz zur Standardabweichung s<sub>p</sub> des Merkmalswertes zwischen Einzelproben innerhalb einer Packung der Gruppe 3 oder innerhalb einer unverpackten Partie
- s<sub>A</sub><sup>2</sup>** = Varianz zur Standardabweichung s<sub>A</sub> der Zufallsfehler des Analysenverfahrens
- G** = zugelassene Varianz des Endprobengehaltes
- A** = höchstzulässiger Absolutwert des Prüffehlers
- B** = Masse (Volumen) der unverpackten Partie oder einer Packung
- b** = Masse (Volumen) der Einzelprobe
- M** = Verhältniswert  $\frac{B}{b}$

Kurzzeichen, die im Abschnitt 3. (Voruntersuchungen) verwendet werden

- n<sub>AV</sub>** = Anzahl der Analysen bei der Voruntersuchung
- z<sub>i</sub>** = Merkmalswert (Analysergebniswert) Nummer i bei der Feststellung der Standardabweichung des Analysenverfahrens
- $\bar{z}$**  = arithmetischer Mittelwert aller z<sub>i</sub>

- $k$  = Anzahl entweder der Untersuchungsserien oder der Packungseinheiten
- $r$  = Anzahl der bei der Voruntersuchung auf Gleichartigkeit auszuwählenden Einzelproben
- $y_i$  = Merkmalswert der Einzelprobe Nummer  $i$  bei der Voruntersuchung auf Gleichartigkeit
- $x_i$  = Merkmalswert der Packung Nummer  $i$
- $L$  = Anzahl der aus Packungen Gruppe 3 zur Ermittlung von  $s_o^2$  auszuwählenden Einzelproben
- $v_j$  = Merkmalswert der Einzelprobe Nummer  $j$  aus einer Packungseinheit der Gruppe 3 bei der Voruntersuchung zur Bestimmung von  $s_o^2$
- $x_j$  = Merkmalswert der Einzelprobe Nummer  $j$  bei der Voruntersuchung zur Bestimmung von  $s_p^2$
- $\bar{x}$  = arithmetischer Mittelwert aller  $x_i$  bzw.  $x_j$
- $F$  = Testgröße bei der Untersuchung des Produktes auf Gleichartigkeit

### 3. VORUNTERSUCHUNGEN

nach TGL 23 157 Bl.3 Bild 1, Anlagen 2 und 4

#### 3.1. Ausgangsdaten für die Probenahme

Hierzu gehören:

- 3.1.1. die Größe der zu untersuchenden Partie,
- 3.1.2. die Gruppe der Packungseinheit und Art der Verpackung,
- 3.1.3. das Ergebnis der Untersuchung auf Gleichartigkeit,
- 3.1.4. die Varianz  $s_A^2$ ,
- 3.1.5. die Varianzen  $s_o^2$  und/oder  $s_p^2$

Die Angaben unter 3.1.1. und 3.1.2. müssen in dem für das Produkt gültigen Standard oder im Liefervertrag festgelegt sein.

Wenn die Angaben nach 3.1.3. bis 3.1.5. nicht bekannt sind, müssen sie durch vertraglich zu vereinbarende Voruntersuchungen nach Abschnitt 3.3. ermittelt werden, soweit benötigt.

### 3.2. Klassifizierung der Produkte

Die unverpackten Produkte oder solche in Packungseinheiten der Gruppe 3 sind in bezug auf das zu bestimmende Merkmal einzuteilen in:

#### 3.2.1. gleichartige Produkte;

hierunter fallen auch solche Produkte, die zum Zeitpunkt der Probenahme in einen Zustand der Gleichartigkeit gebracht werden können;

#### 3.2.2. ungleichartige Produkte (zum Zeitpunkt der Probenahme).

### 3.3. Varianzen, Untersuchung auf Gleichartigkeit

#### 3.3.1. Ermitteln der Varianz $s_A^2$

3.3.1.1.  $n_{AV}$  (= 25 bis 30) Parallelbestimmungen sind nach festgelegtem Analysenverfahren an einer vergleichmässigen Probe durchzuführen. Die Ergebnisse  $z_i$  dieser Bestimmungen, worin  $i$  die laufende Nummer der Bestimmung ( $i = 1, 2, 3, \dots, n_{AV}$ ) ist, sind wie folgt auszuwerten:

3.3.1.2. Das arithmetische Mittel  $\bar{z}$  der Bestimmungsergebnisse ist wie folgt zu bilden:

$$\bar{z} = \frac{1}{n_{AV}} \sum_{i=1}^{n_{AV}} z_i \quad (1)$$

3.3.1.3. Die Varianz  $s_A^2$  ist wie folgt zu berechnen:

$$s_A^2 = \frac{1}{n_{AV}-1} \sum_{i=1}^{n_{AV}} (z_i - \bar{z})^2 \quad (2)$$

oder

$$s_A^2 = \frac{1}{n_{AV}-1} \left[ \sum_{i=1}^{n_{AV}} z_i^2 - n_{AV} \cdot \bar{z}^2 \right] \quad (2a)$$

oder

$$s_A^2 = \frac{1}{n_{AV}-1} \left[ \sum_{i=1}^{n_{AV}} s_i^2 - \frac{\left( \sum_{i=1}^{n_{AV}} s_i \right)^2}{n_{AV}} \right] \quad (2b)$$

3.3.1.4. Gleichwertig mit dem Verfahren nach Abschnitt 3.3.1.1. bis 3.3.1.3. kann der Wert  $s_A^2$  auch wie folgt ermittelt werden:

Es sind  $k$  Untersuchungsserien zu je  $p$  Parallelbestimmungen an  $k$  Proben gleichen oder annähernd gleichen Merkmalswertes durchzuführen. Dabei muß  $p \geq 2$  und  $k \cdot (p-1) \geq 24$  sein.

Für jede Untersuchungsserie ist die Varianz  $s_{Aj}^2$  ( $j=1, 2, \dots, k$ ) wie nach Abschnitt 3.3.1.1. bis 3.3.1.3. zu berechnen, wobei jeweils  $n_{AV} = p$  ist.

Dann ist die Varianz  $s_A^2$  zu berechnen aus

$$s_A^2 = \frac{1}{k} \sum_{j=1}^k s_{Aj}^2 \quad (3)$$

3.3.2. Untersuchung des Produktes auf Gleichartigkeit  
(entfällt für Packungen der Gruppen 1 und 2)

3.3.2.1. Produkte in Packungseinheiten der Gruppe 3

- Aus einer Packungseinheit sind nach Zufall  $r$  Einzelproben ( $r \geq 5$ ) unter Beachtung von TGL 23 157 Bl.3 Tabelle 2 Spalte 3 zu entnehmen.
- Nach dem Vergleichmäßigen der  $r$  Einzelproben sind deren Merkmalswerte  $y_i$  zu bestimmen, wobei  $i$  die laufende Nummer der Einzelprobe ist ( $i = 1, 2, 3, \dots, r$ ).
- Der Wert  $F$  ist wie folgt zu berechnen:

$$F = \sum_{i=1}^r y_i^2 - \frac{1}{r} \left( \sum_{i=1}^r y_i \right)^2 \quad (4)$$

- Es ist der Wert  $s_A^2 \cdot F_{r;w}$  zu bilden.

Hierin ist:

$s_A^2$  nach Abschnitt 3.3.1.

$F_{r;w}$  nach Tabelle 1 TGL 23 157 Bl.3

$r$  = Anzahl der Einzelproben aus einer Packungseinheit

$w = n_{AV} - 1$ , wenn  $s_A^2$  auf Grund von  $n_{AV}$  Parallelbestimmungen ermittelt ist

$w = 4 \cdot k$ , wenn  $s_A^2$  auf Grund von  $k$  Serien zu je 5 Parallelbestimmungen ermittelt ist.

- Das Produkt in der gegebenen Packung ist als gleichartig anzusehen, wenn

$$F \leq s_A^2 \cdot F_{r;w}$$

als ungleichartig, wenn

$$F > s_A^2 \cdot F_{r;w}$$

- Das gleiche ist für 2 weitere Packungen, die aus derselben Partie nach Zufall zu entnehmen sind, durchzuführen.
- Die Untersuchung auf Gleichartigkeit des Produktes ist an weiteren 2 bis 4 Partien<sup>1)</sup> des gegebenen Produktes und Merkmales in gegebener Packungseinheit zu wiederholen.
- Das Produkt ist als gleichartig innerhalb der Packungseinheiten anzusehen, wenn

$$F \leq s_A^2 \cdot F_{r;w}$$

für jede der untersuchten Packungen,

als ungleichartig, wenn auch nur für 1 Packung

$$F > s_A^2 \cdot F_{r;w}$$

### 3.3.2.2. Unverpackte Produkte

- Aus einer Partie sind nach Zufall  $r$  Einzelproben ( $r \geq 5$ ) unter Beachtung der TGL 23 157 Bl.3 Tabelle 2 Spalte 3 zu entnehmen.
- Anschließend ist analog wie in Abschnitt 3.3.2.1. zu verfahren. Zur Beurteilung der Gleichartigkeit sind weitere 4 Partien<sup>2)</sup> heranzuziehen. Erfüllt eine der Partien die Bedingungen  $F \leq s_A^2 \cdot F_{r;w}$  nicht, ist das Produkt als ungleichartig anzusehen.

1) Wenn die genannten Untersuchungen an 3, 4 oder 5 Partien durchgeführt werden, bei denen die Varianzen der wahren Merkmalswerte der Einzelproben innerhalb jeder Packung gleich Null sind, ergibt sich hierbei das Urteil "gleichartig" mit den Wahrscheinlichkeiten  $0,95^{3 \cdot 3} = 0,63$ ;  $0,95^{3 \cdot 4} = 0,54$  oder  $0,95^{3 \cdot 5} = 0,46$ .

2) Wenn die Varianz der wahren Merkmalswerte innerhalb jeder Partie gleich Null ist, ergibt sich hierbei das Urteil "gleichartig" mit der Wahrscheinlichkeit  $0,95^5 = 0,77$ .

### 3.3.3. Ermitteln der Varianz $s_o^2$

3.3.3.1. Aus einer Partie sind nach Zufall  $k \geq 10$  Packungseinheiten zu entnehmen.

3.3.3.2. Aus jeder der entnommenen  $k$  Packungen ist der Wert  $x_i$  des zu untersuchenden Merkmals zu bestimmen. Zu diesem Zweck ist, soweit es sich um Packungseinheiten der Packungsgruppe 1 und 2 handelt, der gesamte Packungsinhalt zu entnehmen. Aus Packungseinheiten der Packungsgruppe 3 sind je  $L \geq 5$  Einzelproben nach Zufall zu entnehmen. Für die Größe der Einzelproben gilt TGL 23 157 Bl.3 Tabelle 2. Aus den Merkmalswerten  $v_j$  der Einzelproben ist der Merkmalswert jeder Packung wie folgt zu berechnen:

$$x_i = \frac{1}{L} \sum_{j=1}^L v_j \quad (5)$$

hierin:  $j$  = laufende Nummer der Einzelproben  
( $j = 1, 2, 3, \dots, L$ )

3.3.3.3. Das arithmetische Mittel der Merkmalswerte der  $k$  Packungen ist wie folgt zu berechnen:

$$\bar{x} = \frac{1}{k} \sum_{i=1}^k x_i \quad (6)$$

hierin:  $i$  = laufende Nummer der Packungen  
( $i = 1, 2, 3, \dots, k$ )

3.3.3.4. Die Varianz  $s_{o1}^2$  des Merkmalswertes zwischen den Packungseinheiten der 1. Partie ist wie folgt zu berechnen:

$$s_{o1}^2 = \frac{1}{k-1} \sum_{i=1}^k (x_i - \bar{x})^2 \quad (7)$$

oder

$$s_{o1}^2 = \frac{1}{k-1} \left[ \sum_{i=1}^k x_i^2 - k \cdot \bar{x}^2 \right] \quad (7a)$$

oder

$$s_{o1}^2 = \frac{1}{k-1} \left[ \sum_{i=1}^k x_i^2 - \frac{\left( \sum_{i=1}^k x_i \right)^2}{k} \right] \quad (7b)$$



3.3.3.5. Die Varianzen  $s_{02}^2$ ,  $s_{03}^2$  und  $s_{04}^2$  für weitere 3 Partien sind wie nach Abschnitt 3.3.3.1. bis 3.3.3.4. zu ermitteln.

3.3.3.6. Die Varianz  $s_0^2$  ist wie folgt zu berechnen:

$$s_0^2 = \frac{1}{4} (s_{01}^2 + s_{02}^2 + s_{03}^2 + s_{04}^2) \quad (8)$$

$s_0^2$  gilt für Produkte, die unter gleichen Bedingungen erzeugt und in gleichen Packungen geliefert werden (beachte Abschnitt 3.3.5.).

3.3.4. Ermitteln der Varianz  $s_p^2$  (nur für ungleichartige Produkte, unverpackt oder in Packungen der Gruppe 3)

3.3.4.1. Aus einer Packungseinheit der Gruppe 3 oder aus einer ganzen Partie eines nichtverpackten Produktes sind  $m = 25$  Einzelproben nach Zufall zu entnehmen. Für die Größe der Einzelproben gilt Tabelle 2.

Wenn der Inhalt einer Packungseinheit insgesamt dafür nicht ausreicht, ist der Packungsinhalt in eine entsprechend geringere Anzahl  $m$  von Einzelproben bis zum Aufbrauch des gesamten Packungsinhaltes zu unterteilen.

3.3.4.2. Für jede der Einzelproben ist der Merkmalswert  $x_j$  zu bestimmen.

3.3.4.3. Das arithmetische Mittel der Merkmalswerte  $x_j$  ist wie folgt zu berechnen:

$$\bar{x} = \frac{1}{m} \sum_{j=1}^m x_j \quad (9)$$

hierin:  $j$  = laufende Nummer der Einzelproben  
( $j = 1, 2, 3, \dots, m$ )

3.3.4.4. Die Varianz  $s_{p1}^2$  des Merkmalswertes des Produktes ist wie folgt zu berechnen:

$$s_{p1}^2 = \frac{1}{m-1} \sum_{j=1}^m (x_j - \bar{x})^2 \quad (10)$$

oder

$$s_{p1}^2 = \frac{1}{m-1} \left[ \sum_{j=1}^m x_j^2 - m \cdot \bar{x}^2 \right] \quad (10a)$$

oder

$$s_{p1}^2 = \frac{1}{m-1} \left[ \sum_{j=1}^m x_j^2 - \frac{\left( \sum_{j=1}^m x_j \right)^2}{m} \right] \quad (10b)$$

3.3.4.5. Die Varianzen  $s_{p2}^2$ ,  $s_{p3}^2$  und  $s_{p4}^2$  für weitere 3 Packungen aus verschiedenen Partien oder im Fall unverpackten Gutes für weitere 3 Partien sind nach Abschnitt 3.3.4.1. bis 3.3.4.4. zu ermitteln.

3.3.4.6. Die Varianz  $s_p^2$  ist wie folgt zu berechnen:

$$s_p^2 = \frac{1}{4} (s_{p1}^2 + s_{p2}^2 + s_{p3}^2 + s_{p4}^2) \quad (11)$$

$s_p^2$  gilt für Produkte, die unter gleichen Bedingungen erzeugt und angeliefert werden (beachte Abschnitt 3.3.5.).

3.3.5. Wenn die Varianzen des zu bestimmenden Merkmalswertes und das Ergebnis der Untersuchung auf Gleichartigkeit aus früheren Untersuchungen bekannt sind, ist bei Beibehaltung des Prüfverfahrens eine erneute Ermittlung nicht erforderlich.

Sie ist jedoch erforderlich, wenn veränderte Verhältnisse bezüglich der Rohstoffe, Technologie, Art der Verpackung des Produktes oder der Packungsgröße vorliegen.

## Hinweise

Entstanden unter Berücksichtigung der Empfehlung zur Standardisierung RS 414-65 der Ständigen Kommission des RGW für Standardisierung.

Gegenüber der Empfehlung RS 414-65 wurde zusätzlich aufgenommen:  
Abschnitt 2. Kurzzeichen

Probenahme und Probenvorbereitung  
von festen schüttfähigen, pasten-  
förmigen und flüssigen Stoffen;  
Allgemeine Festlegungen

siehe TGL 23 157 Bl.2

-; Beispiel, Tabellen, Bilder  
Anlagen

siehe TGL 23 157 Bl.3