

DIN ISO 11648-1

ICS 03.120.30

**Statistische Aspekte der Probenahme von Massengütern –
Teil 1: Allgemeine Grundlagen (ISO 11648-1:2003)**

Statistical aspects of sampling from bulk materials –
Part 1: General principles (ISO 11648-1:2003)

Aspects statistiques de l'échantillonnage des matériaux en vrac –
Partie 1: Principes généraux (ISO 11648-1:2003)

Gesamtumfang 199 Seiten

Normenausschuss Qualitätsmanagement, Statistik und Zertifizierungsgrundlagen (NQSZ) im DIN

Nationales Vorwort

Diese Norm enthält die deutsche Übersetzung der Internationalen Norm ISO 11648-1, die vom Technischen Komitee ISO/TC 69, *Anwendung statistischer Methoden*, erarbeitet wurde. Der zuständige nationale Normenausschuss ist der NQSZ-2, *Angewandte Statistik*.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass für Teile dieses Dokuments Patentrechte bestehen. Das DIN übernimmt keine Verantwortung für die Kennzeichnung solcher Rechte.

ISO 11648 besteht unter dem Haupttitel *Statistische Aspekte der Probenahme von Massengütern* aus den folgenden Teilen:

- Teil 1: *Allgemeine Grundlagen*
- Teil 2: *Probenahme von Schüttgütern*

Es ist die Absicht des ISO/TC 69/SC 3, unter diesem Haupttitel weitere Normteile zur Probenahme von Flüssigkeiten und Gasen zu erarbeiten, sofern die Notwendigkeit gesehen wird.

— Leerseite —

Statistische Aspekte der Probenahme von Massengütern — Teil 1: Allgemeine Grundlagen

Inhalt

Seite

Einleitung.....	6
1 Anwendungsbereich.....	8
2 Normative Verweisungen.....	8
3 Begriffe, Formelzeichen und Abkürzungen	8
4 Zweck und Anwendung von Statistik bei der Probenahme von Massengütern	30
5 Besondere Probleme bei der Probenahme von Massengütern	32
6 Unterschiede zwischen Schüttgütern, Flüssigkeiten und Gasen.....	34
7 Versuchstechniken zur Ermittlung der Varianzkomponenten während der verschiedenen Schritte der Probenahme.....	38
8 Anpassung der Stichprobenanweisung im Hinblick auf eine gewünschte Präzision.....	48
9 Schätzung der Präzision	52
10 Ermittlung der systematischen Abweichungskomponente	52
11 Präzision und systematische Abweichungskomponente bei der Messung.....	56
Anhang A (informativ) Erläuterungen zu den Definitionen	58
Anhang B (informativ) Vollständig geschachtelte Versuche	68
Anhang C (informativ) Statistische Auswertung von seriellen Daten	84
Anhang D (normativ) Schätzung der Präzision.....	160
Anhang E (normativ) Ermittlung der systematischen Abweichungskomponente	170
Literaturhinweise	196

Statistical aspects of sampling from bulk materials — Part 1: General principles

Contents

Page

Foreword	3
Introduction.....	7
1 Scope	9
2 Normative references	9
3 Terms, definitions, symbols and abbreviated terms	9
4 Purpose and application of statistics in sampling from bulk material	31
5 Particular problems for sampling bulk materials	33
6 Differences between particulates, liquids and gases	35
7 Experimental methods for obtaining variance components at various stages of sampling	39
8 Adjusting the sampling plan to obtain desired precision	49
9 Estimating precision	51
10 Checking for bias	53
11 Precision and bias at measurement stage	57
Annex A (informative) Explanatory notes on definitions	59
Annex B (informative) Fully-nested experiments	69
Annex C (informative) Statistical analysis of serial data	85
Annex D (normative) Estimating precision	161
Annex E (normative) Checking for bias	171
Bibliography	97

Einleitung

Dieser erste Teil von ISO 11648 umreißt im Groben die statistischen Aspekte der Probenahme von Massengütern.

Es sind bereits Internationale Normen zur Probenahme von Massengütern, z. B. Festbrennstoffe, Eisenerze usw. veröffentlicht worden, von denen einige derzeit durch das zuständige Technische Komitee überarbeitet werden. Diese Internationale Norm bietet eine Informationsquelle für technische Terminologie und Verfahren zur Probenahme für solche Massengüter, für die noch keine Internationalen Normen zum Thema Probenahme erarbeitet wurden. Diese Internationale Norm kann auch als Hilfestellung zur gegenseitigen Verständigung zwischen Technischen Komitees über Begriffe und Verfahren dienen.

Introduction

This first part of ISO 11648 gives a broad outline of the statistical aspects of sampling from bulk material.

International Standards dealing with the methods for sampling for bulk materials, such as solid fuels, iron ores, etc., have already been published and some of these are being revised by the responsible technical committees. This International Standard provides a source of information for technical terms and sampling techniques for types of bulk materials for which International Standards on sampling have not yet been written. This International Standard may also act as a bridge for mutual understanding of terms and methods between Technical Committees.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 11648 legt die allgemeinen Grundlagen für die Anwendung und statistische Behandlung der Probenahme von Massengütern fest. Er bietet darüber hinaus allgemeine Hinweise und Beispiele zur Schätzung der nötigen Varianzen und zur Prüfung der Präzision und der systematischen Abweichungskomponente, wenn der Mittelwert eines Qualitätsmerkmals untersucht wird. Darüber hinaus liefert dieser Teil von ISO 11648 Angaben in Bezug auf die statistische Auswertung von Datenreihen durch Varianzdiagramme und Korrelationsdiagramme.

Dieser Teil von ISO 11648 definiert außerdem die grundlegenden Begriffe für die Probenahme von Massengütern. Diese Begriffe sind für ein besseres Verständnis der Probenahmeverfahren und zur Erleichterung der Erfüllung von Anforderungen erforderlich.

ANMERKUNG Teil 2 von ISO 11648 ist anwendbar auf Schüttgüter.

2 Normative Verweisungen

Die im Folgenden in Bezug genommenen Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments unerlässlich. Bei datierten Verweisungen gilt ausschließlich die zitierte Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation (einschließlich etwaiger Änderungen).

ISO 565, *Analysensiebe — Metalldrahtgewebe, Lochbleche und galvanische Lochbleche — Nennöffnungsweiten*.

ISO 3534 (alle Teile), *Statistik — Begriffe und Formelzeichen*.

ISO 5725 (alle Teile), *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen*.

3 Begriffe, Formelzeichen und Abkürzungen

3.1 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 3534 und die folgenden Begriffe.

ANMERKUNG 1 Der Einschub *〈Massengut〉* hinter Begriffen bedeutet, dass die angegebene Definition auf den Bereich der Probenahme von Massengütern beschränkt ist.

ANMERKUNG 2 Hinsichtlich weiterer Angaben zu Definitionen wird auf Anhang A verwiesen.

3.1.1

Massengut

Menge eines Materials, in welchem die Komponenten auf makroskopischer Ebene zunächst nicht unterscheidbar sind

3.1.2

Probe, Stichprobe

〈Massengut〉 Teilmenge einer festgelegten Grundgesamtheit, die sich aus einer oder mehreren Auswahl-einheiten zusammensetzt

3.1.3

Probenahme

Vorgang der Entnahme oder Zusammenstellung einer Probe

1 Scope

This part of ISO 11648 establishes the general principles for the application and statistical treatment of the sampling of bulk materials. It also provides general guidance and examples for estimating necessary variances and checking precision and bias when the average value of a quality characteristic is investigated. Furthermore, this part of ISO 11648 gives information relating to the statistical analyses of serial data, by the use of variograms and correlograms.

This part of ISO 11648 also defines the basic terms with definitions for the sampling of bulk materials. These terms are necessary for providing a better understanding of sampling techniques as well as making it easier to fulfil requirements.

NOTE Part 2 of ISO 11648 is applicable to particulate materials in bulk.

2 Normative references

The following referenced documents are indispensable for the application of this document. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

ISO 565, *Test sieves — Metal wire cloth, perforated metal plate and electroformed sheet — Nominal sizes of openings*

ISO 3534 (all parts), *Statistics — Vocabulary and symbols*

ISO 5725 (all parts), *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results*

3 Terms, definitions, symbols and abbreviated terms

3.1 Terms and definitions

For the purposes of this document, the terms and definitions given in ISO 3534 and the following apply.

NOTE 1 The text ⟨bulk material⟩ shown after terms means the definition given is confined to the field of bulk sampling.

NOTE 2 For further information on definitions, see Annex A.

3.1.1

bulk material

amount of material within which component parts are not initially distinguishable on the macroscopic level

3.1.2

sample

⟨bulk material⟩ subset of a specified population made up of one or more sampling units

3.1.3

sampling

act of drawing or constituting a sample

3.1.4

einfache Zufallsprobenahme

Entnahme einer Probe von n Auswahlseinheiten aus einer Grundgesamtheit, wobei alle Kombinationen der n Auswahlseinheiten die gleiche Entnahmewahrscheinlichkeit aufweisen

ANMERKUNG Bei der Probenahme von Massengütern sollte, wenn die Auswahlseinheit eine Einzelprobe ist, durch Wahl des Entnahmeortes, Abgrenzung und Entnahme der Einzelproben sichergestellt werden, dass alle Auswahlseinheiten die gleiche Auswahlwahrscheinlichkeit aufweisen.

3.1.5

Schicht

erschöpfende Teilgesamtheit, die hinsichtlich der untersuchten Merkmale als einheitlicher betrachtet wird als die Grundgesamtheit, wobei jede Teilgesamtheit ausschließlich einer einzigen Schicht angehören kann

BEISPIEL Im Fall von Massengütern handelt es sich bei zeit-, massen- oder raumbasierten Schichten üblicherweise um Produktionszeiträume (z. B. 15 min), Produktionsmassen (z. B. 100 t), Laderäume von Behältern, Waggons eines Zugs oder Containern.

3.1.6

geschichtete Probenahme

Probenahme in der Weise, dass Teile der Probe von den verschiedenen Schichten gezogen werden und jede Schicht mit mindestens einer Auswahlseinheit in der Probe vertreten ist.

ANMERKUNG In manchen Fällen sind die Teile der Probe zuvor festgelegte Prozentsätze. Bei nachträglich geschichteter Probenahme sind jedoch die festgelegten Prozentsätze nicht im Voraus bekannt.

3.1.7

geschichtete einfache Zufallsprobenahme

einfache Zufallsprobenahme aus jeder Schicht

3.1.8

systematische Probenahme

Probenahme nach einer methodischen Anweisung

ANMERKUNG 1 Bei der Probenahme von Massengütern lässt sich eine systematische Probenahme durch Entnahme von Einheiten in festen Abständen oder nach Zeitintervallen fester Länge erreichen. Diese Intervalle können z. B. massen- oder zeitbasiert sein. Im Fall eines massenbasierten Intervalls sollten alle Auswahlseinheiten oder Einzelproben dieselbe Masse haben. Bei einem zeitbasierten Intervall sollten die Auswahlseinheiten oder Einzelproben z. B. in identischen Zeitintervallen einem sich bewegenden Materialstrom oder einem Förderband entnommen werden. In diesem Fall sollte die Masse jeder Auswahlseinheit oder Einzelprobe proportional zum Massendurchfluss zum Zeitpunkt der Entnahme der Einheit oder Einzelprobe sein.

ANMERKUNG 2 Wird das Los in Schichten aufgeteilt, kann eine geschichtete systematische Probenahme durch Entnahme von Einzelproben an denselben Relativpositionen innerhalb jeder Schicht vorgenommen werden.

3.1.9

Auswahlseinheit

⟨Massengut⟩ ein Exemplar der Bestandteile mit jeweils gleicher Auswahlwahrscheinlichkeit bei der Probenahme, in welche eine Grundgesamtheit, bestehend aus der Gesamtmenge des untersuchten Massenguts, aufgeteilt wird

ANMERKUNG 1 Bei der Probenahme von Massengütern sind die Auswahlseinheiten dadurch gekennzeichnet, dass jede die gleiche Auswahlwahrscheinlichkeit aufweist. Die gesamte Auswahlseinheit wird, sobald sie ausgewählt ist, Bestandteil der Probe insgesamt.

ANMERKUNG 2 Wird die Probenahme von Massengütern durch Entnahme getrennter Einzelproben vorgenommen, so ist die Auswahlseinheit die primäre Einzelprobe.

3.1.4**simple random sampling**

sampling where a sample of n sampling units is taken from a population in such a way that all combinations of n sampling units have the same probability of being taken

NOTE In bulk material sampling, if the sampling unit is an increment, the positioning, delimitation and extraction of increments should ensure that all sampling units have an equal probability of being selected.

3.1.5**stratum**

mutually exclusive and exhaustive sub-population considered to be more homogeneous with respect to the characteristics investigated than the total population

EXAMPLES In bulk material, strata, based on time, mass and space, are typically production periods (e.g. 15 min); production masses (e.g. 100 t); holds in vessels, wagons in a train or containers.

3.1.6**stratified sampling**

sampling such that portions of the sample are drawn from the different strata and each stratum is sampled with at least one sampling unit

NOTE In some cases, the portions are specified proportions determined in advance. However, in post-stratified sampling, the specified proportions would not be known in advance.

3.1.7**stratified simple random sampling**

simple random sampling from each stratum

3.1.8**systematic sampling**

sampling according to a methodical plan

NOTE 1 In bulk sampling, systematic sampling can be achieved by taking items at fixed distances or after time intervals of fixed length. Intervals can, for example, be based on mass or time. In the case of mass, sampling units or increments should be of equal mass. With respect to time, sampling units or increments should be taken from a moving stream or conveyor, for example at uniform time intervals. In this case, the mass of each sampling unit or increment should be proportional to the mass flow rate at the instant of taking the entity or increment.

NOTE 2 If the lot is divided into strata, stratified systematic sampling can be carried out by taking increments at the same relative locations within each stratum.

3.1.9**sampling unit**

⟨bulk material⟩ one of the member parts, each with equal probability of selection in sampling, into which a population, comprised of the total quantity of bulk material under consideration, is divided

NOTE 1 In bulk sampling, the sampling units are characterized by having an equal probability of being selected. Once chosen, the entire sampling unit becomes a part of the whole sample.

NOTE 2 When sampling from a bulk material is performed by removing individual increments, the sampling unit is the primary increment.

3.1.10

Präzision

das Ausmaß der gegenseitigen Annäherung zwischen unabhängigen Ermittlungsergebnissen, die unter festgelegten Bedingungen gewonnen sind

ANMERKUNG 1 Präzision hängt ausschließlich von der Verteilung zufälliger Abweichungen ab und bezieht sich nicht auf den wahren oder den vorgegebenen Wert.

ANMERKUNG 2 Das Präzisionsmaß wird üblicherweise damit ausgedrückt, „wie unpräzise etwas ist“. Errechnet wird es als Standardabweichung der Ermittlungsergebnisse. Geringere Präzision spiegelt sich wider in einer größeren Standardabweichung.

ANMERKUNG 3 Quantitative Präzisionsmaße hängen entscheidend von den festgelegten Bedingungen ab. Wiederholbedingungen und Vergleichbedingungen sind ein besonderes Paar von extremen Bedingungen.

3.1.11

systematische Abweichungskomponente

die Differenz zwischen dem Erwartungswert eines Ermittlungsergebnisses und einem anerkannten Bezugswert

ANMERKUNG 1 Die systematische Abweichungskomponente ist die Gesamtheit der systematischen Abweichungen im Gegensatz zur zufälligen Abweichung. Es können eine oder mehrere systematische Abweichungen zur systematischen Abweichungskomponente beitragen. Ein größerer systematischer Unterschied zum anerkannten Bezugswert spiegelt sich in einem größeren Wert der systematischen Abweichungskomponente wieder.

ANMERKUNG 2 Die systematische Abweichungskomponente eines Messgeräts (systematische Messabweichung) wird üblicherweise geschätzt durch Mittelwertbildung der Messabweichungen der Anzeige über eine angemessene Anzahl von Wiederholmessungen. Die Messabweichung der Anzeige ist die

„Differenz zwischen dem am Messgerät angezeigten Wert und dem wahren Wert der jeweiligen Eingangsgröße“.

3.1.12

Los

〈Massengut〉 festgelegter Teil einer Grundgesamtheit, die aus der Gesamtmenge des untersuchten Massenguts besteht, wobei dieser Teil als Materialmenge betrachtet wird, für die festgelegte Merkmale zu ermitteln sind

ANMERKUNG Im Handel mit Massengütern betrifft ein Geschäft oft ein einzelnes Los. In solchen Fällen ist das Los die Grundgesamtheit.

3.1.13

Teillos

〈Massengut〉 festgelegter Teil eines Massengutloses

3.1.14

Einzelprobe

〈Massengut〉 Menge an Massengut, die mit einem Probenahmegerät in einem Arbeitsgang entnommen wird

ANMERKUNG 1 Durch Wahl des Entnahmeortes, Abgrenzung und Entnahme der Einzelprobe sollte sichergestellt werden, dass alle Teile des Massenguts in dem Los die gleiche Auswahlwahrscheinlichkeit aufweisen.

ANMERKUNG 2 Die Probenahme wird oft in aufeinander folgenden mechanischen Schritten vorgenommen. In diesem Fall ist es erforderlich, zwischen einer primären und einer sekundären Einzelprobe zu unterscheiden. Die primäre Einzelprobe wird dem Los bei der ersten Stufe der Probenahme entnommen, die sekundäre Einzelprobe wird der primären Einzelprobe bei der zweiten Stufe entnommen, usw.

3.1.15

Mischprobe

〈Massengut〉 Zusammenfassung von zwei oder mehr Einzelproben eines Loses

3.1.10**precision**

closeness of agreement between independent test results obtained under stipulated conditions

NOTE 1 Precision depends only on the distribution of random errors and does not relate to the true value or the specified value.

NOTE 2 The measure of precision is usually expressed in terms of imprecision and computed as a standard deviation of test results. Less precision is reflected by a larger standard deviation.

NOTE 3 Quantitative measures of precision depend critically on the stipulated conditions. Repeatability and reproducibility conditions are particulate sets of extreme stipulated conditions.

3.1.11**bias**

difference between the expectation of a test result and an accepted reference value

NOTE 1 Bias is the total systematic error as contrasted to random error. There may be one or more systematic error components contributing to the bias. A larger systematic difference from the accepted reference value is reflected by a larger bias value.

NOTE 2 The bias of a measurement instrument is normally estimated by averaging the error of indication over an appropriate number of repeated measurements. The error of indication is the

“indication of a measuring instrument less the true value of the corresponding input quantity”.

3.1.12**lot**

⟨bulk material⟩ definite part of a population, comprised of the total quantity of bulk material under consideration, and where this part is considered as a quantity of material for which specific characteristics are to be determined

NOTE Commerce in bulk material often encompasses transactions involving single lots, and, in these cases, the lot becomes the population.

3.1.13**sub-lot**

⟨bulk material⟩ definite part of a lot of bulk material

3.1.14**increment**

⟨bulk material⟩ quantity of bulk material taken in one action by a sampling device

NOTE 1 The positioning, delimitation and extraction of the increment should ensure that all parts of the bulk material in the lot have an equal probability of being selected.

NOTE 2 Sampling is often carried out in progressive mechanical stages, in which case it is necessary to distinguish between a primary increment which is extracted from the lot at the first sampling stage, and a secondary increment which is extracted from the primary increment at the secondary sampling stage, and so on.

3.1.15**composite sample**

⟨bulk material⟩ aggregation of two or more increments taken from a lot

3.1.16

Sammelprobe

⟨Massengut⟩ Zusammenfassung aller Einzelproben, die einem Teillos oder Los mittels routinemäßiger Probenahme entnommen wurden

3.1.17

Messprobe

Analysenprobe

Untersuchungsprobe

⟨Massengut⟩ für die Prüfung oder Analyse vorbereitete Probe, die jeweils vollständig oder teilweise geprüft oder analysiert wird

ANMERKUNG Dieser Begriff kann z. B. im Sinne von „Untersuchungsprobe zur chemischen Analyse“, „Messprobe zur Feuchtebestimmung“, „Messprobe zur Korngrößenbestimmung“ oder „Messprobe zur physikalischen Prüfung“ verwendet werden.

3.1.18

Probenmenge

⟨Massengut⟩ Teil einer Messprobe, der jeweils gleichzeitig zur Analyse oder Prüfung verwendet wird

3.1.19

mehrstufige Probenahme

⟨Massengut⟩ Probenahme, bei der die Probe in verschiedenen Stufen entnommen wird, wobei die Auswahl-einheiten aus der jeweils größeren Einheit der vorangehenden Stufe gewonnen werden

3.1.20

routinemäßige Probenahme

⟨Massengut⟩ Probenahme zu Handelszwecken, die nach den in der jeweils zutreffenden Internationalen Norm festgelegten Verfahren vorgenommen wird, um die mittlere Qualität eines Loses zu ermitteln

ANMERKUNG Es wird an Stelle des Begriffs „routinemäßige Probenahme“ mitunter auch der Begriff „regelmäßige Probenahme“ verwendet.

3.1.21

experimentelle Probenahme

⟨Massengut⟩ nicht routinemäßige Probenahme, bei welcher die Quellen der Varianz und/oder der systematischen Abweichungskomponente der Probenahme nach einer speziellen Versuchsplanung untersucht werden

3.1.22

verschachtelte Probenahme

⟨Massengut⟩ mehrfache Probenahme aus mehreren Losen oder Teillosen, wobei für jedes Los i oder Teillos i aufeinander folgende primäre Einzelproben reihum in verschiedene Behälter umgeleitet werden, um mehrfache Mischproben ($A_i, B_i, C_i, \dots$) für die Untersuchung der Varianz zwischen den Einzelproben des Loses oder Teilloses zu erhalten

ANMERKUNG 1 Diese Anmerkung betrifft nur die englische Sprachfassung.

ANMERKUNG 2 Die meisten Stichprobenanweisungen für verschachtelte Probenahme beruhen auf doppelter Probenahme, wobei für jedes Los i oder Teillos i Mischprobenpaare (A_i, B_i) gebildet werden.

3.1.23

mehrfache Probenahme

⟨Massengut⟩ Probenahme, bei welcher Einzelproben in Paaren gleichzeitig oder aufeinander folgend entnommen werden, um mehrfache Mischproben zu bilden

3.1.16**gross sample**

⟨bulk material⟩ aggregation of all the increments taken from a sub-lot or lot by the procedures of routine sampling

3.1.17**test sample**

⟨bulk material⟩ sample, as prepared for testing or analysis, the whole quantity or a part of it being used for testing or analysis at one time

NOTE The term can be used in such ways as “test sample for chemical analysis”, “test sample for moisture determination”, “test sample for particle size determination” and “test sample for physical testing”.

3.1.18**test portion**

⟨bulk material⟩ part of a test sample which is used for analysis or testing at one time

3.1.19**multi-stage sampling**

⟨bulk material⟩ sampling in which the sample is selected by stages, the sampling units at each stage being sampled from the larger sampling units chosen at the previous stage

3.1.20**routine sampling**

⟨bulk material⟩ sampling for commercial purposes carried out by the stipulated procedures in the specific International Standard in order to determine the average quality of the lot

NOTE The term “regular sampling” is sometimes used as an alternative to “routine sampling”.

3.1.21**experimental sampling**

⟨bulk material⟩ non-routine sampling where special purpose experimental design is applied to investigate sources of variance and/or sampling bias

3.1.22**interpenetrating sampling**

⟨bulk material⟩ replicate sampling from several lots or sub-lots, where for each lot i or sub-lot i , consecutive primary increments are diverted in rotation into different containers to give multiple composite samples (A_i , B_i , C_i , ...) in order to investigate the variance between the increments in the lot or the sub-lot

NOTE 1 The term “interleaved sampling” is sometimes used as an alternative to “interpenetrating sampling”.

NOTE 2 Most interpenetrating sampling plans use a duplicate sampling method with composite sample pairs (A_i , B_i) being constituted for each lot i or sub-lot i .

3.1.23**replicate sampling**

⟨bulk material⟩ sampling where increments are taken simultaneously or consecutively in pairs, in order to constitute multiple composite samples

3.1.24

doppelte Probenahme

⟨Massengut⟩ mehrfache Probenahme, bei welcher Einzelproben in Paaren gleichzeitig oder aufeinander folgend entnommen werden, um zwei Mischproben zu bilden

ANMERKUNG Die doppelte Probenahme ist ein Sonderfall der mehrfachen Probenahme.

3.1.25

manuelle Probenahme

⟨Massengut⟩ Sammlung von Einzelproben in einem von Menschen ausgeführten Arbeitsvorgang

3.1.26

mechanische Probenahme

⟨Massengut⟩ Sammlung von Einzelproben mittels mechanischer Geräte

3.1.27

Schnitt

⟨Massengut⟩ bei mechanischer Probenahme einzelner Hub des Probennehmers (Cutter) durch den Materialstrom

3.1.28

Probenvorbereitung

⟨Massengut⟩ Gesamtheit der an einer Probe zur Herstellung einer Messprobe durchgeführten Arbeitsschritte

BEISPIEL Zerkleinern, Mischen, Teilen.

ANMERKUNG Bei Schüttgütern definiert der Abschluss eines jeden Arbeitsschritts zur Teilung der Probe den Beginn des nächsten Schritts der Probenvorbereitung. Folglich ist die Anzahl der Stufen der Probenvorbereitung gleich der Anzahl der vorgenommenen Teilungen.

3.1.29

Probenzerkleinerung

⟨Massengut⟩ Vorgang im Rahmen der Probenvorbereitung, in dessen Verlauf die Korngröße durch Brechen, Mahlen oder Pulverisieren verkleinert wird

3.1.30

Probenteilung

⟨Massengut⟩ Vorgang im Rahmen der Probenvorbereitung, in dessen Verlauf eine Massengutprobe in getrennte Teilproben aufgeteilt wird, von denen eine oder mehrere zurückbehalten wird/werden

BEISPIEL Riffeln, mechanische Teilung oder Vierteilung.

3.1.31

Probenteilung mit festem Teilungsverhältnis

⟨Massengut⟩ Probenteilung, bei welcher die zurückbehaltenen Teile einzelner Proben ein fester Prozentsatz der ursprünglichen Stichprobe sind

3.1.32

Probenteilung mit fester Masse

⟨Massengut⟩ Probenteilung, bei welcher die zurückbehaltenen Teile ungeachtet der Massenschwankungen der geteilten Stichproben näherungsweise gleiche Massen haben

3.1.33

Probentrocknung

⟨Massengut⟩ Vorgang im Rahmen der Probenvorbereitung, in dessen Verlauf der Feuchtegehalt der Probe durch teilweise Trocknung nahe an einen Wert gebracht wird, der die Ergebnisse nachfolgender Untersuchungen oder Probenvorbereitungsschritte nicht systematisch verfälscht

3.1.24**duplicate sampling**

⟨bulk material⟩ replicate sampling where increments are taken simultaneously or consecutively in pairs in order to constitute two composite samples

NOTE Duplicate sampling is a special case of replicate sampling.

3.1.25**manual sampling**

⟨bulk material⟩ collection of increments by human effort

3.1.26**mechanical sampling**

⟨bulk material⟩ collection of increments by mechanical means

3.1.27**cut**

⟨bulk material⟩ single traverse in mechanical sampling of the sample cutter in mechanical sampling through the stream

3.1.28**sample preparation**

⟨bulk material⟩ set of material operations necessary to transform a sample into a test sample

EXAMPLE Reduction of sizes, mixing and dividing.

NOTE For particulate materials, the completion of each operation of sample division defines the commencement of the next sample preparation stage. Thus the number of stages in sample preparation is equal to the number of divisions made.

3.1.29**sample reduction**

⟨bulk material⟩ process in sample preparation whereby the particle size is reduced by crushing, grinding or pulverization

3.1.30**sample division**

⟨bulk material⟩ process in sample preparation whereby a sample of a bulk material is divided into separate parts, one or more of which is retained

EXAMPLE Riffing, mechanical division, or quartering.

3.1.31**fixed ratio division**

⟨bulk material⟩ sample division in which the retained parts from individual samples are a constant proportion of the original

3.1.32**fixed mass division**

⟨bulk material⟩ sample division in which the retained divided parts are of almost uniform mass, irrespective of variations in mass of the samples being divided

3.1.33**sample drying**

⟨bulk material⟩ process in sample preparation of partial drying of the sample to bring its moisture content near to a level which will not bias the results of further testing or sample preparation

3.1.34

rutinemäßige Probenvorbereitung

⟨Massengut⟩ Probenvorbereitung, die nach den in der jeweils zutreffenden Internationalen Norm festgelegten Verfahren vorgenommen wird, um die mittlere Qualität eines Loses zu ermitteln

3.1.35

nicht rutinemäßige Probenvorbereitung

⟨Massengut⟩ zum Zweck der experimentellen Probenahme durchgeführte Probenvorbereitung

3.1.36

Nenngröße der 5-%-Siebfraction

⟨Massengut⟩ Korngröße, ausgedrückt durch die Maschenweite des Prüfsiebs (aus einer Reihe von Prüfsieben mit Quadratmaschen in Übereinstimmung mit ISO 565), welches nicht mehr als 5 % der Probe zurückhält

3.1.37

Nenngröße der 95-%-Siebfraction

⟨Massengut⟩ Korngröße, ausgedrückt durch die Maschenweite des Prüfsiebs (aus einer Reihe von Prüfsieben mit Quadratmaschen in Übereinstimmung mit ISO 565), welches nicht mehr als 5 % der Probe passieren lässt

3.1.38

Qualitätsschwankung

⟨Massengut⟩ Standardabweichung der Qualitätsmerkmale, die entweder durch Schätzung der Varianz zwischen verschachtelten Proben aus dem Los oder Teillos bestimmt wird oder durch Schätzung der Varianz aus einer variographischen Auswertung der Differenzen zwischen gesonderten Einzelproben, die in verschiedenen, versetzten Intervallen getrennt wurden

3.1.39

Probenahmeverfahren

⟨Massengut⟩ betriebsbedingte Anforderungen und/oder Anweisungen in Bezug auf die Entnahme von Einzelproben und die Bildung einer Probe

3.1.40

Probenvorbereitungsverfahren

⟨Massengut⟩ betriebsbedingte Anforderungen und/oder Anweisungen in Bezug auf Verfahren und Kriterien für die Probenteilung

3.1.41

Stichprobenanweisung

⟨Massengut⟩ Festlegung des anzuwendenden Probenahmeverfahrens sowie der zu entnehmenden Einheiten oder Einzelproben, der zu bildenden Proben und der vorzunehmenden Messungen

BEISPIEL Die Stichprobenanweisung kann z. B. festlegen, dass die Probenahme systematisch und in zwei Stufen zu erfolgen hat. Zusammen mit der Festlegung des Probenahmeverfahrens kann die Stichprobenanweisung im Fall dieses Beispiels auch die Anzahl der aus einem Los zu entnehmenden Einzelproben, die Anzahl der Mischproben (oder Sammelproben) je Los, die Anzahl der Messproben je Mischprobe und die Anzahl der Messungen je Messprobe festlegen.

3.1.42

Stichprobenplan

⟨Massengut⟩ Zusammenstellung von Stichprobenanweisungen mit den jeweiligen Zielsetzungen der Probenahme

ANMERKUNG Zielsetzungen der Probenahme sind z. B. routinemäßige Probenahme, Schätzung der Präzision und Untersuchung der Qualitätsschwankung.

3.1.43

Probenahmesystem

⟨Massengut⟩ betriebstechnischer Mechanismus und/oder mechanische Anlage zur Entnahme von Einzelproben und zur Probenvorbereitung

3.1.34**routine sample preparation**

⟨bulk material⟩ sample preparation carried out by the stipulated procedures in the specific International Standard in order to determine the average quality of the lot

3.1.35**non-routine sample preparation**

⟨bulk material⟩ sample preparation carried out for experimental sampling

3.1.36**nominal top size**

⟨bulk material⟩ particle size expressed by the aperture dimension of the test sieve (from a square hole sieve series complying with ISO 565) on which no more than 5 % of the sample is retained

3.1.37**nominal bottom size**

⟨bulk material⟩ particle size expressed by the aperture dimension of the test sieve (from a square hole sieve series complying with ISO 565) through which no more than 5 % of the sample passes

3.1.38**quality variation**

⟨bulk material⟩ standard deviation of the quality characteristics determined either by estimating the variance between interpenetrating samples taken from the lot or sub-lot, or by estimating the variance from a variographic analysis of the differences between individual increments separated by various lagged intervals

3.1.39**sampling procedure**

⟨bulk material⟩ operational requirements and/or instructions relating to taking increments and constituting a sample

3.1.40**sample preparation procedure**

⟨bulk material⟩ operational requirements and/or instructions relating to methods and criteria for sample division

3.1.41**sampling plan**

⟨bulk material⟩ specification of the type of sampling to be used combined with the operational specification of the entities or increments to be taken, the samples to be constituted and the measurements to be made

EXAMPLE The plan can specify, for example, that the sampling is to be systematic and in two stages. In combination with the specification of the type of sampling, the plan, in this example, also can specify the number of increments to be taken from a lot, the number of composite samples (or gross samples) per lot, the number of test samples per composite sample and the number of measurements per test sample.

3.1.42**sampling scheme**

⟨bulk material⟩ combination of sampling plans with purposes for sampling

NOTE Purposes for sampling include routine sampling, estimating precision, and investigation of quality variation.

3.1.43**sampling system**

⟨bulk material⟩ operational mechanism and/or mechanical installation for taking increments and sample preparation

3.2 Formelzeichen und Abkürzungen

In Tabelle 1 wird eine Liste der in diesem Teil von ISO 11648 verwendeten Formelzeichen einschließlich kurzer Beschreibungen der jeweiligen Bedeutungen und Verweisungen auf die Unterabschnitte dargeboten, in welchen das jeweilige Formelzeichen erstmals verwendet wird. Tabelle 2 listet die in diesem Teil von ISO 11648 verwendeten Indizes und ihre Bedeutungen auf.

Tabelle 1 — Formelzeichen

Formelzeichen	Bedeutung	Einheiten	erstmalig verwendet in
A_i	Mischprobe der ungeradzahlig benummerten Einzelproben für den i -ten Teil bei verschachtelter Probenahme	—	7.3
A_2	Parameter signifikanter Differenz zwischen zwei Mittelwerten	—	Abschnitt 10
B_i	Mischprobe der geradzahlig benummerten Einzelproben für den i -ten Teil bei verschachtelter Probenahme	—	7.3
b	Parameter zur Berechnung der Vertrauensgrenzen der Varianzkomponente	—	Abschnitt B.5
b_0	Ordinatenabschnitt bei linearer Regression	—	Abschnitt C.5
b_1	Steigung bei linearer Regression	—	Abschnitt C.5
d	Nennwert der 5%-Siebfraktion der Partikel	mm	Abschnitt 5
d_i	Differenz zwischen dem Systemmittelwert und dem Referenzmittelwert bei derselben Menge	—	Abschnitt 10
d_2	Faktor zur Schätzung der Standardabweichung aus der Spanne normal verteilter Datenpaare	—	7.3
$\bar{d}$	mittlere Differenz zwischen Systemmessungen und Referenzmessungen	—	Abschnitt 10
$E(V)$	Erwartungswert der Varianz	—	Abschnitt B.5
F_o	Ermittlungswert von F	—	Abschnitt 10
$F_{\alpha/2}(v_1, v_2)$	$\alpha/2$ -Quantil der F -Verteilung mit v_1, v_2 Freiheitsgraden	—	Abschnitt 10
g_i	Differenz zwischen x_{i1} und x_{i2}	—	Abschnitt 10
h_i	Differenz zwischen y_{i1} und y_{i2}	—	Abschnitt 10
i	Index zur Kennzeichnung der Nummer einer Einzelprobe oder, je nach Kontext, eines Teilloses	—	7.3
k	Anzahl von Einzelproben, die den Versatz eines Wertes im Varianzdiagramm oder Korrelationsdiagramm anzeigt, oder Anzahl der Sätze von Einzelproben	— —	7.4 Abschnitt 8
N_{ite}	Anzahl von Einheiten in einer Grundgesamtheit	—	Abschnitt 5
N_{sub}	Gesamtzahl der möglichen Einzelproben in einem Teillos	—	Abschnitt 5
n	Anzahl von Einzelproben	—	Abschnitt 6
n_{ite}	Anzahl von Einheiten in einer Probe	—	Abschnitt 5
n_{M}	Anzahl von Messungen an einer Messprobe	—	Abschnitt 6
n_o	Anzahl von Ermittlungen bei Behandlung A_i	—	Abschnitt B.5
n_{sub}	Anzahl der aus jedem Teillos entnommenen Einzelproben	—	Abschnitt 5
P_{mi}	Produktionsrate an geschmolzenem Eisen	t/Abstich	Abschnitt C.3
p	Anzahl Lose	—	7.2
R_i	Spanne gepaarter Messungen	—	7.3

3.2 Symbols and abbreviated terms

A list of symbols used in this part of ISO 11648 is presented in Table 1 with short descriptions of symbol meanings and references to the subclauses where the symbols are first mentioned. Table 2 gives a list of subscripts with their meanings that are used in this part of ISO 11648.

Table 1 — Symbols

Symbol	Meaning	Units	First mention
A_i	composite sample of odd increments for the i -th part in interpenetrating sampling	—	7.3
A_2	parameter of significant difference between two means	—	10
B_i	composite sample of even increments for the i -th part in interpenetrating sampling	—	7.3
b	parameter for calculation of limits of confidence interval of variance component	—	B.5
b_0	intercept by linear regression	—	C.5
b_1	gradient (i.e. slope) of linear regression	—	C.5
d	nominal top size of particles	mm	5
d_i	difference between system average and reference average in the same set	—	10
d_2	factor to estimate standard deviation from the range of normally distributed paired data	—	7.3
$\bar{d}$	average difference between system measurements and reference measurements	—	10
$E(V)$	expected variance	—	B.5
F_o	observed F	—	10
$F_{\alpha/2}(v_1, v_2)$	$\alpha/2$ -quantile of the F -distribution with v_1, v_2 degrees of freedom	—	10
g_i	difference between x_{i1} and x_{i2}	—	10
h_i	difference between y_{i1} and y_{i2}	—	10
i	index designating the number of an increment or sub-lot depending on context	—	7.3
k	number of increments defining the lag of a variogram or correlogram value, or number of sets of increments	— —	7.4 8
N_{ite}	number of items in a population	—	5
N_{sub}	total number of possible increments in a sub-lot	—	5
n	number of increments	—	6
n_{ite}	number of items in a sample	—	5
n_M	number of measurements of a test sample	—	6
n_o	number of observations in treatment A_i	—	B.5
n_{sub}	number of increments taken from each sub-lot	—	5
P_{mi}	production rate of molten iron	t/tap	C.3
p	number of lots	—	7.2
R_i	range of paired measurements	—	7.3

Tabelle 1 (fortgesetzt)

Formel- zeichen	Bedeutung	Einheiten	erstmalig verwendet in
$\bar{R}$	Mittelwert der Spannen R_i	—	7.3
$\bar{R}_1$	Mittelwert der Spannen zwischen Doppelmessungen	—	B.4.3
$\bar{R}_2$	Mittelwert der Spannen zwischen den Mittelwerten der Messungen an den Messproben	—	B.4.3
$\bar{R}_3$	Mittelwert der Spannen zwischen den Mittelwerten der Messungen an den Mischproben	—	B.4.3
r_{exp}	Wert im experimentellen Korrelationsdiagramm	—	7.4
S	Summe der Quadrate	—	C.7.2
s_{BIT}^2	Varianz zwischen Einheiten	—	Abschnitt 5
s_d^2	Varianz von d_i	—	Abschnitt 10
s_e^2	Varianz der Abweichungen	—	Abschnitt 10
T_1, T_2	Vertrauensgrenzen	—	Abschnitt 10
t	Wert des Versatzes zur Berechnung des Varianzdiagramms oder des Korrelationsdiagramms auf der Basis der Zeit oder der Masse	min (Zeit), t (Masse)	7.4
$t_{(1-\alpha)/2}(\nu)$	$(1-\alpha)/2$ -Quantil der t -Variable mit ν Freiheitsgraden	—	Abschnitt 10
U_{CL}	Obere Kontrollgrenze	—	Abschnitt D.4
u	Anteil entnommener Ladung	—	Abschnitt C.5
u_{lot}	Anzahl von Teillosen in einem Los	—	Abschnitt 6
V_A	Varianz mit ν_A Freiheitsgraden	—	Abschnitt B.5
V_a	Varianz entsprechend der Amplitude der zyklischen Schwankung	—	Abschnitt C.3
V_c	Varianz der zyklischen Schwankung	—	Abschnitt C.3
V_E	Varianz mit ν_E Freiheitsgraden	—	Abschnitt B.5
V_{exp}	Wert im experimentellen Varianzdiagramm	—	7.4
V_r	Varianz der zufälligen Schwankung	—	Abschnitt C.3
w_{Al}	Massenprozentanteil des Aluminiumgehalts	Massenprozent	Abschnitt C.7
w_{Fe}	Massenprozentanteil des Gesamteisengehalts	Massenprozent	Abschnitt C.7
w_m	Massenprozentanteil des Feuchtegehalts	Massenprozent	Abschnitt C.5
w_{sf}	Massenprozentanteil der Größenfraktion	Massenprozent	Abschnitt C.6
w_{Si}	Massenprozentanteil des Siliziumgehalts	Massenprozent	Abschnitt C.3
w_{Su}	Massenprozentanteil des Schwefelgehalts	Massenprozent	Abschnitt C.3
x_i	Wert des Qualitätsmerkmals für die Einzelprobe i	—	7.4
x_{i1}	eine der Doppelmessungen, die nach einem Systemverfahren ermittelt wurden	—	Abschnitt 10
x_{i2}	eine der Doppelmessungen, die nach einem Systemverfahren ermittelt wurden	—	Abschnitt 10
$\bar{x}$	Gesamtmittelwert von x_{i1} und x_{i2}	—	Abschnitt 10
y_{i1}	eine der Doppelmessungen, die nach einem Referenzverfahren ermittelt wurden	—	Abschnitt 10
y_{i2}	eine der Doppelmessungen, die nach einem Referenzverfahren ermittelt wurden	—	Abschnitt 10
$\bar{y}$	Gesamtmittelwert von y_{i1} und y_{i2}	—	Abschnitt 10

Table 1 (continued)

Symbol	Meaning	Units	First mention
$\bar{R}$	average of the ranges R_i	—	7.3
$\bar{R}_1$	average of the ranges between duplicate measurements	—	B.4.3
$\bar{R}_2$	average of the ranges between means of measurements in the test samples	—	B.4.3
$\bar{R}_3$	average of the ranges between means of measurements in the composite samples	—	B.4.3
r_{exp}	value of experimental correlogram	—	7.4
S	sum of squares	—	C.7.2
s_{BIT}^2	variance between items	—	5
s_d^2	variance of d_i	—	10
s_e^2	error variance	—	10
T_1, T_2	confidence limits	—	10
t	lag value for calculating the variogram or correlogram either on a time or mass basis	min (time), t (mass)	7.4
$t_{(1-\alpha)/2}(\nu)$	$(1-\alpha)/2$ -quantile of t -variable with ν degrees of freedom	—	10
U_{CL}	upper control limit	—	D.4
u	unloaded ratio	—	C.5
u_{lot}	number of sub-lots in the lot	—	6
V_A	variance with ν_A degrees of freedom	—	B.5
V_a	variance corresponding to the amplitude of cyclic variation	—	C.3
V_c	variance of cyclic variation	—	C.3
V_E	variance with ν_E degrees of freedom	—	B.5
V_{exp}	value of experimental variogram	—	7.4
V_r	variance of random variation	—	C.3
w_{Al}	percentage by mass of aluminium content	% by mass	C.7
w_{Fe}	percentage by mass of total iron content	% by mass	C.7
w_m	percentage by mass of moisture content	% by mass	C.5
w_{sf}	percentage by mass of size fraction	% by mass	C.6
w_{Si}	percentage by mass of silicon content	% by mass	C.3
w_{Su}	percentage by mass of sulfur content	% by mass	C.3
x_i	value of quality characteristic for increment i	—	7.4
x_{i1}	one of the duplicate measurements obtained by a system method	—	10
x_{i2}	one of the duplicate measurements obtained by a system method	—	10
$\bar{\bar{x}}$	grand average of x_{i1} and x_{i2}	—	10
y_{i1}	one of the duplicate measurements obtained by a reference method	—	10
y_{i2}	one of the duplicate measurements obtained by a reference method	—	10
$\bar{\bar{y}}$	grand average of y_{i1} and y_{i2}	—	10

Tabelle 1 (fortgesetzt)

Formelzeichen	Bedeutung	Einheiten	erstmalig verwendet in
α	Signifikanzniveau einer Prüfung	—	Abschnitt 10
δ	höchstzulässige systematische Abweichungskomponente	—	Abschnitt 10
μ	Mittelwert einer Grundgesamtheit	—	C.7.2
ν	Anzahl von Freiheitsgraden	—	Abschnitt 10
ρ_{COD}	Parameter für Wasserqualität (chemischer Sauerstoffbedarf)	mg Sauerstoff/l	Abschnitt E.7
σ_A^2	Varianzkomponente zwischen Behandlungen A_i	—	Abschnitt B.5
σ_{BC}^2	Varianzkomponente zwischen Mischproben	—	Abschnitt C.7
σ_{BL}^2	Varianzkomponente zwischen Losen	—	7.2
σ_{BP}^2	Varianzkomponente zwischen Teilen	—	Abschnitt C.7
σ_{BT}^2	Varianzkomponente zwischen Zügen	—	Anhang A
σ_{BV}^2	Varianzkomponente zwischen Behältern	—	Abschnitt C.7
σ_{BW}^2	Varianzkomponente zwischen Waggons	—	Anhang A
σ_E^2	Erwartungswert der Varianz eines Schätzwertes	—	Abschnitt 5
σ_M^2	Varianzkomponente zwischen Messungen an einer Messprobe	—	Abschnitt 6
σ_P^2	Varianzkomponente zwischen den aus einer Sammelprobe vorbereiteten Messproben	—	Abschnitt 6
σ_S^2	Varianzkomponente der Probenahme	—	7.2
σ_t^2	Gesamtvarianz	—	Abschnitt C.3
σ_{wl}^2	Varianzkomponente innerhalb des Loses	—	Abschnitt 8
σ_{wsl}^2	Varianzkomponente innerhalb des Teilloses	—	Abschnitt 8
σ_{wst}^2	Varianzkomponente zwischen den Einzelproben innerhalb einer Schicht in Fällen von geschichteter Probenahme und systematischer Probenahme, und Varianzkomponente zwischen den Einzelproben innerhalb der gültigen primären Auswahlinheit im Fall zweistufiger Probenahme	—	Abschnitt 6
$\hat{\sigma}_A^2$	Schätzwert der Varianzkomponente von σ_A^2	—	Abschnitt B.5
$\hat{\sigma}_{\text{BC}}^2$	Schätzwert der Varianzkomponente von σ_{BC}^2	—	Abschnitt C.7
$\hat{\sigma}_{\text{BL}}^2$	Schätzwert der Varianzkomponente von σ_{BL}^2	—	Abschnitt B.5
$\hat{\sigma}_{\text{BP}}^2$	Schätzwert der Varianzkomponente von σ_{BP}^2	—	Abschnitt C.7
$\hat{\sigma}_{\text{BV}}^2$	Schätzwert der Varianzkomponente von σ_{BV}^2	—	Abschnitt C.7
$\hat{\sigma}_E$	Schätzwert der Standardabweichung von σ_E	—	Abschnitt D.5
$\hat{\sigma}_E^2$	Schätzwert der Varianz von σ_E^2	—	Abschnitt D.5
$\hat{\sigma}_M^2$	Schätzwert der Varianzkomponente von σ_M^2	—	B.4.3
$\hat{\sigma}_P^2$	Schätzwert der Varianzkomponente von σ_P^2	—	B.4.3

Table 1 (continued)

Symbol	Meaning	Units	First mention
α	level of significance of a test	—	10
δ	maximum tolerable bias	—	10
μ	population mean	—	C.7.2
ν	number of degrees of freedom	—	10
ρ_{COD}	parameter of water quality (chemical oxygen demand)	mg/l of oxygen	E.7
σ_A^2	variance component between treatments A_i	—	B.5
σ_{BC}^2	variance component between composite samples	—	C.7
σ_{BL}^2	variance component between lots	—	7.2
σ_{BP}^2	variance component between parts	—	C.7
σ_{BT}^2	variance component between trains	—	Annex A
σ_{BV}^2	variance component between vessels	—	C.7
σ_{BW}^2	variance component between wagons	—	Annex A
σ_E^2	expected variance of estimate	—	5
σ_M^2	variance component between the measurements obtained on a test sample	—	6
σ_P^2	variance component between the test samples prepared from a gross sample	—	6
σ_S^2	variance component of sampling	—	7.2
σ_t^2	total variance	—	C.3
σ_{wl}^2	variance component within lot	—	8
σ_{wsl}^2	variance component within sub-lot	—	8
σ_{wst}^2	variance component between the increments within stratum in the cases of stratified sampling and systematic sampling, and the variance component between the increments within the valid primary sampling unit in the case of two-stage sampling	—	6
$\hat{\sigma}_A^2$	estimate of variance component of σ_A^2	—	B.5
$\hat{\sigma}_{BC}^2$	estimate of variance component of σ_{BC}^2	—	C.7
$\hat{\sigma}_{BL}^2$	estimate of variance component of σ_{BL}^2	—	B.5
$\hat{\sigma}_{BP}^2$	estimate of variance component of σ_{BP}^2	—	C.7
$\hat{\sigma}_{BV}^2$	estimate of variance component of σ_{BV}^2	—	C.7
$\hat{\sigma}_E$	estimate of standard deviation of σ_E	—	D.5
$\hat{\sigma}_E^2$	estimate of variance of σ_E^2	—	D.5
$\hat{\sigma}_M^2$	estimate of variance component of σ_M^2	—	B.4.3
$\hat{\sigma}_P^2$	estimate of variance component of σ_P^2	—	B.4.3

Tabelle 1 (fortgesetzt)

Formel- zeichen	Bedeutung	Einheiten	erstmalig verwendet in
$\hat{\sigma}_{\text{S}}^2$	Schätzwert der Varianzkomponente von σ_{S}^2	—	B.4.3
$\hat{\sigma}_{\text{wst}}$	Schätzwert der Standardabweichung innerhalb der Schicht, σ_{wst}	—	7.3
$\hat{\sigma}_{\text{wst}}^2$	Schätzwert der Varianzkomponente von σ_{wst}^2	—	7.3
$\chi^2\left(\nu, \frac{\alpha}{2}\right)$	$\left(\frac{\alpha}{2}\right)$ -Quantil der χ^2 -Verteilung mit ν Freiheitsgraden	—	Abschnitt B.5

Table 1 (continued)

Symbol	Meaning	Units	First mention
$\hat{\sigma}_{\text{S}}^2$	estimate of variance component of σ_{S}^2	—	B.4.3
$\hat{\sigma}_{\text{wst}}$	estimated standard deviation within-stratum σ_{wst}	—	7.3
$\hat{\sigma}_{\text{wst}}^2$	estimate of variance component of σ_{wst}^2	—	7.3
$\chi^2\left(\nu, \frac{\alpha}{2}\right)$	$\left(\frac{\alpha}{2}\right)$ -quantile of the χ^2 -distribution with ν degrees of freedom	—	B.5

Tabelle 2 — Indizes

Index	Bedeutung
Al	Aluminum
a	Amplitude
BC	zwischen Mischproben
BIT	zwischen Einheiten
BL	zwischen Losen
BP	zwischen Teilen
BT	zwischen Zügen
BV	zwischen Behältern
BW	zwischen Waggons
COD	chemischer Sauerstoffbedarf
c	zyklisch
d	Differenz
E	Erwartungswert
<i>e</i>	Abweichung
exp	experimentell
Fe	Eisen
ite	Einheit
<i>i</i>	Index zur Kennzeichnung der Nummer einer Einzelprobe oder, je nach Kontext, eines Teilloses
L	unterer Wert
lot	Los
M	Messung
m	Feuchte
mi	geschmolzenes Eisen
o	ermittelt
P	Vorbereitung
r	zufällig
S	Probenahme
sf	Größenfraktion
Si	Silizium
Su	Schwefel
sub	Teillos
t	gesamt
U	oberer Wert
wl	innerhalb eines Loses
ws	innerhalb einer Probe
wsl	innerhalb eines Teilloses
wst	innerhalb einer Schicht

Table 2 — Subscripts

Subscript	Meaning
Al	aluminium
a	amplitude
BC	between composite samples
BIT	between items
BL	between lots
BP	between parts
BT	between trains
BV	between vessels
BW	between wagons
COD	chemical oxygen demand
c	cyclic
d	difference
E	expectation
<i>e</i>	error
exp	experimental
Fe	iron
ite	item
<i>i</i>	index designating the number of an increment or sub-lot depending on context
L	lower
lot	lot
M	measurement
m	moisture
mi	molten iron
o	observed
P	preparation
r	random
S	sampling
sf	size fraction
Si	silicon
Su	sulfur
sub	sub-lot
t	total
U	upper
wl	within lot
ws	within sample
wsl	within sub-lot
wst	within stratum

4 Zweck und Anwendung von Statistik bei der Probenahme von Massengütern

Vielen Arten von Massengütern werden für unterschiedliche Zwecke Stichproben entnommen, um die Menge, eine Eigenschaft oder Eigenschaften des Massenguts abzuschätzen. Die Stichproben können einem stetigen Materialstrom, einem einzelnen Los oder einer Folge von Losen entnommen werden. Die Notwendigkeit einer Norm ergibt sich aus dem Auftreten zahlreicher Quellen der Schwankung innerhalb des Massenguts als Folge der Probenahmeverfahren, von Messabweichungen und der Vorbereitung von Mischproben.

Es wurden bereits Internationale Normen über die Probenahme von Massengütern wie Kohle, Eisenerz und Rohöl veröffentlicht, die derzeit in den jeweiligen, mit diesen Materialien befassten Technischen Komitees überarbeitet werden. Diese Normen wurden und werden bei Handelsgeschäften zur Erleichterung und Förderung des Welthandels mit diesen Materialien angewendet. Allerdings ist speziell zwischen Normen, die von unterschiedlichen Technischen Komitees erarbeitet wurden, eine Uneinheitlichkeit im Gebrauch technischer Fachbegriffe und bei der Anwendung statistischer Verfahren zu beobachten.

Entsprechend ist es ein Ziel dieses Teils von ISO 11648, eine Zusammenstellung technischer Fachbegriffe und Definitionen anzubieten, die für die Probenahme von Massengütern erforderlich sind, um so eine Grundlage für eine größere Einheitlichkeit der technischen Fachbegriffe und Definitionen in zukünftigen Fassungen der oben erwähnten veröffentlichten Internationalen Normen sowie in neu zu erarbeitenden Normen für andere Waren zu schaffen.

Ein weiteres Ziel dieses Teils von ISO 11648 besteht darin, Hinweise für die Anwendung statistischer Verfahren zu geben. So werden z. B. in den oben erwähnten Internationalen Normen verschiedene Prüfverfahren zur Ermittlung der systematischen Abweichungskomponente festgelegt, und die Anwender sind möglicherweise nicht in der Lage zu beurteilen, welches Verfahren besser ist. Dieser Teil von ISO 11648 unternimmt den Versuch, ein alternatives Prüfverfahren für die systematische Abweichungskomponente anzubieten. Das mathematische Modell für die vorgenannten Prüfverfahren kann in der Mehrheit der Fälle bei den heutigen mechanischen Probenahmesystemen nicht physikalisch umgesetzt werden. In den Fällen, wo das Prüfverfahren umgesetzt werden kann, bildet es die üblichen physikalischen Betriebsbedingungen nur dann exakt nach, wenn das Probenahmesystem darauf ausgelegt ist, im üblichen Betrieb unter diesen Bedingungen betrieben zu werden. Das vorgeschlagene Prüfverfahren stellt eine Erweiterung des üblichen Prüfverfahrens für die systematische Abweichungskomponente dar, das Datenpaare verwendet. Das Prüfverfahren führt die direkte Schätzung der Abweichungsvarianzen durch Doppelmessungen an beiden Elementen eines Datenpaares ein. Dadurch werden mehr Kenntnisse über Abweichungsvarianzen gewonnen als mit jedem anderen bisher vorgeschlagenen Prüfverfahren für die systematische Abweichungskomponente.

Weiterhin wurde in jüngster Zeit vorgeschlagen, die serielle Auswertung von Daten, wie z. B. das Varianzdiagrammverfahren, in Stichprobenanweisungen für Massengüter aufzunehmen. Da sich dieses Verfahren noch in der Entwicklungsphase befindet, liefert dieser Teil von ISO 11648 an Stelle eines Standards Informationen durch mehrere Anwendungen serieller Datenauswertung auf unterschiedliche Datenarten.

Die Hauptaufgabengebiete der Probenahme von Massengutwaren sind Wirtschaft und Handel. Die Probenahme aus einer Ware wird hinsichtlich der Verfahrensarten in zwei verschiedene Klassen eingeteilt; es handelt sich einerseits um die Probenahme von Massengütern zur genauen Schätzung eines Mittelwertes des bei dem Los beurteilten Qualitätsmerkmals und andererseits um ein Prüfverfahren für Massengüter mit dem Ziel, eine Entscheidung über die Annahme des Loses zu fällen. Internationale Normen für die erstgenannte Verfahrensweise sind, wie auch ISO 11648 (in allen Teilen), auf die Probenahme aus Kohle, Eisenerz und anderen Waren anwendbar. Dieser Teil ist die allgemeine Einführung zu ISO 11648. Eine Internationale Norm betreffend die zweite Art ist ISO 10725.

Die Probenahme von Massengütern kann je nach Anwendungsbereich in zwei Kategorien unterteilt werden; einerseits kann es sich, wie oben beschrieben, um die Probenahme aus einer Ware handeln, andererseits um die Probenahme in einer Anlage. Zweck der Probenahme in einer Anlage ist die Beherrschung des Produktionsprozesses und die Sicherstellung der Produktqualitäten für die Anwender unter Verwendung von durch Messungen an der Messprobe gewonnenen Daten. So werden z. B. beim Betrieb eines Sauerstoff-Aufblas-Konverters Proben aus dem geschmolzenen Stahl entnommen, um in der Hauptsache die

4 Purpose and application of statistics in sampling from bulk material

To estimate the amount, or a property or properties of the bulk material, samples are taken from many types of bulk material for various purposes. They may be taken from a continuous stream of material, an individual lot or a sequence of lots. A standard is necessary because of the occurrence of numerous sources of variation within the bulk, due to sampling procedures, as a result of measurement errors and due to the preparation of composite samples.

International Standards for sampling bulk material, for example coal, iron ore and crude petroleum, have been published already and are being revised in the respective Technical committees dealing with those materials. These standards have been used for transactions in order to contribute to the facilitation and promotion of world trade in these materials. However, there is non-uniformity in the use of technical terms and in the application of statistical methods in these standards, especially between standards drafted by different Technical committees.

Accordingly, one of the purposes of this part of ISO 11648 is to provide a set of technical terms and definitions necessary for sampling from bulk materials in order to give a basis for greater uniformity of technical terms and definitions in future versions of the above-published International Standards and in new standards for other commodities.

Another purpose of this part of ISO 11648 is to give guidance on the application of statistical methods. For example, different methods of bias testing are specified in the above International Standards and the users of them may not be able to judge which is better. This part of ISO 11648 attempts to provide an alternative test method for bias. The mathematical model for the aforementioned test methods cannot be physically implemented with the majority of mechanical sampling systems in existence today. Where the test method can be implemented it does not accurately simulate normal physical operating conditions unless the sampling system is designed to operate that way during normal operations. The proposed test method is an extension of the usual bias test method involving paired data. The test method introduces direct estimation of error variances by means of duplicate measurements of each member of paired data. This provides greater accumulation of knowledge about error variances than any of the methods ever proposed for bias testing.

Furthermore, it has been suggested recently that serial data analysis, such as the variogram method, should be incorporated into sampling plans for bulk materials. This part of ISO 11648 gives information through several applications of serial data analysis to the various kinds of data rather than a standard, because the technique is still in the development stage.

The main purpose of sampling from a commodity of bulk material is for the commerce and trade. Sampling from a commodity is classified into two different procedural types; one is sampling of bulk materials for the accurate estimation of an average value of the quality characteristic assessed in the lot and the other is an inspection procedure for bulk materials for making a decision concerning lot acceptance. International Standards for the first type of procedure are applicable to the sampling of coal, iron ore and other commodities, as is ISO 11648 (all parts). This part is the general introduction of ISO 11648. An International Standard for the second type is ISO 10725.

Sampling of bulk materials can be classified into two categories depending on the field of application; one is sampling from a commodity as described above and the other is sampling in a plant. The purpose of sampling in a plant is to control the production process and to assure the quality of products for users, using data

Produktionsprozesse zu beherrschen, und die Ergebnisse werden verwendet, um sicherzustellen, dass die chemische Zusammensetzung die an das hergestellte Produkt gestellten Anforderungen erfüllt. Daher sollten Verfahren zur Probenahme in einer Anlage durch die Anlage selbst verwaltet werden, jedoch sollten sie korrekten Probenahmeverfahren folgen, wie sie in den verschiedenen Teilen von ISO 11648 beschrieben werden.

5 Besondere Probleme bei der Probenahme von Massengütern

Wenn ein Los aus Hunderten von Lampen oder Bolzen besteht, ergibt eine Zufallsauswahl von Lampen oder Bolzen eine repräsentative Stichprobe des Loses. Bei der Probenahme von Massengütern werden an Stelle von einzelnen Lampen oder Bolzen Einzelproben aus einem Los entnommen. Bei der Probenahme von Massengütern ist es wesentlich, dass die kleinste Masse einer Einzelprobe ermittelt wird.

Ein Beispiel für die Abfolge von Entscheidungen im Rahmen einer Stichprobenanweisung für in 50-kg-Säcke konfektionierte Massengüter (z. B. Mehl oder Zement) ist nachfolgend wiedergegeben:

- Auswahl der Säcke, aus denen Proben zu entnehmen sind;
- Ermittlung der Einzelprobenmasse;
- Entnahme der Einzelproben aus den ausgewählten Säcken mit einem Probenahmegerät, so dass sich eine repräsentative Probe ergibt (d. h. Vermeidung systematischer Abweichungen auf Grund von geschichteten Produktlagen mit unterschiedlichen Eigenschaften innerhalb des Sacks);
- Durchführung der erforderlichen Probenvorbereitung und Prüfungen.

Bei der Auswahl eines Probenahmegeräts ist zu bedenken, dass ein zu kleines Gerät zu einer systematischen Abweichungskomponente führen könnte, indem es die größeren Partikel des Loses fallen lässt, während ein zu großes Gerät der Probenvorbereitung Übermengen zuführen könnte. Folglich sollte die Bemessung des Probenahmegeräts ein Kompromiss zwischen diesen Gerätegrößen sein.

Dennoch sollten bei der Probenahme aus pulverförmigen Materialien auch die Umgebungseinflüsse und die Handhabbarkeit der Einzelproben beachtet werden, da die nach der untenstehenden Gleichung berechnete Einzelprobenmasse möglicherweise für eine einfache Handhabung zu gering ist.

Üblicherweise werden in der Praxis sowohl manuelle als auch mechanische Verfahren verwendet. Im Falle der Probenahme von Schüttgütern basiert die Mindestmasse einer Einzelprobe bei manueller Probenahme auf der Verwendung der Abmessungen $(3 \times 3 \times 3)d$, wobei d der Nennwert der 5-%-Siebfraktion der Partikel in einem Los in Millimetern ist. Die Masse einer manuell entnommenen Einzelprobe basiert auf der Annahme der Zufallsprobenahme der Einzelprobe aus einem Los.

Bei der Probenahme von einem angehaltenen Förderband wird auf dem ruhenden Band ein geeignet geformter Probenahmerahmen platziert, dessen Mindest-Innenmaße das Dreifache des Nennwerts der 5-%-Siebfraktion des Loses oder 30 mm betragen, je nachdem, welcher Wert größer ist. Der Rahmen wird so in das Material eingeführt, dass er auf seiner gesamten Breite engen Kontakt mit dem Band hat. Es wird dann das Material innerhalb des Rahmens entnommen, wobei durch Fegen des Bandes sichergestellt wird, dass alle in diesem Bereich liegenden Partikel in der Einzelprobe erfasst werden. Jede Einzelprobe wird in einem entsprechenden Behälter aufbewahrt. Das Verfahren der Probenahme bei angehaltenem Förderband wird, obwohl nicht immer praktikabel, gegenüber anderen Probenahmeverfahren, mit denen es verglichen wird, bevorzugt.

Die Mindestmasse einer Einzelprobe, die mit einem Probennehmer vom Typ eines Cutters am Austragepunkt eines sich bewegenden Materialstroms entnommen wird, wird durch die kleinste Öffnung des Cutters und seine höchste Geschwindigkeit bestimmt. Die höchste Geschwindigkeit des Cutters ist begrenzt, um eine systematische Abweichungskomponente bedingt durch die Ablenkung der größeren Partikel zu vermeiden. Die Einzelprobenmasse eines Probenahme-Cutters ist üblicherweise um den Faktor 10 bis 50 größer als bei manueller Probenahme. Cutter, die einen Schnitt quer zum Förderband erzeugen, entnehmen die Einzelprobe aus dem sich auf dem Förderband bewegenden Materialstrom. Der Cutter sollte einen Schnitt zum Massengutstrom senkrecht zur Förderbandoberfläche ausführen.

obtained by measurements on the test sample. For example, in operations of a basic oxygen steel-making furnace, samples are taken from the molten steel in order to control mainly the production processes and the results are used to assure that the chemical composition meets the requirements for the product being made. Therefore, methods of sampling in a plant should be managed by the plant itself, but should follow correct sampling procedures as described in the various parts of ISO 11648.

5 Particular problems for sampling bulk materials

When a lot consists of hundreds of bulbs or bolts, random selection of bulbs or bolts gives a representative sample of the lot. In the case of sampling bulk materials, increments are taken from a lot instead of individual bulbs or bolts. In bulk sampling, it is essential to determine the minimum mass of increment.

An example of a sequence of sampling plan decisions involving bulk materials packed in 50 kg sacks (e.g. flour or cement) is:

- select the sacks to sample;
- determine the mass of increment;
- take the increments from the sacks selected with a sampling device that will give a representative sample (i.e. avoiding bias due to stratified layers of product with different properties in the sack);
- perform the necessary sample preparation and tests.

In selecting a sampling device, the points to consider are that too small a device could introduce bias by dropping the larger particles in the lot, while too large a device could result in excessive loads for preparation of the sample. Accordingly, the dimension of the sampling device should be determined by a compromise between these upper and lower device sizes.

However, in the sampling of powder materials, consideration should also be given to the effect of environment and the convenience of handling increments, since the mass of increment calculated using the formula below could be too small to handle easily.

In practice, both manual methods and mechanical methods are usually applied. In the case of sampling particulate materials, the minimum mass of increment for manual sampling is based on the implementation of the dimensions $(3 \times 3 \times 3) d$, where d is the nominal top size, expressed in millimetres, of the particles in a lot. The manual increment mass is based on an assumption of random sampling of an increment from a lot.

In sampling from a stopped belt, place a suitably profiled sampling frame, with minimum internal dimensions of three times the nominal top size of the lot or 30 mm, whichever is the larger, on the stationary belt and insert it through the material so that it is in close contact with the belt across its full width. Remove the material within the sampling frame, ensuring that all particles in this area are included in the increment by sweeping the belt, and deposit each increment into a suitable container. Stopped-belt sampling, although not always practical, is a method preferred to other sampling procedures with which it is compared.

The minimum mass of an increment, taken by a cutter-type sampler from the material at the discharge end of a moving stream, is determined by the minimum cutter aperture and the maximum cutter speed. The maximum cutter speed is restricted to avoid bias due to deflection of the larger particles. The increment mass by a cutter-type sampler is usually 10 to 50 times the increment mass by manual sampling. Cross-belt cutters collect the increment from the material stream while it is being conveyed on a conveyor belt. The cutter should cut the bulk material stream in a plane normal to the surface of the conveyor.

Bei der Probenahme aus diskretem Material wird der Erwartungswert der Varianz des geschätzten Mittelwertes des bei dem Los beurteilten Qualitätsmerkmals durch die folgende Gleichung ausgedrückt:

$$\sigma_E^2 = \left(1 - \frac{n_{ite}}{N_{ite}}\right) \frac{s_{ws}^2}{n_{ite}} \quad (1)$$

Dabei ist

N_{ite} die Anzahl von Einheiten in einer Grundgesamtheit;

n_{ite} die Anzahl von Einheiten in einer Stichprobe;

s_{ws}^2 die Varianz zwischen den Einheiten in einer Probe, berechnet aus dem beurteilten Qualitätsmerkmal.

Der Term $(1 - n_{ite}/N_{ite})$ in Gleichung (1) wird „Korrektur für die endliche Grundgesamtheit“ genannt. Die Korrektur kann vernachlässigt werden, wenn der Wert von n_{ite}/N_{ite} kleiner ist als 1/10. Bei der Probenahme von Massengütern ist der n_{ite}/N_{ite} entsprechende Wert, d. h. n_{sub}/N_{sub} in den meisten Fällen kleiner als 1/10 und die Korrektur für die endliche Grundgesamtheit kann vernachlässigt werden. Dabei ist n_{sub} die Anzahl der aus einem Teillos entnommenen Einzelproben, und N_{sub} ist die Gesamtzahl der möglichen Einzelproben in einem Teillos. Diese Annahme gilt dabei nicht nur für den Schritt der Probenahme (Entnahme der Einzelproben), sondern auch für den Schritt der Probenvorbereitung (Entnahme einer Messprobe aus einer Sammelprobe) und den Analysenschritt (Entnahme der Probenmenge aus einer Messprobe). Sie gilt in gleicher Weise für Flüssigkeiten und Gase. Bei der Probenahme von Massengütern muss die Korrektur für die endliche Grundgesamtheit auf die Probenahme von Waggonen aus einem Zug, Trommeln von einem Lkw, usw. angewendet werden.

Die zu prüfenden Qualitätsmerkmale werden in der Regel vertragsmäßig vorgegeben. Im Allgemeinen wird der Feuchtegehalt bestimmt, um aus der gemessenen Feuchtmasse des Loses die Trockenmasse des Loses berechnen zu können. Es werden verschiedene Arten chemischer Zusammensetzungen, insbesondere die repräsentative Zusammensetzung, in der Trockenmasse analysiert. Zur Berechnung der Nettomasse der repräsentativen Komponente ist es wichtig, dass die Wägepräzision auf die Feuchtmasse des Loses, den Feuchtegehalt und die repräsentative Zusammensetzung abgestimmt wird. Mitunter werden die Korngrößenverteilung und weitere physikalische und chemische Eigenschaften bestimmt. Es sollten Probenahmeverfahren festgelegt werden, die alle Anforderungen für jedes Qualitätsmerkmal separat erfüllen.

6 Unterschiede zwischen Schüttgütern, Flüssigkeiten und Gasen

Der Prozess der Probenahme von Schüttgütern ist gewöhnlich in drei Schritte unterteilt:

- a) den Prozess der Entnahme von Einzelproben,
- b) den Prozess der Probenvorbereitung und
- c) den Messprozess.

Jeder dieser Prozesse weist eine ihm eigene Varianzkomponente auf:

- die Varianzkomponente der Probenahme, verursacht während der Entnahme der Einzelproben,
- die Varianzkomponente der Probenvorbereitung, die während der Vorbereitung der Messprobe entsteht, und

In sampling from discrete material, the expected variance of the estimate of the average value of the quality characteristic assessed in the lot is expressed by the following equation:

$$\sigma_E^2 = \left(1 - \frac{n_{ite}}{N_{ite}}\right) \frac{s_{ws}^2}{n_{ite}} \quad (1)$$

where

N_{ite} is the number of items in a population;

n_{ite} is the number of items in a sample;

s_{ws}^2 is the variance between items within a sample calculated from the quality characteristic assessed.

In Equation (1), $(1 - n_{ite}/N_{ite})$ is called the “finite population correction”. If the value of n_{ite}/N_{ite} is less than 1/10, then the correction can be omitted. In sampling from bulk material, the value corresponding to n_{ite}/N_{ite} , i.e. n_{sub}/N_{sub} , is less than 1/10 in most cases and the finite population correction can be omitted, where n_{sub} is the number of increments taken from a sub-lot and N_{sub} is the total number of possible increments in a sub-lot. This inference is applicable not only to the sampling stage (taking increments) but also to the sample preparation stage (extraction of test sample from a gross sample) and to the analysis stage (taking test portion from a test sample). It is also applicable to liquids and gases. The finite population correction has to be applied to sampling wagons from a train, drums from a truck, etc. in sampling from bulk materials.

The quality characteristics which are to be inspected are usually specified in the transactions. In general, moisture content is determined in order to calculate the dried mass of a lot from the measured wet mass of the lot. Various kinds of chemical compositions, especially representative composition, in dry basis are analysed. In order to calculate the net mass of the representative component, it is important that the weighing precision be balanced for the wet mass of the lot, the moisture content and the representative composition. Particle size distribution and other physical and chemical properties are sometimes determined. Sampling procedures should be established to satisfy all the requirements of each quality characteristic separately.

6 Differences between particulates, liquids and gases

The process of sampling of particulate materials is usually divided into three stages:

- a) the process of taking increments,
- b) the process of sample preparation, and
- c) the process of measurement.

Each process has its own variance component:

- the sampling variance component caused during increment sampling,
- the sample preparation variance component created during test sample preparation, and

- die Varianzkomponente der Messung, die die Präzision des angewendeten Messverfahrens (Analyseverfahrens) kennzeichnet.

Werden bei massenbasierter systematischer Probenahme n Einzelproben aus einem Schüttgutlos entnommen, besteht eine Sammelprobe aus n Einzelproben, wird eine Messprobe aus der Sammelprobe erzeugt und es werden n_M Messungen an der Messprobe vorgenommen, so kann die Varianz des geschätzten Mittelwertes des bei dem Los beurteilten Qualitätsmerkmals, σ_E^2 , durch Gleichung (2) angenähert werden:

$$\sigma_E^2 = \frac{\sigma_{\text{wst}}^2}{n} + \sigma_P^2 + \frac{\sigma_M^2}{n_M} \quad (2)$$

Dabei ist

- σ_{wst}^2 die Varianzkomponente zwischen Einzelproben innerhalb von Schichten, die jede Einzelprobe des Loses beinhalten;
- σ_P^2 die Varianzkomponente zwischen Messproben, die aus der Sammelprobe erzeugt werden;
- σ_M^2 die Varianzkomponente zwischen Messungen, die an der Messprobe vorgenommen werden;
- n die Anzahl der Einzelproben, die aus dem Los entnommen werden;
- n_M die Anzahl der Messungen an der Messprobe.

ANMERKUNG Die Theorie der systematischen Probenahme wird in den Literaturhinweisen [1] und [2] erläutert.

Muss σ_E^2 einen Grenzwert unterschreiten, bleibt der zweite Term in Gleichung (2), σ_P^2 , unverändert, während der erste und der dritte Term durch die Wahl einer geeigneten Kombination der Anzahl der Einzelproben, n , und der Anzahl der Messungen, n_M , verringert werden können.

Stellt die Varianzkomponente zwischen Messproben, σ_P^2 , den Hauptanteil von σ_E^2 in Gleichung (2) dar und muss σ_E^2 einen Grenzwert unterschreiten, so kann möglicherweise durch Erhöhung von n und n_M keine hinreichende Verringerung von σ_E^2 erzielt werden. Insbesondere ist es auf Grund der Beschaffenheit der Schüttgüter schwierig, im Rahmen der Probenvorbereitung die Varianzkomponente zwischen Messproben (Varianzkomponente der Probenvorbereitung) zu verbessern. Die einzige Lösung besteht in der Aufteilung des Loses in eine geeignete Anzahl von Teillosen.

Wenn ein Los in eine Anzahl u_{lot} Teillosen gleicher Menge aufgeteilt wird, aus jedem Teillos n_{sub} Einzelproben entnommen werden, für jedes Teillos eine Sammelprobe gebildet wird und an jeder Sammelprobe n_M Mehrfachmessungen vorgenommen werden, so kann die Varianz des geschätzten Mittelwertes des bei dem Los beurteilten Qualitätsmerkmals durch Gleichung (3) ausgedrückt werden:

$$\sigma_E^2 = \frac{1}{u_{\text{lot}}} \left(\frac{\sigma_{\text{wst}}^2}{n_{\text{sub}}} + \sigma_P^2 + \frac{\sigma_M^2}{n_M} \right) \quad (3)$$

Folglich kann die Varianz des geschätzten Mittelwertes des bei dem Los beurteilten Qualitätsmerkmals, σ_E^2 , angepasst werden, indem eine geeignete Anzahl von Teillosen, u_{lot} , gewählt wird. Ein Teillos muss eine bekannte Menge an Massengut sein, damit die Qualität des Loses durch gewichtete Mittelung berechnet werden kann.

- the measurement variance component characterizing the precision of the measurement method (analytical method) used.

If n increments are taken using mass-basis systematic sampling from a lot of particulate materials, a gross sample is composed of n increments, a test sample is prepared from the gross sample and n_M measurements are obtained on the test sample, then the variance of estimate of the average value of the quality characteristic assessed, σ_E^2 , in the lot can be approximated by Equation (2):

$$\sigma_E^2 = \frac{\sigma_{\text{wst}}^2}{n} + \sigma_P^2 + \frac{\sigma_M^2}{n_M} \quad (2)$$

where

σ_{wst}^2 is the variance component between increments within strata including each increment in the lot;

σ_P^2 is the variance component between test samples prepared from the gross sample;

σ_M^2 is the variance component between measurements obtained on the test sample;

n is the number of increments taken from the lot;

n_M is the number of measurements on the test sample.

NOTE The theory of systematic sampling is given in references [1] and [2] of the Bibliography.

If σ_E^2 is required to be less than a limiting value, the second term in Equation (2), σ_P^2 , will remain unchanged, whereas the first and the third terms can be reduced by selection of an appropriate combination of number of increments, n , and number of measurements, n_M .

When the variance component between the test samples, σ_P^2 , represents the major part of σ_E^2 in Equation (2) and σ_E^2 is required to be less than a limiting value, then a sufficient reduction in σ_E^2 may not be possible by increasing n and n_M . In particular, improvement of the variance component between test samples (variance component of sample preparation) is hard to achieve in the preparation process of particulate materials, due to its nature. The only solution is the subdivision of the lot into an appropriate number of sub lots.

If a lot is subdivided into u_{lot} sub-lots of equal quantity, n_{sub} increments are taken from each sub-lot, a gross sample is constituted for each sub-lot and n_M replicate measurements are obtained on each gross sample, then the variance of the estimate of the average value of the quality characteristic assessed in the lot will be expressed by Equation (3):

$$\sigma_E^2 = \frac{1}{u_{\text{lot}}} \left(\frac{\sigma_{\text{wst}}^2}{n_{\text{sub}}} + \sigma_P^2 + \frac{\sigma_M^2}{n_M} \right) \quad (3)$$

Thus the variance of estimate of average value of the quality characteristic assessed in the lot, σ_E^2 , can be adjusted by selecting an appropriate number of sub-lots, u_{lot} . A sub-lot is to be a known quantity of bulk material, in order to calculate the quality of the lot by weighted averaging.

Bei der Probenahme von Flüssigkeiten ist die Schwankung innerhalb einer Sammelprobe vergleichsweise gering, und der Prozess der Probenvorbereitung entfällt in der Regel. Falls erforderlich, kann die Sammelprobe gerührt werden, um diese Schwankung vernachlässigbar klein zu machen.

Bei der Probenahme von Gasen wird eine Einzelprobe aus einem Los direkt der Analyse zugeführt, und der Prozess der Probenvorbereitung entfällt in der Regel.

Bei der Probenahme von Schüttgütern sollte, sofern möglich, vor der Entnahme von Einzelproben das gesamte hergestellte Material vorzugsweise homogenisiert werden, möglicherweise unter Einbeziehung mehrerer Lose. Bei der Lagerung von Schüttgütern werden vor dem Befüllen von Behältern Schichtsysteme gelagert, um so die Qualitätsschwankung innerhalb des Loses zu verringern. Die Entnahme von Einzelproben aus Schichten, in die ein Los zur Verringerung der Schwankung unterteilt ist, verringert ebenfalls die Qualitätsschwankung. Im Zuge der Probenvorbereitung ist die Zerkleinerung ein weiterer Schritt zur Homogenisierung. Auf der Stufe der Messprobe wird im Labor eine mechanische Durchmischung vorgenommen. Dennoch können spezielle Homogenisierungsvorgänge auf dieser Stufe mitunter zu einer Entmischung der Eigenschaften führen.

7 Versuchstechniken zur Ermittlung der Varianzkomponenten während der verschiedenen Schritte der Probenahme

7.1 Varianzkomponenten während der verschiedenen Schritte der Probenahme

Eine im Rahmen der routinemäßigen Probenahme auszuführende Stichprobenanweisung für Massengüter sollte in der Weise aufgestellt werden, dass unter Berücksichtigung vorliegender Erfahrungen und der Ergebnisse gezielter Vorversuche für ein Los eine festgelegte Gesamtpräzision erzielt wird.

Die Varianzkomponenten bei der routinemäßigen Probenahme werden üblicherweise unterteilt in Varianzkomponenten der Probenahme (Entnahme von Einzelproben), der Probenvorbereitung und der Messung. Um diese Varianzkomponenten entweder einzeln oder insgesamt abzuschätzen, werden die folgenden drei Arten von Versuchen angewendet:

- geschachtelte Versuche,
- verschachtelte Probenahme und
- massenbasierte systematische Probenahme mit Einzelmessung der Einzelproben.

7.2 Geschachtelte Versuche

In einer völlig neuen Probenahmesituation, für die keine früheren Erfahrungen vorliegen, sollte ein Probeversuch durchgeführt werden, um die Varianzkomponenten der verschiedenen Schritte der Probenahme abzuschätzen, d. h. die Varianzkomponente zwischen Losen, Einzelproben und Stichproben sowie die Varianzkomponente auf Grund der Messabweichung. Die einfachste Versuchsplanung ist ein vollständig geschachtelter Versuch mit zwei Stichproben oder Messungen in jedem Schritt, wie im Bild 1 dargestellt.

Um ausreichende Informationen über die Varianzkomponenten der verschiedenen Schritte der Probenahme zu erhalten, sollten ungefähr 20 Lose geprüft werden (obwohl in den meisten Fällen auf der Stufe der Probenahme aus einem Los mehrere Probenpaare entnommen werden könnten).

Nachteilig ist, dass für jede Probe auf der Stufe der Probenahme nach dem dargestellten Plan vier Messungen durchgeführt werden müssen, was mehr ist als erforderlich. Die Freiheitsgrade und die erwarteten Quadrate der Effektivwerte für dieses Beispiel werden in Tabelle 3 angegeben.

In the process of sampling of liquids, the variation within a gross sample is comparatively small and the process of sample preparation is usually omitted. If necessary, the gross sample may be stirred to make this variation negligible.

In the process of sampling of gases, an increment taken from a lot is subjected directly to analysis and the process of sample preparation is usually omitted.

In the sampling of particulate materials, where possible, all the produced material should preferably be homogenized, possibly including several lots before the increments are taken. Bedding systems for particulate materials are stockpiled before being loaded to vessels so as to reduce the quality variation within the lot. Taking increments from strata, into which a lot is subdivided for smaller variation, also reduces the quality variation. At the sample preparation stage, particle size reduction is another step in the homogenization. At the test sample stage, mechanical mixing is carried out in a laboratory. However, special operations of homogenization at this stage can sometimes lead to segregation of properties.

7 Experimental methods for obtaining variance components at various stages of sampling

7.1 Variance components at various stages of sampling

A bulk-sampling plan, which is to be used in routine sampling, should be established so that a specified overall precision for a lot is obtained taking into account past experience and the results from specially run experiments.

Variance components in routine sampling are usually divided into variance components of sampling (taking increments), sample preparation and measurement. In order to estimate these variance components separately or jointly, the following three types of experiments are used:

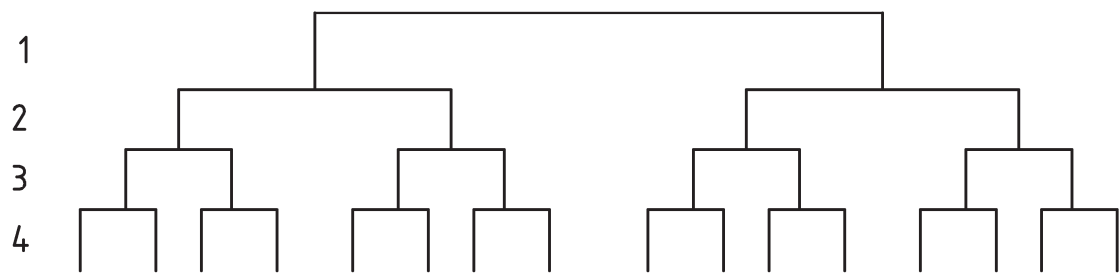
- nested experiments;
- interpenetrating sampling; and
- mass-basis systematic sampling with increment-by-increment measurement.

7.2 Nested experiments

In a completely new sampling situation, where there is no previous experience, a sampling experiment should be done to estimate the variance components at various stages of sampling, i.e. the between-lots variance component, the between-increment variance component, the between-samples variance component and the variance component due to measurement error. The simplest experimental design is a fully nested experiment with two samples or measurements at each stage as shown in Figure 1.

To obtain sufficient information about the variance components between the sampling stages, samples from approximately 20 lots should be tested (although in most situations several pairs of sampling stage samples could be taken from one lot).

The disadvantage is that, for each sampling stage sample, four measurements are needed in the plan shown and this is more than required. The degrees of freedom and the expected mean squares for this example are as shown in Table 3.



Legende

- 1 Lose
- 2 Probenahmeschritt
- 3 Probenvorbereitungsschritt
- 4 Messungen

Bild 1 — Vollständig geschachtelter Versuch

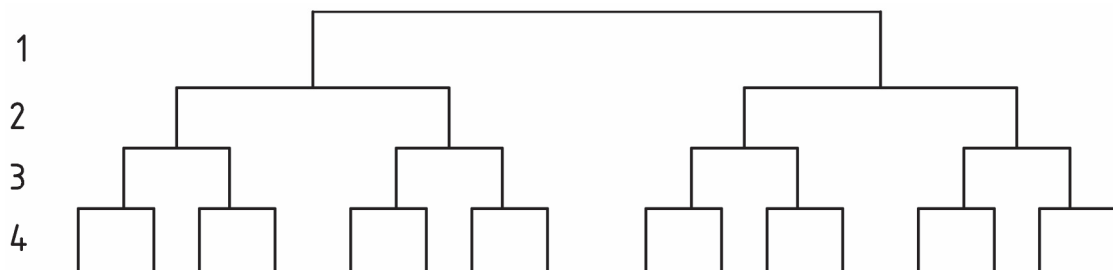
Tabelle 3 — Varianzanalyse mit erwarteten Quadraten der Effektivwerte für vollständig geschachtelten Versuch

Quelle	Freiheitsgrade	Erwartetes Quadrat des Effektivwerts
Zwischen Losen	$p - 1$	$\sigma_M^2 + 2\sigma_P^2 + 4\sigma_S^2 + 8\sigma_{BL}^2$
Probenahmeschritt innerhalb der Lose	p	$\sigma_M^2 + 2\sigma_P^2 + 4\sigma_S^2$
Probenvorbereitungsschritt innerhalb des Probenahmeschritts	$2p$	$\sigma_M^2 + 2\sigma_P^2$
Messung innerhalb des Probenvorbereitungsschritts	$4p$	σ_M^2
Gesamt	$8p - 1$	

σ_{BL}^2 ist die Varianzkomponente zwischen Losen;
 σ_S^2 ist die Varianzkomponente des Probenahmeschritts;
 σ_P^2 ist die Varianzkomponente des Probenvorbereitungsschritts;
 σ_M^2 ist die Varianzkomponente der Messung;
 p ist die Anzahl der Lose.

$4p$ Freiheitsgrade für die Varianzkomponente der Messung sind mehr als erforderlich, und eine Versuchsplanung, bei der die Freiheitsgrade gleichmäßiger verteilt sind, wäre günstiger.

Dies kann durch eine gestaffelt-geschachtelte Versuchsplanung, wie im Bild 2 dargestellt, erreicht werden.

**Key**

- 1 Lots
- 2 Sampling stage
- 3 Sample preparation stage
- 4 Measurements

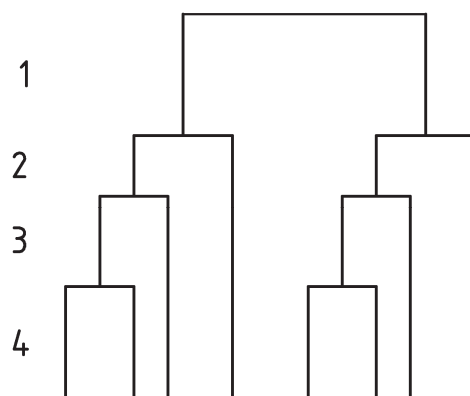
Figure 1 — Fully nested experiment**Table 3 — ANOVA with expected mean squares of fully nested experiment**

Source	Degrees of freedom	Expected mean square
Between lots	$p - 1$	$\sigma_M^2 + 2\sigma_P^2 + 4\sigma_S^2 + 8\sigma_{BL}^2$
Sampling stage within lots	p	$\sigma_M^2 + 2\sigma_P^2 + 4\sigma_S^2$
Sample preparation stage within sampling stage	$2p$	$\sigma_M^2 + 2\sigma_P^2$
Measurement within sample preparation stage	$4p$	σ_M^2
Total	$8p - 1$	

σ_{BL}^2 is the variance component between lots;
 σ_S^2 is the variance component of sampling stage;
 σ_P^2 is the variance component of sample preparation stage;
 σ_M^2 is the variance component of measurement;
 p is the number of lots.

The $4p$ degrees of freedom for the measurement variance component are more than needed and a design which distributes the degrees of freedom more evenly would be better.

This can be done using a staggered-nested experiment design as shown in Figure 2.



Legende

- 1 Lose
- 2 Probenahmeschritt
- 3 Probenvorbereitungsschritt
- 4 Messungen

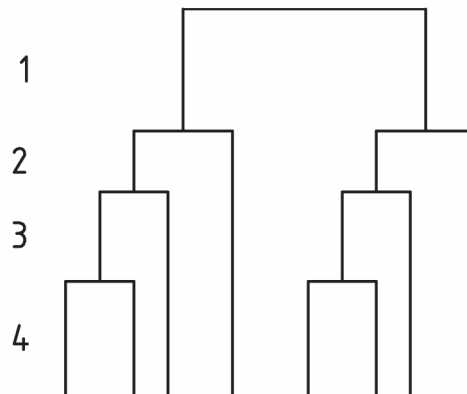
Bild 2 — Gestaffelt-geschachtelter Versuch

Damit wird die Anzahl der Messungen von $8p$ auf $4p$ reduziert. Die Freiheitsgrade und die erwarteten Quadrate der Effektivwerte werden in Tabelle 4 aufgeführt.

Tabelle 4 — Varianzanalyse mit erwarteten Quadraten der Effektivwerte für gestaffelt-geschachtelten Versuch

Quelle	Freiheitsgrade	Erwartetes Quadrat des Effektivwerts
Zwischen Losen	$p - 1$	$\sigma_M^2 + (3/2)\sigma_P^2 + (5/2)\sigma_S^2 + 4\sigma_{BL}^2$
Probenahmeschritt innerhalb der Lose	p	$\sigma_M^2 + (7/6)\sigma_P^2 + (3/2)\sigma_S^2$
Probenvorbereitungsschritt innerhalb des Probenahmeschritts	p	$\sigma_M^2 + (4/3)\sigma_P^2$
Messung innerhalb des zweiten Schritts	p	σ_M^2
Gesamt	$4p - 1$	

Bei diesen Versuchen werden die Varianzkomponenten σ_{BL}^2 , σ_S^2 , σ_P^2 und σ_M^2 abgeschätzt, indem jeweils die Formel in der Spalte „Erwartetes Quadrat des Effektivwerts“ mit der entsprechenden ermittelten Varianz gleich gesetzt wird. Hinsichtlich der Einzelheiten des vollständig geschachtelten Versuchs und des gestaffelt-geschachtelten Versuchs wird auf ISO 5725-3 verwiesen. Beispiele für geschachtelte Versuche werden im Anhang B gegeben.

**Key**

- 1 Lots
- 2 Sampling stage
- 3 Sample preparation stage
- 4 Measurements

Figure 2 — Staggered-nested experiment

This cuts down the number of measurements from $8p$ to $4p$ and the degrees of freedom and the expected mean squares are as shown in Table 4.

Table 4 — ANOVA with expected mean squares of staggered-nested experiment

Source	Degrees of freedom	Expected mean square
Between lots	$p - 1$	$\sigma_M^2 + (3/2)\sigma_P^2 + (5/2)\sigma_S^2 + 4\sigma_{BL}^2$
Sampling stage within lots	p	$\sigma_M^2 + (7/6)\sigma_P^2 + (3/2)\sigma_S^2$
Sample preparation stage within sampling stage	p	$\sigma_M^2 + (4/3)\sigma_P^2$
Measurement within second stage	p	σ_M^2
Total	$4p - 1$	

In these experiments, variance components, σ_{BL}^2 , σ_S^2 , σ_P^2 and σ_M^2 are estimated, equating each formula in the column of expected mean square to the corresponding observed variance. For details of the fully nested experiment and the staggered-nested experiment, refer to ISO 5725-3. Examples of nested experiments are given in Annex B.

7.3 Interpenetrating sampling

Interpenetrating sampling is applied where the sampling variance component is dominant in comparison with the variance components of sample preparation and measurement. In addition, this is applied where aggregation or accumulation of increments is allowable, i.e. to materials of a particulate or liquid nature.

7.3 Verschachtelte Probenahme

Verschachtelte Probenahme wird dort angewendet, wo die Varianzkomponente der Probenahme im Vergleich mit den Varianzkomponenten der Probenvorbereitung und der Messung dominiert. Zusätzlich wird diese Technik dort verwendet, wo eine Zusammenfassung oder Sammlung der Einzelproben zulässig ist, d. h. bei Schüttgütern und Flüssigkeiten.

Bei der massenbasierten systematischen Probenahme aus Eisenerz werden Qualitätsschwankungen innerhalb von Schichten, die zwei Einzelproben umfassen, periodisch untersucht. Ein Los wird in mehr als 10 Teile aufgeteilt, und jedem Teil werden Einzelproben mit gerader Ordnungszahl zugeteilt, wobei die nach einer Losmasse bestimmte Anzahl der Einzelproben durch die Anzahl der Teile dividiert wird. Die Einzelproben werden jeweils nach bestimmten Massenintervallen entnommen. Aus den Einzelproben mit ungerader bzw. gerader Ordnungszahl werden für jedes Teil zwei Mischproben gebildet. (Im nachfolgenden Beispiel werden diese Mischproben als A_i bzw. B_i bezeichnet, wobei i die Nummer des jeweiligen Teils ist.) Die zu beurteilenden Qualitätsmerkmale werden für jede Mischprobe bestimmt und die Qualitätsschwankungen innerhalb von Schichten, die zwei Einzelproben umfassen, werden abgeschätzt.

Die anzuwendenden Verfahren werden durch die nachfolgenden Beispiele veranschaulicht:

BEISPIEL 1

(Anzahl der Einzelproben je Mischprobe) $\times$ (Anzahl der Mischproben je Teil) $\times$ (Anzahl der Teile) = $3 \times 2 \times 10$

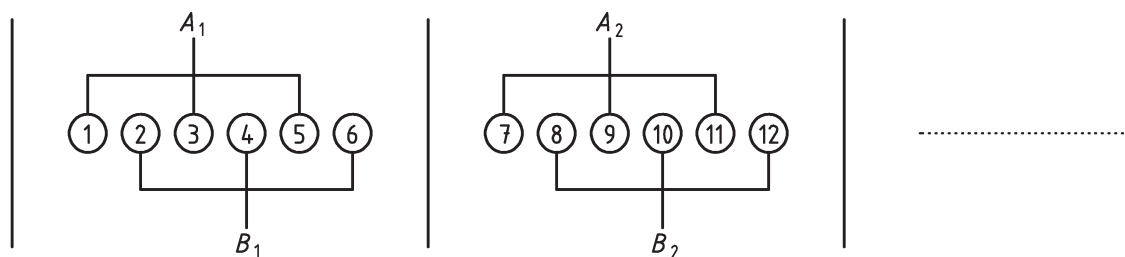


Bild 3 — Verschachtelte Probenahme

Ein Beispiel, durchgeführt anhand des Gesamteisengehalts, wird in Tabelle 5 dargestellt. In diesem Beispiel werden 60 Einzelproben aus dem Los entnommen. Die Einzelproben Nr. 1, Nr. 3 und Nr. 5 werden zur Mischprobe A_1 zusammengefügt, und die Einzelproben Nr. 2, Nr. 4 und Nr. 6 zur Mischprobe B_1 . Folglich ergeben sich die Mischproben A_1 bis A_{10} und B_1 bis B_{10} , für die jeweils nach getrennter Probenvorbereitung der Gesamteisengehalt bestimmt wird. Die Spannweite zwischen a_i und b_i wird als R_i bezeichnet. Aus der mittleren Spannweite von 0,23 wird nach der folgenden Gleichung die Qualitätsschwankung innerhalb von Schichten, die zwei Einzelproben umfassen, abgeschätzt (Varianzkomponenten der Probenvorbereitung und Messung sind ebenfalls enthalten.):

$$\sigma_{\text{wst}}^2 = 3 \times \left(\frac{\bar{R}}{d_2} \right)^2 \quad (4)$$

Dabei ist

- d^2 der Faktor zur Schätzung der Varianz aus der Spannweite bei Normalverteilung für Datenpaare; er beträgt 1,128;
- 3 die Anzahl der Einzelproben in jeder Mischprobe.

Weitere Beispiele verschachtelter Probenahme werden im Abschnitt C.7 dargestellt.

In mass-basis systematic sampling of iron ore, quality variations within strata including two increments are surveyed periodically. A lot is divided into more than ten parts and even numbered increments are allotted to each part, dividing the number of increments determined according to a mass of lot by the number of parts. Increments are taken at fixed intervals in mass. Odd numbered increments taken from each part and even numbered increments taken from each part are constituted into two composite samples, respectively. (In the following example, these composite samples are denoted by A_i and B_i , respectively, where i is the number of the part). The quality characteristics to be assessed are determined for each composite sample and the quality variations within strata including two increments are estimated.

The methods to be applied are illustrated by the following examples:

EXAMPLE 1

(number of increments per composite sample) $\times$ (number of composite samples per part) $\times$ (number of parts) = $3 \times 2 \times 10$

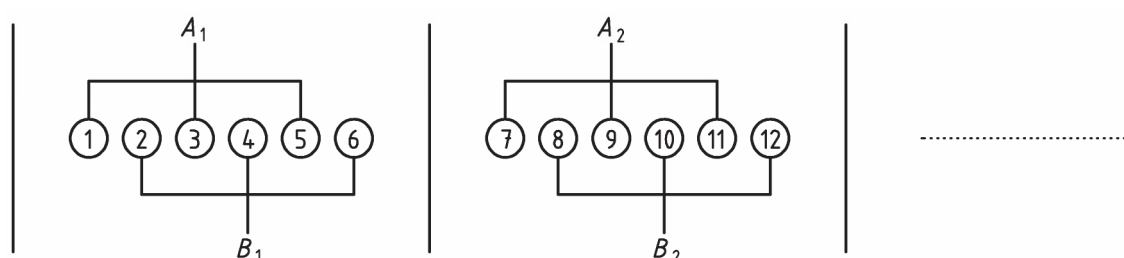


Figure 3 — Interpenetrating sampling

An example carried out on the total iron content is shown in Table 5. In this example, 60 increments are taken from the lot. No. 1, No. 3 and No. 5 increments are constituted into composite sample A_1 , and No. 2, No. 4 and No. 6 increments are constituted into composite sample B_1 . Thus, composite samples A_1 to A_{10} and B_1 to B_{10} are obtained and the total iron content is determined for each composite sample, after preparation of each separately. The range between a_i and b_i is denoted by R_i . From the average range of 0,23, the quality variation within strata including two increments (including also variance components of sample preparation and measurement) is estimated by the following formula:

$$\sigma_{\text{wst}}^2 = 3 \times \left(\frac{\bar{R}}{d_2} \right)^2 \quad (4)$$

where

d_2 is the factor to estimate variance from the range with normal distribution for paired data and equals 1,128;

3 is the number of increments in each composite sample.

Other examples of interpenetrating sampling are shown in C.7.

Tabelle 5 — Beispiel verschachtelter Probenahme

Gesamteisengehalt				
Teil Nr.	A	B	Mittelwert	Spannweite
1	65,37	64,36	64,865	1,01
2	64,82	64,82	64,82	0
3	64,81	65,10	64,955	0,29
4	64,96	65,06	65,01	0,10
5	65,23	65,20	65,215	0,03
6	65,34	65,22	65,28	0,12
7	65,54	65,80	65,67	0,26
8	65,41	65,34	65,375	0,07
9	65,16	65,22	65,19	0,06
10	65,34	65,69	65,515	0,35
Mittelwert			65,19	0,23
σ_{wst}				0,35
Verfahren: $3 \times 2 \times 10$ Stahlwerk G, 1985-05-19, Tonnage: 97 101 t				

7.4 Massenbasierte systematische Probenahme mit Einzelmessung der Einzelproben

An die Stelle der einfachen Zufallsprobenahme von Massengütern im Ruhezustand wird oft die systematische Probenahme von Einzelproben während des Transports von Massengütern gesetzt, da sich diese leichter durchführen und mechanisieren lässt. Dabei werden durch systematische Probenahme Einzelproben entnommen, aus den Einzelproben werden getrennt Messproben vorbereitet, und an jeder Messprobe wird ein Qualitätsmerkmal bestimmt. Die so ermittelten Daten werden nach dem Varianzdiagramm- oder Korrelationsdiagrammverfahren ausgewertet. Üblicherweise werden hierzu Daten verwendet, die durch massenbasierte systematische Probenahme gewonnen wurden.

Das Varianzdiagramm ist eine Auftragung der Varianz als Funktion des Abstands zwischen den Urdaten. Der Abstand zwischen direkt aufeinander folgenden Daten wird Versatz 1 genannt, der Abstand von einem Datenwert zum jeweils übernächsten Versatz 2, usw. Der Wert der Varianz $V_{\text{exp}}(t)$ entsprechend einem Versatz von k Einzelproben kann nach der folgenden Gleichung berechnet werden:

$$V_{\text{exp}}(t) = \frac{\sum_{i=1}^{n-k} (x_{i+k} - x_i)^2}{2(n-k)} \quad (5)$$

Dabei ist

- x_i der Wert des Qualitätsmerkmals für die Einzelprobe i ($i = 1, 2, \dots, n$);
- $(n - k)$ die Anzahl der Einzelprobenpaare, die um einen ganzzahligen Versatz k auseinander liegen;
- t der Wert des Versatzes zur Berechnung des Varianzdiagramms auf der Basis der Zeit oder der Masse.

Table 5 — An example of interpenetrating sampling

Total iron content				
No. of part	<i>A</i>	<i>B</i>	Average	Range
1	65,37	64,36	64,865	1,01
2	64,82	64,82	64,82	0
3	64,81	65,10	64,955	0,29
4	64,96	65,06	65,01	0,10
5	65,23	65,20	65,215	0,03
6	65,34	65,22	65,28	0,12
7	65,54	65,80	65,67	0,26
8	65,41	65,34	65,375	0,07
9	65,16	65,22	65,19	0,06
10	65,34	65,69	65,515	0,35
Average			65,19	0,23
σ_{wst}				0,35
Method: $3 \times 2 \times 10$ Steel mill G, 1985-05-19, Tonnage: 97 101 t				

7.4 Mass-basis systematic sampling with increment by increment measurement

Systematic sampling is frequently applied to take increments from bulk materials during transfer instead of simple random sampling from bulk materials in a stationary state because of it is easier to perform and to mechanize. Take increments by systematic sampling and prepare test samples from increments separately and then measure a quality characteristic on each test sample. Data obtained by this way are analysed by the variogram or correlogram method. Data obtained by systematic sampling in mass basis are usually used for this purpose.

The variogram is a plot of the variance as a function of the interval between original data. The distance between consecutive data is called lag one, that between every second data value is called lag two, etc. The value of the variance $V_{\text{exp}}(t)$ corresponding to a lag of k increments can be calculated from the following equation:

$$V_{\text{exp}}(t) = \frac{\sum_{i=1}^{n-k} (x_{i+k} - x_i)^2}{2(n-k)} \quad (5)$$

where

x_i is the value of the quality characteristic for increment i ($i = 1, 2, \dots, n$);

$(n - k)$ is the number of pairs of increments at integer lag k apart;

t lag value for calculating the variogram either on a time or mass basis.

Das Korrelationsdiagramm ist eine Auftragung des Korrelationskoeffizienten als Funktion des Abstands zwischen den Urdaten. Der Wert des Korrelationskoeffizienten $r_{\text{exp}}(t)$ entsprechend einem Versatz von k Einzelproben kann nach der folgenden Gleichung berechnet werden:

$$r_{\text{exp}}(t) = \frac{\sum_{i=1}^{n-k} (x_i - \bar{x}_i)(x_{i+k} - \bar{x}_{i+k})}{\sqrt{\sum_{i=1}^{n-k} (x_i - \bar{x}_i)^2 \sum_{i=1}^{n-k} (x_{i+k} - \bar{x}_{i+k})^2}} \quad (6)$$

Die Art und Weise, wie Varianzdiagramm und Korrelationsdiagramm für eine gegebene Datenreihe zueinander in Beziehung stehen, wird im Detail im Abschnitt C.3 beschrieben. Situationsabhängig werden das eine oder das andere Verfahren oder beide angewendet.

Die Probenahme aus Eisenerz an einem Austragepunkt wird üblicherweise durch ein mechanisches Gerät vorgenommen. Die Anzahl der Einzelproben wird dabei durch systematische Probenahme auf der Basis der Masse des Loses bestimmt, das in einem Materialstrom auf das Hauptförderband fällt, welches vom Behälter zur Halde führt.

Einzelproben zur Größenanalyse werden üblicherweise einzeln durch eine mechanische Siebanlage für stückige Eisenerze gesiebt. In letzter Zeit werden bei der Probenahme von Eisenerzen häufig auch Einzelproben zur Feuchtebestimmung, gegebenenfalls nach Probenvorbereitung, einzeln gemessen, um Feuchteverluste während der Lagerung auszuschließen.

Die Massen von Einzelproben, die durch zeitbasierte systematische Probenahme entnommen werden, sind proportional zum Materialdurchfluss, und die entsprechenden Losmassen sind nicht bekannt. Dementsprechend sollte bei der Messung eines Qualitätsmerkmals einer auf Zeitbasis entnommenen Einzelprobe nicht ein gleichmäßiger Durchfluss vorausgesetzt werden.

Auf diese Weise ergeben sich aus der Routinearbeit serielle Daten einschließlich durch die Probenvorbereitung verursachter Abweichungen und Messabweichungen. Die statistische Auswertung von seriellen Daten wird im Anhang C veranschaulicht.

Das Varianzdiagrammverfahren wurde in erster Linie zur Ermittlung der Varianzkomponenten der Probenahme für jede der Stichprobenanweisungen für mehrere unterschiedliche Probenahme-Intervalle entwickelt, z. B. bei Verdopplung des Probenahme-Intervalls. Der Wert des Varianzdiagramms bei Versatz 1 entspricht der Qualitätsschwankung innerhalb von Schichten, die bei verschachtelter Probenahme zwei benachbarte Einzelproben umfassen.

Jedoch wird das Varianzdiagrammverfahren neuerdings eher zur Darstellung besonderer Eigenschaften von seriellen Daten als zur direkten Schätzung der Varianzkomponenten der Probenahme angewendet.

8 Anpassung der Stichprobenanweisung im Hinblick auf eine gewünschte Präzision

Wo bei der Probenahme von Schüttgütern ein Los in u_{lot} Teillos aufgeteilt wird, n_{sub} Einzelproben aus jedem Teillos entnommen werden, für jedes Teillos eine Sammelprobe gebildet wird und n_{M} Mehrfachmessungen an jeder Sammelprobe durchgeführt werden, wird die Varianz des geschätzten Mittelwertes des bei dem Los beurteilten Qualitätsmerkmals durch Gleichung (3) ausgedrückt:

$$\sigma_{\text{E}}^2 = \frac{1}{u_{\text{lot}}} \left(\frac{\sigma_{\text{wst}}^2}{n_{\text{sub}}} + \sigma_{\text{P}}^2 + \frac{\sigma_{\text{M}}^2}{n_{\text{M}}} \right) \quad (3)$$

The correlogram is a plot of the coefficient of correlation as a function of the interval between original data. The value of the coefficient of correlation $r_{\text{exp}}(t)$ corresponding to a lag of k increments can be calculated from the following equation:

$$r_{\text{exp}}(t) = \frac{\sum_{i=1}^{n-k} (x_i - \bar{x}_i)(x_{i+k} - \bar{x}_{i+k})}{\sqrt{\sum_{i=1}^{n-k} (x_i - \bar{x}_i)^2 \sum_{i=1}^{n-k} (x_{i+k} - \bar{x}_{i+k})^2}} \quad (6)$$

The variogram and correlogram for a given series have a relationship to one other as described in detail in C.3. One of them or both are applied according to the situations.

Iron ore sampling at a discharging port is usually performed by mechanical equipment with the number of increments determined using systematic sampling on a mass basis with respect to the mass of the lot falling in a stream onto the main belt going from the vessel to a stockpile area.

Increment samples for size analysis are usually sieved increment by increment by a mechanical sieving system for lumpy iron ore. Recently in the sampling of iron ores, increment samples for moisture determination are often measured increment by increment, after preparation if necessary, to avoid moisture loss during storage.

Masses of increments taken by the systematic sampling on a time basis are proportional to the flow rate of the material and the corresponding masses of the lot cannot be known. Accordingly, a quality characteristic of an increment taken on a time basis should not be measured ensuring uniform flow rate.

Thus, serial data including sample preparation errors and measurement errors are provided from routine work. Statistical analysis of serial data is illustrated in Annex C.

The variogram method was primarily developed for obtaining the sampling variance components for each of the sampling plans for several different sampling intervals, e.g. with the sampling interval increased by a factor of two. The variogram value at lag one corresponds to the quality variation within strata including two neighbouring increments in interpenetrating sampling.

However, the variogram method has been used recently for the presentation of special features of serial data, rather than the direct estimation of the sampling variance components.

8 Adjusting the sampling plan to obtain desired precision

In sampling particulate materials, where a lot is subdivided into u_{lot} sub-lots, n_{sub} increments are taken from each sub-lot, a gross sample is constituted for each sub-lot and n_{M} replicate measurements are obtained on each gross sample, then the variance of estimate of average value of the quality characteristic assessed in the lot is expressed by Equation (3):

$$\sigma_{\text{E}}^2 = \frac{1}{u_{\text{lot}}} \left(\frac{\sigma_{\text{wst}}^2}{n_{\text{sub}}} + \sigma_{\text{P}}^2 + \frac{\sigma_{\text{M}}^2}{n_{\text{M}}} \right) \quad (3)$$

Hierbei ist σ_E^2 als die gewünschte Präzision gegeben. σ_{wst}^2 und σ_P^2 sind je nach dem zu beprobenden Material gegeben. σ_M^2 ist ebenfalls durch das Messverfahren gegeben, das für das jeweilige Qualitätsmerkmal anzuwenden ist. In den meisten Fällen ist jedoch σ_M^2 im Vergleich zu σ_{wst}^2 und σ_P^2 hinreichend klein. Entsprechend sollten bei der Probenahme von Schüttgütern in der Hauptsache die Parameter u_{lot} und n_{sub} angepasst werden.

Meist wird bei der Probenahme aus Flüssigkeiten die Varianzkomponente zwischen den aus der Sammelprobe hergestellten Messproben, σ_P^2 , als klein betrachtet, da sie sich allein durch Rühren der Sammelprobe ergibt. Entsprechend wird die Varianz des geschätzten Mittelwertes des bei dem Los beurteilten Qualitätsmerkmals durch Gleichung (7) ausgedrückt:

$$\sigma_E^2 = \frac{\sigma_{\text{wl}}^2}{n} + \frac{\sigma_M^2}{n_M} \quad (7)$$

Dabei ist

σ_{wl}^2 die Varianzkomponente zwischen den Einzelproben innerhalb des Loses;

n die Anzahl der Einzelproben, die dem Los entnommen werden.

In diesem Fall beschränkt sich die Anpassung auf n und n_M .

Wird jedoch das Los auf u_{lot} Behälter aufgeteilt, die jeweils gleiche Massen enthalten (Teillose), so wird die Varianz des geschätzten Mittelwertes des bei dem Los beurteilten Qualitätsmerkmals durch Gleichung (8) ausgedrückt:

$$\sigma_E^2 = \frac{1}{u_{\text{lot}}} \left(\frac{\sigma_{\text{wsl}}^2}{n_{\text{sub}}} + \frac{\sigma_M^2}{n_M} \right) \quad (8)$$

Dabei ist

σ_{wsl}^2 die Varianzkomponente zwischen den Einzelproben innerhalb des Behälters.

Bei der Probenahme aus Gasen wird die Ansammlung von Einzelproben angesichts der bestehenden Schwierigkeiten als nicht praktikabel betrachtet. Entsprechend wird die Varianz des geschätzten Mittelwertes des bei dem Los beurteilten Qualitätsmerkmals durch Gleichung (9) ausgedrückt:

$$\sigma_E^2 = \frac{1}{n} \left(\sigma_{\text{wl}}^2 + \frac{\sigma_M^2}{n_M} \right) \quad (9)$$

Dabei ist σ_{wl}^2 die Varianzkomponente zwischen den Einzelproben innerhalb des Loses.

In diesem Fall sind n und n_M anpassbar.