

DIN EN 1482-1



ICS 65.080

Entwurf

Einsprüche bis 2023-11-08
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 1482-1:2007-04

**Düngemittel, Kalkdünger und Inhibitoren –
Probenahme und Probenvorbereitung –
Teil 1: Allgemeine Festlegungen zur Probenahme;
Deutsche und Englische Fassung prEN 1482-1:2023**

Fertilizers, liming materials and inhibitors –
Sampling and sample preparation –
Part 1: General sampling provisions;
German and English version prEN 1482-1:2023

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2023-09-08 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nal@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL), 10772 Berlin oder Am DIN-Platz, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

Es wird gebeten, mit den Kommentaren zu diesem Entwurf jegliche relevanten Patentrechte, die bekannt sind, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 117 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 1482-1:2023) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 260 „Düngemittel und Kalkdünger“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 057-03-02 AA „Düngemittel“ im DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 3310-1 siehe DIN ISO 3310-1

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN EN 1482-1:2007-04 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Titel, Einleitung, Anwendungsbereich, normative Verweisungen, Begriffe und Definitionen aktualisiert;
- b) Anforderungen an die Probenahme für Detonationsuntersuchungen, Ölrückhaltung und andere Untersuchungen in 4.3.2 hinzugefügt;
- c) die Masse der finalen Probe in 4.3.4 präzisiert;
- d) 5.11 aktualisiert.

Nationaler Anhang NA
(informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 3310-1, *Analysensiebe — Technische Anforderungen und Prüfung — Teil 1: Analysensiebe mit Metlldrahtgewebe*

– *Entwurf* –

E DIN EN 1482-1:2023-10

– Leerseite –

September 2023

prEN 1482-1

**Düngemittel, Kalkdünger und Inhibitoren – Probenahme und Probenvorbereitung –
Teil 1: Allgemeine Festlegungen zur Probenahme**

Fertilizers, liming materials and inhibitors – Sampling and sample preparation – Part 1: General sampling provisions

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	8
2 Normative Verweisungen	8
3 Begriffe	8
4 Probenahmepläne und quantitative Angaben	10
4.1 Allgemeines	10
4.2 Probenahmepläne	10
4.2.1 Bestimmung der Anzahl der die beprobte Menge bildenden Auswahlseinheiten	10
4.2.2 Identifizierung der zu entnehmenden Auswahlseinheiten	11
4.2.3 Sammeln von Einzelproben	12
4.3 Quantitative Daten	12
4.3.1 Masse von Einzelproben	12
4.3.2 Masse von einzelnen Sammelproben/reduzierten Proben	12
4.3.3 Masse von mehrfachen Sammelproben	13
4.3.4 Masse der Endprobe	13
5 Verfahren zur Entnahme von Einzelproben	13
5.1 Allgemeines	13
5.2 Düngemittel als bewegtes Schüttgut auf einem Förderband – Verfahren durch Anhalten des Bandes	13
5.2.1 Allgemeines	13
5.2.2 Kurzbeschreibung	14
5.2.3 Geräte	14
5.2.4 Durchführung	14
5.3 Düngemittel als Schüttgut – Mechanische Probenahme während der Bewegung	15
5.3.1 Allgemeines	15
5.3.2 Durchführung	15
5.4 Düngemittel als Schüttgut – Manuelle Probenahme aus dem fallenden Strom	15
5.4.1 Kurzbeschreibung	15
5.4.2 Geräte	15
5.4.3 Durchführung	15
5.5 Feste Düngemittel als Schüttgut – Manuelles Probenahmeverfahren durch Bewegung des Schüttguts	16
5.5.1 Allgemeines	16
5.5.2 Durchführung	17
5.6 Feste Düngemittel in Packungen – Reduzierungsverfahren mit dem rotierenden mechanischen Probenteiler	17
5.6.1 Allgemeines	17
5.6.2 Kurzbeschreibung	17
5.6.3 Geräte	17
5.6.4 Durchführung	18
5.6.5 Vorsichtsmaßnahmen	19
5.7 Feste Düngemittel in Packungen – Reduzierverfahren mit dem Riffelprobenteiler	19
5.7.1 Allgemeines	19
5.7.2 Geräte	20
5.7.3 Durchführung	20
5.8 Probenahme von festen Düngemitteln in Packungen – Manuelles Verfahren	22
5.9 Probenahme aus Großpackmitteln (IBCs) durch kontrolliertes Ausfließen	22
5.9.1 Allgemeines	22
5.9.2 Kurzbeschreibung	23
5.9.3 Sicherheit	23

5.9.4	Geräte	23
5.9.5	Gewinnung von Einzelproben	25
5.9.6	Vorsichtsmaßnahmen	27
5.10	Probenahme aus Großpackmitteln (IBCs) – Manuelles Verfahren	27
5.10.1	Kurzbeschreibung	27
5.10.2	Durchführung	27
5.11	Probenahme von flüssigen Düngemitteln	27
5.11.1	Allgemeines	27
5.11.2	Geräte	27
5.11.3	Durchführung	28
6	Reduzierung der Sammelprobe	30
6.1	Allgemeines	30
6.2	Feste Düngemittel	30
6.2.1	Allgemeines	30
6.2.2	Durchführung	30
6.3	Flüssige Düngemittel	31
6.3.1	Geräte	31
6.3.2	Durchführung	31
7	Herstellung der Endprobe durch Teilung	31
8	Praktische Aufbewahrung von Endproben	31
8.1	Behälter	31
8.2	Versiegelung der Behälter	31
8.3	Beschriften von Endproben	32
8.4	Weitergabe der Endprobe	32
8.5	Lagerung der Endproben	32
9	Probenahmebericht	32
9.1	Allgemeines	32
9.2	Wesentliche Angaben	32
9.3	Zusätzliche Angaben	33
Anhang A	(normativ) Prüfung auf systematische Abweichungen bei mechanischen Probenehmern	34
A.1	Kurzbeschreibung	34
A.2	Geräte	34
A.3	Prüfbedingungen	34
A.4	Durchführung	34
A.4.1	Sammeln von Einzelproben	34
A.4.2	Probenvorbereitung	35
A.4.3	Analyse der Proben	35
A.5	Berechnung	35
A.5.1	Allgemeiner Fall, bei dem die durch die zwei Verfahren gewonnenen Einzelproben nicht vollständig miteinander übereinstimmen	35
A.5.2	Sonderfall, bei dem die mit Hilfe der beiden Verfahren genommenen Proben exakt einander entsprechen	36
A.6	Interpretation der Ergebnisse	36
Anhang B	(informativ) Beispiele für rotierende Probenteiler	37
Anhang C	(normativ) Prüfung auf systematische Abweichungen beim rotierenden Probenteiler	41
Anhang D	(informativ) Beispiele für Geräte zur Beprobung von flüssigen Düngemitteln	42
Anhang E	(normativ) Mischverfahren für flüssige Düngemittel	53
E.1	Allgemeines	53
E.2	Kleine Behälter	53
E.2.1	Schütteln von Hand	53
E.2.2	Schwenken	53
E.3	Tonnen und Fässer (bis etwa 1,8 m tief)	53
E.3.1	Hin- und Herschwenken	53
E.3.2	Hin- und Herrollen	53
E.3.3	Mechanisch angetriebener Fassschüttler oder -roller	53
E.3.4	Mechanisches Mischen	53
E.3.5	Mischen von Hand	55

E.3.6	Komprimiertes Gas	56
E.4	Flache Tanks	56
E.5	Tiefe Tanks	57
E.5.1	Allgemeines	57
E.5.2	Pumpzirkulation	57
E.5.3	Komprimiertes Gas	57
E.6	Vorsichtsmaßnahmen für die Probenahme von Mehrphasen-Flüssigkeiten einschließlich Schlämmen	57
E.7	Vorsichtsmaßnahmen für die Probenahme von Flüssigkeiten mit signifikantem Dampfdruck	58
E.7.1	Einleitung	58
E.7.2	Allgemeine Vorsichtsmaßnahmen	58
E.7.3	Druckverflüssigte Gase bei Umgebungstemperatur	58
E.8	Vorsichtsmaßnahmen gegen statische Elektrizität	58
E.8.1	Entstehung statischer Elektrizität	59
E.8.2	Entladung statischer Elektrizität	59
	Literaturhinweise	60

Bilder

Bild 1	Schematische Darstellung des Probenahmeprozesses für Feststoffe	7
Bild 2	Verfahren der Probenahme aus dem frei fallenden Strom	16
Bild 3	Beispiel für einen Strom-Probenahmebecher	16
Bild 4	Riffelprobenteiler	21
Bild 5	Beispiel für eine Schaufel	22
Bild 6	Durchflusskontrolltrichter (Draufsicht, Seitenansicht, Endansicht)	25
Bild 7	Typisches Probenahmeschema für einen befüllten zylindrischen Tank und einen teilweise befüllten ovalen Tank	29
Bild B.1	Beispiel 1	38
Bild B.2	Beispiel 2	39
Bild B.3	Beispiel 3	40
Bild D.1	Typisches Probenahmerohr mit Bodenventil — a) Typ A und b) Typ B	44
Bild D.2	Texas-Rohr	45
Bild D.3	Verschließbarer Kipptauchheber	47
Bild D.4	Typische Tauchgefäße	48
Bild D.5	Typisches Probenahmegerüst	49
Bild D.6	Typischer in einem Lagertank installierter Probenahmepunkt	50
Bild D.7	Rohrleitungssonden	51
Bild D.8	Typischer Umgehungsprobenehmer	52
Bild E.1	Typischer mechanischer Mischer mit befestigten Gliedern	54
Bild E.2	Typischer mechanischer Mischer	55
Bild E.3	Typischer Handmischer a)	56
Bild E.4	Typischer Handmischer b)	56

Tabellen

Tabelle 1	Mindestanzahl der Einzelpackungen, aus denen Einzelproben zu nehmen sind	11
Tabelle 2	Mindestanzahl der Auswahlinheiten, aus denen Einzelproben zu nehmen sind	11

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 1482-1:2023) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 260 „Düngemittel und Kalkdünger“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 1482-1:2007 ersetzen.

Im Vergleich zur vorherigen Ausgabe wurden die folgenden technischen Änderungen vorgenommen:

- Titel, Einleitung, Anwendungsbereich, normative Verweisungen, Begriffe wurden aktualisiert;
- in 4.3.2 wurden Anforderungen an die Probenahme zur Prüfung der Detonationsfestigkeit, Ölretention und anderen Prüfungen hinzugefügt;
- die Masse der Endprobe in 4.3.4 wurde festgelegt;
- 5.11 wurde aktualisiert;

EN 1482 „Düngemittel, Kalkdünger und Inhibitoren — Probenahme und Probenvorbereitung“ besteht aus vier Teilen:

- *Teil 1: Allgemeine Festlegungen zur Probenahme;*
- *Teil 2: Allgemeine Festlegungen zur Probenvorbereitung;*
- *Teil 3: Probenahme aus statischen Haufwerken;*
- *Teil 4: Probenahme für das Vorkommen von Mikroorganismen.*

Dieses Dokument wurde im Rahmen eines Normungsauftrages erarbeitet, den die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelsassoziation CEN erteilt haben.

Einleitung

Dieses Dokument (prEN 1482-1) beinhaltet die folgenden Aspekte der Probenahme, die sich aus den angegebenen Internationalen Normen und Dokumenten ableiten, jedoch in einer vereinfachten und zusammengefassten Form wiedergegeben worden sind. Die Titel der Internationalen Normen sind in den Literaturhinweisen aufgeführt.

- Probenahmepläne und quantitative Daten: ISO 8634, ISO/TR 5307, ISO/TR 7553 und Verordnung (EU) Nr. 2019/1009,
- Probenahmeverfahren: ISO 3963,
- Reduzierung: ISO 7410, ISO 7742, ISO 8358,
- Probenahmeberichte: ISO 5306.

prEN 1482-2 beinhaltet die allgemeinen Verfahren zur Reduzierung und Vorbereitung von Proben anorganischer Düngemittel, Kalkdünger und Hemmstoffen für die Analyse. prEN 1482-3 beinhaltet die Probenahme bestimmter, in einem statischen Haufwerk gelagerter Düngemittel. prEN 1482-4 beinhaltet die Probenahme bestimmter Düngemittel, die auf Vorhandensein von regulierten Mikroben getestet werden sollen. Es wird untersucht, ob diese Norm für organische und organisch-mineralische Düngemittel gilt.

Bild 1 zeigt eine schematische Darstellung der Probenahme- und Probenvorbereitungsprozesse für Feststoffe.

Ein wesentlicher Grundsatz der repräsentativen Probenahme besteht darin, dass jedes Teilchen die gleiche Chance hat, ausgewählt oder zurückgewiesen zu werden. In einigen Fällen kann dieser Grundsatz nicht ohne weiteres erfüllt werden, insbesondere im Falle von Schüttguthaufen fester Düngemittel, die nicht in prEN 1482-3 festgelegt sind, oder großen Lagertanks für flüssige Düngemittel, da der größte Teil des Materials von keiner Probenahmeverrichtung erreicht werden kann. In diesen Fällen sollten die Düngemittel oder Hemmstoffe bei der Umlagerung, beim Aufschütten der Haufen, bei der Befüllung der Lagertanks oder beim Versand beprobt werden. Oder das Material wird extra für die Probenahme bewegt.

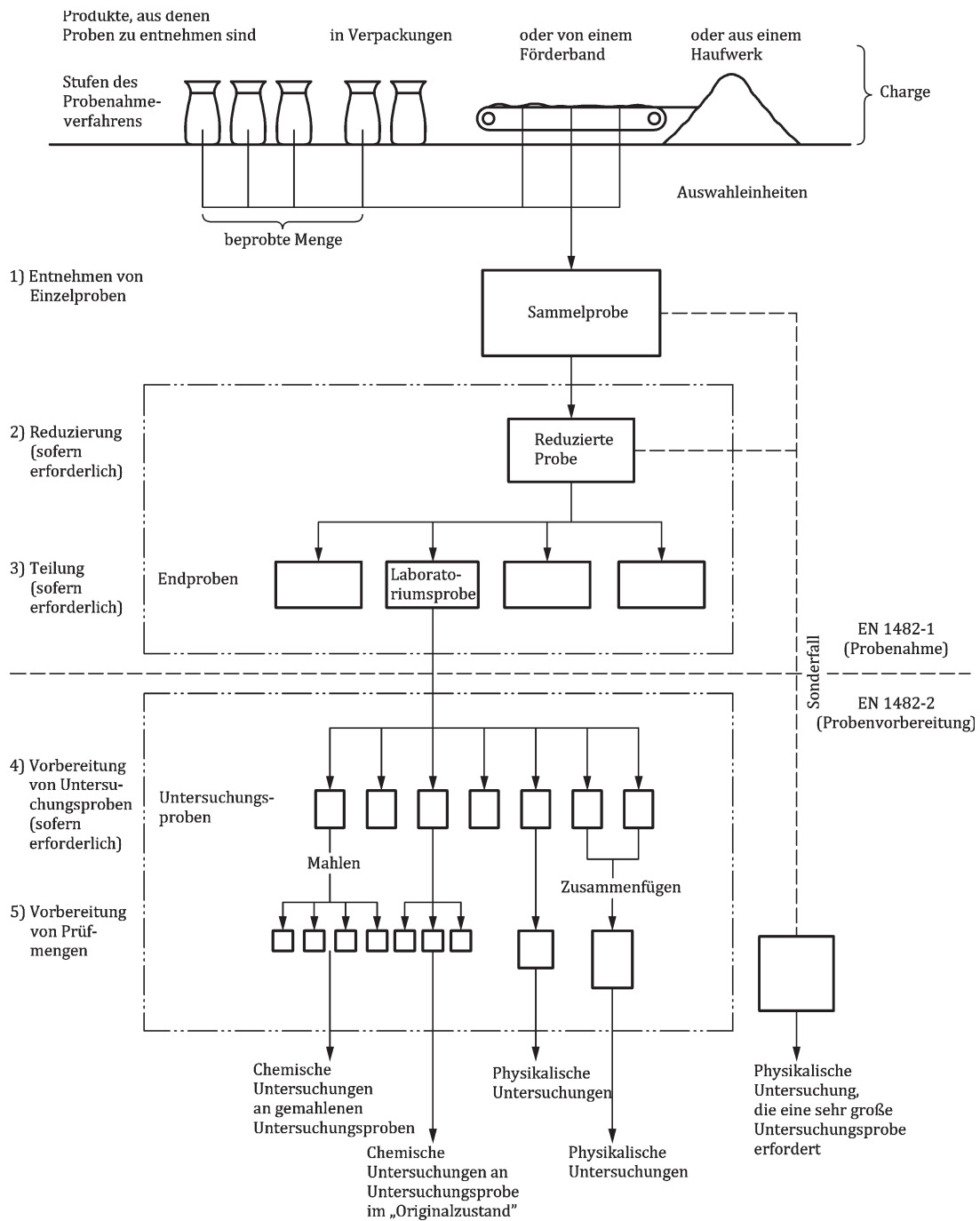


Bild 1 — Schematische Darstellung des Probenahmeprozesses für Feststoffe

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt Probenahmepläne und Verfahren für die repräsentative Probenahme von mineralischen Düngemitteln, Kalkdünger und Inhibitoren für physikalische und chemische Prüfverfahren aus Verpackungen und Behältern bis einschließlich 1 000 kg Inhalt in flüssiger und fester Form, fest. Für Schüttgut deckt dieses Dokument nur Probenahmen von Produkten in Bewegung ab.

ANMERKUNG 1 Die Probenahme von Schüttguthaufen bestimmter Düngemittel wird in prEN 1482-3 behandelt. Die Probenahme für den Nachweis des Vorhandenseins von Mikroben wird in prEN 1482-4 behandelt.

ANMERKUNG 2 Der Begriff Produkt wird durchgängig in diesem Dokument verwendet und schließt, wenn nicht anders angegeben, mineralische Düngemittel, Kalkdünger und Hemmstoffe ein.

Es ist anwendbar auf die Probenahme aus Losen von Düngemitteln, Kalkdünger und Hemmstoffen für den Weiterverkauf oder die Vorbereitung für den Weiterverkauf an Dritte als solche oder in kleineren Chargen, die der lokalen, nationalen oder regionalen Gesetzgebung unterliegen.

Dieses Dokument enthält keine vollständigen statistischen Probenahmepläne.

Dieses Dokument ist auch für Mischungen von Produkten anwendbar, in denen mineralische Düngemittel, Kalkdünger oder Hemmstoffe der quantitative Hauptbestandteil der Mischung sind. Wenn mineralische Düngemittel, Kalkdünger und Hemmstoffe nicht den Hauptbestandteil der Mischung ausmachen, ist die für den Hauptbestandteil geltende Europäische Norm anwendbar. Falls eine Düngemittelmischung aus Bestandteilen gleicher Menge besteht, entscheidet der Anwender, welche Norm angewendet wird. Es ist besonders darauf zu achten, dass die Mischung während der Probenahme homogen und gut vermischt ist und bleibt.

ANMERKUNG 3 Es liegt jedoch in der Verantwortung der Hersteller, Importeure und Verkäufer sicherzustellen, dass sie ein Produkt bereitstellen, das zum Zeitpunkt der Lieferung mit den Angaben auf dem Etikett übereinstimmt, und die Erwartungen des Endnutzers zum Zeitpunkt der Anwendung erfüllt.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

EN 1235, *Feste Düngemittel — Siebanalyse (ISO 8397:1988 modifiziert)*

ISO 2602, *Statistical interpretation of test results — Estimation of the mean — Confidence interval*

ISO 3310-1, *Test sieves — Technical requirements and testing — Part 1: Test sieves of metal wire cloth*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- IEC Electropedia: verfügbar unter <https://www.electropedia.org/>
- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>

3.1

Charge

Gesamtmenge eines vorliegenden Materials, von dem vorausgesetzt wird, dass es gleiche Eigenschaften aufweist

Anmerkung 1 zum Begriff: Eine Charge wird durch denselben Prozess, zur selben Zeit, unter denselben Bedingungen hergestellt und auf dieselbe Weise gekennzeichnet und es wird angenommen wird, dass sie bei einer Beprobung nach einem bestimmten Probenahmeplan gleiche Eigenschaften aufweist.

3.2

beprobte Menge

im Zusammenhang mit der Probenahme für chemische und physikalische Prüfungen, aus derselben Charge stammende Materialmenge, aus der eine repräsentative Sammelprobe entnommen wird

Anmerkung 1 zum Begriff: In einigen Fällen stimmen die Charge und die beprobte Menge überein.

3.3

Auswahleinheit

definierte, begrenzte Menge eines Materials, wobei die Begrenzung physisch oder hypothetisch sein kann

Anmerkung 1 zum Begriff: Ein Beispiel für eine physische Begrenzung ist ein Behälter. Ein Beispiel für eine hypothetische Begrenzung ist ein Zeitabschnitt im Falle eines Materialstromes.

3.4

Einzelprobe

Menge eines Materials, das einem Probenahmepunkt entnommen wurde

3.5

Sammelprobe

Gesamtmenge aller Einzelproben aus einer beprobten Menge

3.6

Reduzierung

Vorgang des Erzeugens einer repräsentativen kleineren Menge eines Materials aus einer größeren Menge, wobei der Rest verworfen wird

3.7

reduzierte Probe

repräsentativer Teil einer Sammelprobe, der in einem Reduzierungsverfahren so gewonnen wurde, dass dessen Menge mindestens der Menge der erforderlichen Endproben entspricht

3.8

Teilung

Vorgang, bei dem eine Anzahl repräsentativer kleinerer Anteile von etwa der gleichen Masse aus einer größeren Masse entsteht

3.9

Endprobe

im Zusammenhang mit chemischen und physikalischen Prüfungen, repräsentativer Teil der Sammelprobe, die aus der – bei Bedarf durch Reduzierung erhaltenen – beprobten Menge entnommen wurde

3.10

Lieferung

Menge eines gleichzeitig gelieferten Materials

3.11

Laboratoriumsprobe

im Zusammenhang mit chemischen und physikalischen Prüfungen, Endprobe, die für die Untersuchung im Laboratorium vorgesehen ist

3.12

Ammoniumnitratdüngemittel mit hohem Stickstoffgehalt

festes mineralisches Einnährstoff- oder Mehrnährstoff-Makronährstoff-Düngemittel auf Ammoniumnitratbasis und mit einem Stickstoffgehalt (N) von mindestens 28 % Massenanteil als Folge von Ammoniumnitrat

4 Probenahmepläne und quantitative Angaben

4.1 Allgemeines

Bei der ordnungsgemäßen Probenahme handelt es sich um einen schwierigen Vorgang, der große Sorgfalt erfordert. Die Forderung, eine vollständig repräsentative Probe sowohl für die chemische als auch für die physikalische Prüfung von Düngemitteln zu erhalten, kann nicht genug betont werden. Um einen Bereich von Düngemittelmengen abzudecken, sind Probenahmepläne aufgestellt worden, welche die Grundlage von Internationalen Normen bilden (siehe Literaturhinweise).

Die in diesem Dokument enthaltenen Probenahmepläne basieren nicht auf strengen statistischen Grundsätzen, jedoch müssen die nach dem in diesem Abschnitt beschriebenen Verfahren erhaltenen Proben als repräsentativ für die ursprüngliche Charge bzw. die beprobte Menge angesehen werden.

In diesem Abschnitt werden Probenahmepläne zur Bewertung von Lieferungen von Düngemitteln sowie gesetzliche Kontrollpläne, die unter bestimmten Umständen einzuhalten sind, festgelegt.

Für gesetzliche Kontrollen und zur einfachen handelsmäßigen Bewertung einer kleinen Düngemittelmenge gilt eine Endprobe als ausreichend, jedoch darf diese nachfolgend in eine Anzahl identischer Proben geteilt werden.

Zur Bewertung einer zum Weiterverkauf in kleineren Chargen bestimmten Großlieferung ist eine Anzahl von Proben erforderlich, die die Teile der Lieferung repräsentieren, so dass Schwankungen innerhalb der Charge eingeschätzt werden können.

So sollte z. B. eine Lieferung von 5 000 t mindestens wie fünf Lieferungen mit jeweils 1 000 t behandelt werden. Es sollten dann fünf einzelne Proben genommen und vorbereitet werden. Die Bestimmung in diesem Dokument basiert auf der einfachen Beziehung zwischen der zu beprobenden Menge und der kleinsten Anzahl von zu nehmenden Einzelproben.

Die anzuwendenden Probenahmeverfahren sind im Abschnitt 5 beschrieben.

4.2 Probenahmepläne

4.2.1 Bestimmung der Anzahl der die beprobte Menge bildenden Auswahleinheiten

4.2.1.1 Allgemeines

Die Anzahl der Auswahleinheiten, aus denen Einzelproben zu nehmen sind, wird von der Chargengröße bestimmt.

4.2.1.2 Produkte in Packungen oder Behältern

Im Falle von Produkten in Packungen oder Behältern besteht die Auswahleinheit aus einer Packung, und der Mindestanzahl der Packungen, aus denen Einzelproben zu entnehmen sind, sollte mit Tabelle 1 übereinstimmen. In diesem Zusammenhang wird üblicherweise davon ausgegangen, dass eine Packung nicht mehr als 50 kg enthält. Größere Behälter, wie Großpackmittel (IBCs), sollten nach der Vorgehensweise in 5.9 oder 5.10

beprobte werden. Für Packungen, die weniger als 1 kg wiegen, kann es erforderlich sein, die Anzahl zu erhöhen, um eine ausreichend große Sammelprobe zu erhalten.

Tabelle 1 — Mindestanzahl der Einzelpackungen, aus denen Einzelproben zu nehmen sind

Größe der Charge	Kleinste Anzahl der Auswahlseinheiten
4 oder weniger Packungen	Alle Packungen
Mehr als 4 und bis zu 10 Packungen	4
Mehr als 10 und bis zu 400 Packungen	Die nächste ganze Zahl über der Quadratwurzel der vorhandenen Anzahl von Packungen
Mehr als 400 Packungen	20

4.2.1.3 Schüttgut

Bei Schüttgut wird die Mindestanzahl der Auswahlseinheiten, aus denen Einzelproben genommen werden sollten, von der vorhandenen Gesamtmasse bestimmt. Die Mindestanzahl der zu entnehmenden Auswahlseinheiten sollte mit Tabelle 2 übereinstimmen.

Tabelle 2 — Mindestanzahl der Auswahlseinheiten, aus denen Einzelproben zu nehmen sind

Größe der Charge	Mindestanzahl der Auswahlseinheiten
25 t oder weniger	10
Mehr als 25 t und bis zu 400 t	Die nächste ganze Zahl über der Quadratwurzel aus dem 4fachen der Anzahl der vorhandenen Tonnen.
Mehr als 400 t	40

4.2.2 Identifizierung der zu entnehmenden Auswahlseinheiten

4.2.2.1 Feste und flüssige Düngemittel in Packungen oder Behältern

Die Packungen der Charge oder der beprobten Menge werden nacheinander identifiziert, und unter Verwendung eines Zufallszahlensystems werden diejenigen Packungen ausgewählt und gekennzeichnet, aus denen Einzelproben zu entnehmen sind.

4.2.2.2 Schüttgut und lose flüssige Düngemittel in Bewegung

Erfolgt das Bewegen in Verbindung zum Be- oder Entladen mit Hilfe einer Greifervorrichtung, wie eines Krans oder eines automatischen Schaufelladers, so entspricht die Auswahlseinheit der Materialmenge eines Greifers. Erfolgt das Bewegen im kontinuierlichen Betrieb, wie auf einem Förderband oder durch eine Rohrleitung, wird jede Auswahlseinheit aus einer Masse von nicht mehr als 5 t gebildet.

Die Anzahl der vorhandenen Auswahlseinheiten ist aus der Gesamtmasse zu berechnen. Unter Verwendung einer Tabelle von Zufallszahlen sind die Auswahlseinheiten auszuwählen, aus denen während des Bewegens die Einzelproben zu entnehmen sind. Die Auswahlseinheiten sind in chronologischer Folge nach ihrer Bildung zu nummerieren.

Es ist die Zeit zu schätzen, die das Material benötigt, um den Probenahmepunkt zu passieren. Diese Zeit wird in gleiche Zeitintervalle aufgeteilt, so dass die Anzahl der Intervalle mindestens der doppelten Mindestanzahl an Auswahlseinheiten, die nach Tabelle 2 zu beproben sind, entspricht und so dass jede Auswahlseinheit nicht größer als 5 t ist. Die Zeitintervalle entsprechen den Auswahlseinheiten. Aus diesen Auswahlseinheiten wird zufällig eine Anzahl ausgewählt, aus der Einzelproben zu entnehmen sind. Innerhalb jeder der ausgewählten Auswahlseinheiten ist zufällig eine Zeit auszuwählen, zu der die Einzelprobe zu entnehmen ist.

Da die Geschwindigkeit des Förderbandes oder die Durchflussgeschwindigkeit in der Rohrleitung etwas variiert und die Mengenverteilung auf dem Band ungleichmäßig ist, empfiehlt es sich, die Auswahl der Anzahl der Auswahlseinheiten mindestens um 10 % höher zu veranschlagen als das in Tabelle 2 angegebene Minimum.

Automatische mechanische Probennehmer arbeiten üblicherweise in festgelegten Zeitabständen. In diesem Fall werden die Einzelproben über die gesamte Zeitspanne gesammelt und können nicht als zufällig genommen betrachtet werden. Für formelle Zwecke der Probenahme muss der mechanische Probennehmer auf zufällig ausgewählte Zeitintervalle eingestellt sein.

4.2.3 Sammeln von Einzelproben

4.2.3.1 Allgemeines

Alle Einzelproben müssen annähernd die gleiche Masse bzw. das gleiche Volumen aufweisen.

4.2.3.2 Feste Düngemittel in Packungen oder Behältern bis einschließlich 50 kg

Unter Verwendung eines Probenteilers (5.6 oder 5.7) oder manuell nach 5.8 ist eine Einzelprobe aus jeder der ausgewählten Packungen (Auswahlseinheiten 4.2.2.1) zu entnehmen.

4.2.3.3 Produkte in Großpackmitteln

Die relevante Anzahl an Einzelproben ist unter Anwendung der in 5.9 und/oder 5.10 angegebenen Verfahren zu entnehmen.

4.2.3.4 Feste Düngemittel als Schüttgut

Die relevante Anzahl an Einzelproben ist unter Anwendung eines der in 5.2 bis 5.5 angegebenen Verfahren zu entnehmen.

4.2.3.5 Flüssige Düngemittel

Es ist das jeweils geeignete in 5.11 beschriebene Verfahren anzuwenden.

4.3 Quantitative Daten

4.3.1 Masse von Einzelproben

Üblicherweise sollten sämtliche Einzelproben jeweils eine Masse von mindestens 250 g aufweisen. Für Misch- und Kalkdünger gröber als 80 %, die 0,315 mm passieren, sollte die Mindestmasse jeder Einzelprobe 500 g betragen. Bei Packungen mit einer Masse von 4 kg oder weniger wird der gesamte Inhalt als Einzelprobe genommen.

4.3.2 Masse von einzelnen Sammelproben/reduzierten Proben

Alle gesammelten Einzelproben sind zu vereinigen und gründlich zu mischen. Falls erforderlich, ist die Sammelprobe zu reduzieren, wie in Abschnitt 6 beschrieben, so dass die Endmasse für chemische Untersuchungen mindestens 2 kg und für physikalische Untersuchungen mindestens das 4fache der für das jeweilige physikalische Prüfverfahren notwendigen Menge beträgt.

Bei der Probenahme von Ammoniumnitratdüngemitteln mit hohem Stickstoffgehalt für die Prüfung der Detonationsfestigkeit muss die Menge 75 kg betragen.

Bei der Probenahme von Ammoniumnitratdüngemitteln mit hohem Stickstoffgehalt für die Prüfung des Ölreentionsvermögens und andere Prüfungen muss die Menge 4 kg betragen.

4.3.3 Masse von mehrfachen Sammelproben

Vor der Reduzierung zur Endprobe sind alle gesammelten Einzelproben zur Herstellung einer Probe zusammenzugeben und gründlich zu mischen. Jede Probe muss mindestens über eine Endmasse verfügen, die dem 4fachen der größten zur Prüfung geforderten Masse entspricht. Dieser Ablauf ist mit jeder Probe zu wiederholen.

4.3.4 Masse der Endprobe

Die Masse jeder Endprobe für chemische Untersuchungen muss mindestens 500 g betragen. Für chemische Untersuchungen hängt die Masse von dem/den auszuführenden Test(s) ab.

Endproben von Ammoniumnitratdüngemitteln mit hohem Stickstoffgehalt für die Prüfung müssen folgende Größen haben:

- a) für die chemische Analyse zur Überprüfung des deklarierten Gehalts 500 g;
- b) für die Prüfung der Porosität (Ölretentionsvermögen) mindestens 1 kg;
- c) für die Prüfung der Detonationsfestigkeit 25 kg.

Endproben von Ammoniumnitratdüngemitteln mit hohem Stickstoffgehalt müssen bei einer Temperatur zwischen 0 °C und 25 °C aufbewahrt werden.

5 Verfahren zur Entnahme von Einzelproben

5.1 Allgemeines

Packungen mit einer Masse bis einschließlich 50 kg dürfen durch ein Reduzierungsverfahren (siehe 5.6) beprobt werden, beginnend mit dem Gesamtinhalt der Packung, oder aus ausgewählten Packungen unter Verwendung von Probenstechern, Letzteres jedoch nur, wenn es sich bei dem Produkt um eine einheitliche oder einzelne Chemikalie (wie Harnstoff, Ammoniumnitrat oder Ammoniumsulfat) handelt und wenn die Probenahme ausschließlich für chemische Analysen vorgesehen ist. Großpackmittel werden am besten mit dem in 5.9 angegebenen Verfahren beprobt. Alle Packungen und IBCs dürfen auch nach dem in 5.8 angegebenen Verfahren durch Entleerung ihres Inhalts beprobt werden.

Sofern mechanische Probenahmeverrichtungen in einem Umschlagsystem installiert sind, können sie zum Sammeln von Einzelproben verwendet werden, vorausgesetzt, sie wurden dahingehend überprüft, dass keine systematischen Abweichungen (siehe Anhang A) auftreten, und der Zeitablauf der Entnahme der Einzelproben manuell gesteuert werden kann.

Die Probenahmegeräte müssen sauber, trocken und inert sein (d. h. aus Werkstoffen bestehen, die keinen Einfluss auf die Eigenschaften der zu beprobenden Düngemittel ausüben).

Alle Probenahmevergänge sollten auf solche Art und Weise durchgeführt werden, dass Veränderungen der Eigenschaften der Proben, z. B. des Feuchtegehaltes, so gering wie möglich gehalten werden.

5.2 Düngemittel als bewegtes Schüttgut auf einem Förderband – Verfahren durch Anhalten des Bandes

5.2.1 Allgemeines

Die Probe wird von einer Fördereinrichtung durch Anhalten des Bandes genommen.

Das Entnehmen einer repräsentativen Probe aus einer Ladung von Düngemitteln von einem Förderband durch Anhalten des Bandes ist zeitaufwändig und unterbricht in beträchtlichem Maße den Prozess der Be- und Ent-

ladung. Dieses Verfahren sollte demzufolge nur angewendet werden, wenn kein anderes zweckmäßiges Verfahren verfügbar ist.

ANMERKUNG Dieses Verfahren wird auch als Referenzverfahren zur Überprüfung der Genauigkeit anderer Techniken oder Geräte angesehen.

WARNUNG — Dieses Probenahmeverfahren schließt den Kontakt mit Maschinenteilen ein, die üblicherweise in Bewegung sind. Es ist wichtig, dass Sicherheitsvorkehrungen getroffen werden, so dass es nicht möglich ist, den Förderer in Betrieb zu nehmen, während die Einzelproben entnommen werden. Ein Not-Ein-/Ausschalter sollte am Ort der Probenahme angebracht sein.

Der Probenehmer muss in der Lage sein, den gesamten Querschnitt des Förderbandes ohne übermäßige körperliche Anstrengung zu erreichen. Der Ort der Probenahme sollte, z. B. durch Verwenden einer geeigneten Plattform, so sicher und bequem wie möglich sein.

5.2.2 Kurzbeschreibung

Das Förderband, welches das Düngemittel transportiert, wird angehalten. Es werden zwei parallel zueinander stehende feste Platten im rechten Winkel zum Düngemittelstrom und zur Achse des Förderbandes in den Düngemittelstrom eingebracht. Das Material zwischen den Platten wird als eine Einzelprobe entnommen.

5.2.3 Geräte

Es werden zwei parallel zueinander stehende feste Platten, geformt nach den Merkmalen der Mulde des Förderbandes, ausreichend lang, um an den Seiten des Gurtes 500 mm überzustehen, und ausreichend breit, um an der Oberkante mindestens 50 mm über dem höchsten Punkt des sich auf dem Förderband befindenden Düngemittels hinauszuragen, verwendet. Es sollte ein Metallrahmen hergestellt werden, der die Platten trägt. Dieser Rahmen kann dann in einem einzigen Arbeitsgang über dem Förderband angeordnet werden. Sollte ein Rahmen nicht möglich sein, so sollten zwei Markierungen an der tragenden Struktur an jeder Seite des Gurtes angebracht werden, damit die Platten jedes Mal an den gleichen Stellen eingeführt werden können.

5.2.4 Durchführung

Das Förderband wird zu den nach 4.2.2.2 ausgewählten Zeiten gestoppt. Sobald das Förderband zum Stillstand gekommen ist, sind die beiden festen Platten parallel in einem ausreichenden Abstand voneinander einzubringen, so dass eine Einzelprobe von mindestens 1 kg Masse wie folgt erhalten wird:

- a) bei einem horizontalen Förderband sind die Platten vertikal abwärts in den Düngemittelstrom einzubringen;
- b) bei einem schräg angeordneten Förderband sind die Platten schnell im rechten Winkel derart einzubringen, dass jegliches Rückfließen vermieden wird.

Jede das Einbringen der Platten behindernde Düngemittelmenge ist wie folgt wegzuschieben:

- c) bei der Platte in Förderrichtung in die Probe;
- d) bei der Platte gegen die Förderrichtung aus der Probe heraus.

So schnell wie möglich ist das gesamte sich zwischen den beiden festen parallelen Platten befindliche Material in einen geeigneten geschlossenen Behälter zu geben.

Die Platten sind zu entfernen, und es ist sicherzustellen, dass auf dem Förderband nichts zurückgeblieben ist, was im weiteren Verlauf einen Schaden verursachen könnte. Das Förderband ist wieder in Betrieb zu nehmen.

Dieser Ablauf ist für jede Einzelprobe zu wiederholen.

5.3 Düngemittel als Schüttgut – Mechanische Probenahme während der Bewegung

5.3.1 Allgemeines

In einem Düngemittelumschlagsystem installierte mechanische Probenahmeverrichtungen sind ein geeignetes Mittel zum Sammeln von Proben, vorausgesetzt, der Zeitablauf der Entnahme der Einzelproben kann gesteuert überwacht werden, um das Zufallsprinzip bei der Zeitauswahl sicherzustellen. Zahlreiche verschiedene Typen stehen zur Verfügung, und dieses Dokument stellt keinen besonderen Typ gegenüber dem einen oder anderen heraus. Sie können alle geeignet sein, sofern nachgewiesen ist, dass sie ohne systematische Abweichung arbeiten. Bevor mit der Vorrichtung irgendwelche Proben für Kontrollzwecke genommen werden, sollte sie unter Anwendung des im Anhang A angegebenen Verfahrens zur Überprüfung der systematischen Abweichung geprüft werden.

Das im Anhang A angegebene Verfahren zur Überprüfung der systematischen Abweichung ist anwendbar auf jede mechanische Probenahmeverrichtung, die an einer beliebigen Stelle in einem Massengutumschlagsystem installiert ist, unter der Voraussetzung, dass das Düngemittel entweder vor oder nach der Vorrichtung ein Förderband durchläuft oder dass es anschließend in Säcke abgefüllt wird, so dass eine repräsentative Proben-sammlung erfolgen kann.

Die mechanische Probenahmeverrichtung kann für die Sammlung von Proben sowohl für chemische Analysen als auch für physikalische Prüfungen eingesetzt werden.

5.3.2 Durchführung

Die Entnahme der Einzelproben hat unter Anwendung der mechanischen Probenahmeverrichtung zu den nach 4.2.2.2 ausgewählten Zeiten zu erfolgen.

5.4 Düngemittel als Schüttgut – Manuelle Probenahme aus dem fallenden Strom

WARNUNG — Die manuelle Probenahme von bewegtem Schüttgut sollte nur dann durchgeführt werden, wenn die Arbeiten ohne Gefahr ausgeführt werden können.

5.4.1 Kurzbeschreibung

Repräsentative Einzelproben werden mit Hilfe zufällig angesetzter Schnitte durch den Düngemittelstrom genommen.

5.4.2 Geräte

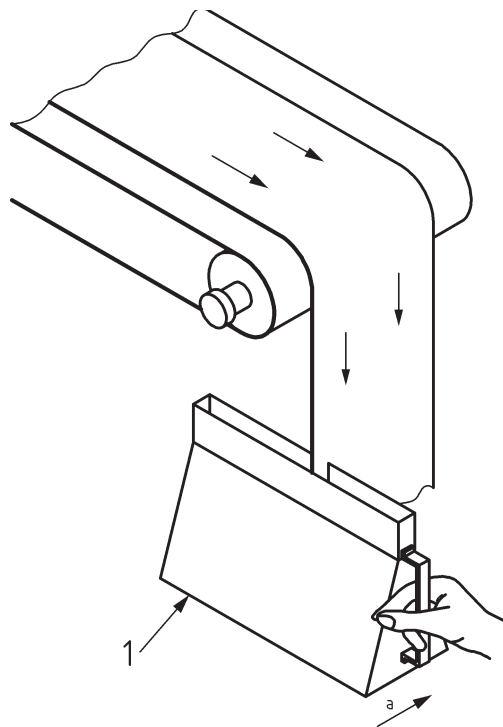
Zur Beprobung eines wie in Bild 2 gezeigten frei fallenden Düngemittelstromes muss ein Probenahmebecher nach Bild 3 verwendet werden. Der Becher sollte mindestens dreimal so lang sein, wie der fallende Strom, aus dem die Proben zu nehmen sind, breit ist, und die Becheröffnung muss scharfkantig sein, um einen sauberen Schnitt sicherzustellen. Das Aufnahmevermögen sollte mindestens 500 g und maximal 5 kg betragen. Die Breite der aktiven Becheröffnung muss mindestens dem dreifachen maximalen Partikeldurchmesser des zu beprobenden Produktes entsprechen.

5.4.3 Durchführung

Die Probenahme erfolgt aus dem frei fallenden Düngemittel, indem der Probenahmebecher so geführt wird, dass er waagrecht durch den fallenden Materialstrom geht. Es ist sicherzustellen, dass der Probenahmebecher durch die gesamte Breite des Stromes (siehe Bild 2) geführt wird. Es ist sicherzustellen, dass sich der Probenahmebecher bei Nichtbenutzung nicht im Strom befindet.

Der Becher ist im Verlauf zufällig gewählter Zeiten in jeder Probeneinheit in Übereinstimmung mit 4.2.2.2 während des Transportvorganges durch den Strom zu führen. Es ist sicherzustellen, dass die Durchläufe bei gleich bleibender Geschwindigkeit ausgeführt werden, so dass der Becher jedes Mal etwa bis zur Hälfte gefüllt wird.

Der Becherinhalt aus jedem Durchlauf ist in einen geeigneten geschlossenen Behälter zu entleeren.



Legende

- 1 Probenahmebecher
- a Bewegungsrichtung des Probenahmebeckers

Bild 2 — Verfahren der Probenahme aus dem frei fallenden Strom

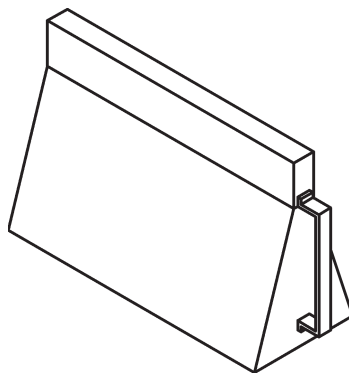


Bild 3 — Beispiel für einen Strom-Probenahmebecher

5.5 Feste Düngemittel als Schüttgut – Manuelles Probenahmeverfahren durch Bewegung des Schüttguts

5.5.1 Allgemeines

Wenn sich das zu beprobende Düngemittel als Schüttgut auf einem ruhenden Haufwerk befindet und in absehbarer Zeit nicht bewegt wird und wenn es auch mit den anderen oben beschriebenen Verfahren nicht repräsentativ beprobt werden kann, und es sich nicht um ein geeignetes und in prEN 1482-3 festgelegtes Produkt handelt, dann macht es sich erforderlich, dass das Haufwerk durch den Probenahmebeauftragten bewegt wird.

Dem kann entsprochen werden, indem das Düngemittel mit einer mechanischen Schaufel entweder in einen Trichter mit kontrollierbarem Bodenauslass und ausreichendem Füllvolumen zur Aufnahme von mindestens einer kompletten Schaufelfüllung der mechanischen Schaufel oder auf ein Förderband bewegt wird.

5.5.2 Durchführung

Die individuellen Schaufelinhalte werden als Auswahlseinheiten genommen. Die zu beprobenden Einheiten sind nach dem Zufallsprinzip auszuwählen. Die Einzelproben aus jeder gewählten Auswahlseinheit sind nach einem der beiden folgenden Verfahren zu nehmen:

- a) Passieren eines Trichters. Es ist die Zeit zu berechnen, die die gewählte Auswahlseinheit benötigt, um den Trichter zu passieren. Das Düngemittel ist in den Trichter zu füllen, und die Entnahme der Einzelproben erfolgt unter Anwendung des in 5.9 angegebenen Probenahmeverfahrens für IBCs. Alle Einzelproben sollten annähernd die gleiche Masse aufweisen und in einem geschlossenen Behälter so lange aufbewahrt werden, bis sie für die Bildung der Sammelprobe benötigt werden.
- b) Laden auf ein Förderband und Entnahme von Einzelproben zu den nach 4.2.2.2 ausgewählten Zeiten unter Anwendung der in 5.2, 5.3 oder 5.4 beschriebenen Verfahren.

5.6 Feste Düngemittel in Packungen – Reduzierungsverfahren mit dem rotierenden mechanischen Probenteiler

5.6.1 Allgemeines

In diesem Unterabschnitt wird ein Verfahren festgelegt, das für das Reduzieren einer Masse eines festen Düngemittels zu einer kleineren Menge geeignet ist, welche dann die Einzelprobe aus der Packung bildet.

Das Verfahren darf auch für die Vorbereitung reduzierter Proben, Endproben oder Laboratoriumsproben eingesetzt werden.

Bei Auswahl einer geeigneten Vorrichtung ist das Verfahren auf die Reduzierung einer Probe beliebiger Masse über einem durch die Teilchengröße und Teilchenanzahl bestimmten Minimum anwendbar.

5.6.2 Kurzbeschreibung

Das Material durchläuft einen rotierenden mechanischen Probenteiler. Es werden Teilmengen gesammelt, von denen einige anschließend wieder verworfen oder vereinigt werden, um die gewünschte Menge der Einzelprobe zu erhalten.

5.6.3 Geräte

5.6.3.1 Allgemeines

Es gibt verschiedene Grundtypen von rotierenden mechanischen Probenteilern. Sie arbeiten, indem sie Teilproben aus einem fallenden Düngemittelstrom sammeln (Abtrenntyp) oder indem sie ein spiralförmiges Band aus einem fallenden zylinderförmigen Vorhang herausziehen, so wie er entsteht, wenn das Düngemittel auf den Scheitelpunkt eines Kegelstreuers fällt. Im Falle des Abtrenntyps enthält jede Teilprobe einen vollständigen Schnitt durch den Düngemittelstrom.

Der Probenteiler wird über einen Trichter gespeist, der so mit einer von mehreren austauschbaren Austrittsöffnungen versehen ist, dass die unten angegebenen Kriterien erfüllen werden können.

Ein Standard-Probenteiler arbeitet mit einer Drehzahl von etwa 60 min^{-1} , welche jedoch auf etwa 360 min^{-1} erhöht werden kann, wobei sich die Varianz der Probenteilung mit zunehmender Anzahl von Teilproben verringert. Es ist jedoch sicherzustellen, dass keine systematischen Abweichungen dadurch auftreten, dass größere Partikel von den sich schnell bewegenden Rändern des Probenteilers zurückprallen und Partikel zerschlagen werden.

Der Trichter kann auch auf der vertikalen Achse des Auffangbehälters so angebracht sein, dass die Befüllung über den Verteilerkegel oder unmittelbar erfolgt, wenn kein entsprechender Kegel gebraucht wird.

Beispiele für rotierende Probenteiler sind in Anhang B angegeben.

Alle Probenteiler müssen die folgenden Grundanforderungen erfüllen:

- a) Die tatsächliche Öffnung des Abtrenners oder Schlitzes muss mindestens dreimal, vorzugsweise jedoch fünfmal so groß wie die größte Korngröße des zu teilenden Düngemittels sein. In der Praxis ist das gleichbedeutend mit einem Mindestmaß von 15 mm.
- b) Der Probenteiler muss so konstruiert sein und so arbeiten, dass jedes Teilchen die gleiche Gelegenheit hat, in die Teilprobe zu gelangen. Vorausgesetzt, dass in allen Bereichen des Düngemittelstromes in dem erforderlichen Ausmaß Proben genommen wurden, sollte eine Probe frei von systematischen Abweichungen erhalten werden.
- c) Während der Reduzierung müssen mindestens 50 Umdrehungen der/des Becher(s) erreicht werden, so dass in jeder Teilungsstufe mindestens 50 Einzelproben aus der Gesamtprobe genommen werden.

5.6.3.2 Prüfung auf systematische Abweichung

Ein geeignetes Verfahren zur Prüfung auf systematische Abweichung ist in Anhang C angegeben.

5.6.4 Durchführung

5.6.4.1 Allgemeines

In Abhängigkeit von der Masse der Gesamtprobe ist nach den in 5.6.4.2 oder 5.6.4.3 festgelegten Verfahren vorzugehen.

5.6.4.2 Probe klein genug für das Gerät, um die gesamte Menge in einem Durchlauf zu behandeln

5.6.4.2.1 Der rotierende Probenteiler ist in Bewegung zu setzen. Zum Erreichen einer konstanten Umdrehungsfrequenz wird eine kurze Zeit abgewartet (eine Zeitspanne von 15 s bis 20 s ist dafür üblicherweise ausreichend).

Der Vorratstrichter ist mit dem Inhalt der Packung zu befüllen und anschließend die Rückhaltevorrichtung am Trichterboden zu öffnen.

Der Trichter ist mit dem restlichen Inhalt der Packung aufzufüllen, wobei sicherzustellen ist, dass zu keinem Zeitpunkt Material direkt aus dem Probenbehälter durch den Trichterauslass fließen kann.

Dieser Vorgang ist so lange fortzusetzen, bis der gesamte Inhalt der Packung den Probenteiler passiert hat.

5.6.4.2.2 In Abhängigkeit von der geforderten Größe der Einzelprobe ist eine entsprechende Anzahl der durch den Teiler gebildeten Teilproben zu nehmen, zu vereinigen und in einen geschlossenen Behälter zu bringen. Der Rückstand ist zu verwerfen.

5.6.4.2.3 Die in 5.6.4.2.1 und 5.6.4.2.2 beschriebenen Verfahrensschritte sind an den vereinigten Fraktionen zu wiederholen, wenn eine weitere Reduzierung erforderlich ist.

5.6.4.3 Probe zu groß für das Gerät, um sie in einem Durchlauf zu behandeln

5.6.4.3.1 Es ist das in 5.6.4.2.1 beschriebene Verfahren anzuwenden.

Der Trichter wird weiter mit dem verbliebenen Packungsinhalt befüllt, wobei sicherzustellen ist, dass zu keinem Zeitpunkt Material direkt aus dem Probenbehälter durch den Trichterauslass fließen kann, bis die Sammelvorrichtung zu etwa 80 % (Volumenanteil) gefüllt ist.

5.6.4.3.2 In Abhängigkeit von der geforderten Größe der Einzelprobe ist eine entsprechende Anzahl der durch den Teiler gebildeten Teilproben zu nehmen, zu vereinigen und in einen geschlossenen Behälter zu bringen. Der Rückstand ist zu verwerfen.

5.6.4.3.3 Die in 5.6.4.3.1 und 5.6.4.3.2 angegebenen Arbeitsschritte sind so oft wie notwendig zu wiederholen, um die Packung vollständig zu entleeren, wobei jedes Mal die abgetrennten Fraktionen in den Behälter gebracht und der Rest verworfen wird.

5.6.4.3.4 Wenn die Massen der erhaltenen Teilproben sich um mehr als 3 % (Massenanteil) voneinander unterscheiden, dann ist nach dem in 5.6.4.3.5 beschriebenen Verfahren vorzugehen.

5.6.4.3.5 Der Inhalt der Originalpackung ist durch Abwiegen in n gleiche Teile aufzuteilen ($n = M/m$, wobei M die Gesamtmasse der Originalpackung und m das Fassungsvermögen des Probenteilers ist).

Der erste der n Teile ist nach 5.6.4.2 durch den Probenteiler zu geben.

In Abhängigkeit von der geforderten Masse der Einzelprobe und der Variation zwischen den Teilproben ist eine Anzahl von Teilproben zu nehmen. Diese Teilprobe(n) ist (sind) in einen geschlossenen Behälter zu geben, und der Rückstand ist zu verwerfen.

Diese Verfahrensschritte sind an den übrigen der n Teile zu wiederholen. Die ausgewählten Teilproben werden in den Behälter zusammengegeben. Die Massen der aus den n Arbeitsgängen gesammelten Anteile sollten einander so gleich wie möglich sein.

ANMERKUNG Unter der Voraussetzung, dass ein rotierender Probenteiler während der gesamten Reduzierung verwendet wird, ist es nicht erforderlich, das durchgegangene Material vor einer Reduzierung nach 5.6.4.2.3 zu mischen.

5.6.5 Vorsichtsmaßnahmen

5.6.5.1 Es ist sicherzustellen, dass die gesamte Ausrüstung vor der Verwendung sauber und trocken ist.

5.6.5.2 Alle Verfahrensschritte nach 5.6.4 sind möglichst schnell durchzuführen, um sowohl den Verlust als auch die Aufnahme von Feuchte zu vermeiden.

5.6.5.3 Proben sind, ausgenommen während des direkten Reduzierungsverfahrens, in geschlossenen Behältern zu lagern.

5.7 Feste Düngemittel in Packungen – Reduzierverfahren mit dem Riffelprobenteiler

5.7.1 Allgemeines

Wenn ein geeigneter rotierender Probenteiler nicht zur Verfügung steht oder aufgrund eines nicht vorhandenen Stromanschlusses nicht betrieben werden kann, ist es dennoch möglich, Einzelproben durch Anwendung anderer Reduzierungsverfahren zu erhalten. Das in 5.7.2 beschriebene Verfahren ist weniger genau und könnte systematische Abweichungen einbringen. Das Ausmaß dieser systematischen Abweichungen wird von der Art des Düngemittels und den im Anschluss durchzuführenden Untersuchungen abhängig sein. So werden zum Beispiel die Standardabweichungen für die Ergebnisse der Korngrößenanalyse der mit Hilfe der zwei beschriebenen Reduzierverfahren und durch Kegelteilung und Viertelteilung (siehe 6.2.2.3) gewonnenen typischen Proben das folgende annähernde Verhältnis einnehmen:

$$s_r : s_f : s_c = 1,0 : 1,5 : 3,5 \quad (1)$$

Dabei ist

s_r die Standardabweichung eines rotierenden Probenteilers;

s_f die Standardabweichung eines Riffelprobenteilers;

S_c die Standardabweichung für Kegelteilung und Vierteilung.

5.7.2 Geräte

Ein Riffelprobenteiler ist ein Zweiwegeteiler ohne sich bewegende Teile. Er besteht aus einem Trichter mit zwei lotrechten Seiten und zwei geneigten Seiten, die über die gesamte Länge des Riffelprobenteilers gehen. Der Trichter versorgt eine Reihe von mindestens 12 rechtwinkligen Schlitzten, von denen jeder mindestens doppelt so groß ist wie die größte Korngröße plus 5 mm. Jeder Schlitz bildet die Öffnung eines Auslasses; alternierende Auslässe beschicken in entgegengesetzter Richtung zwei Sammelbehälter. Riffelprobenteiler sind in vielen Größen, angefangen von Tischgröße bis zu großen Standmodellen, im Handel erhältlich.

Ein Beispiel eines Riffelprobenteilers ist in Bild 4 angegeben.

5.7.3 Durchführung

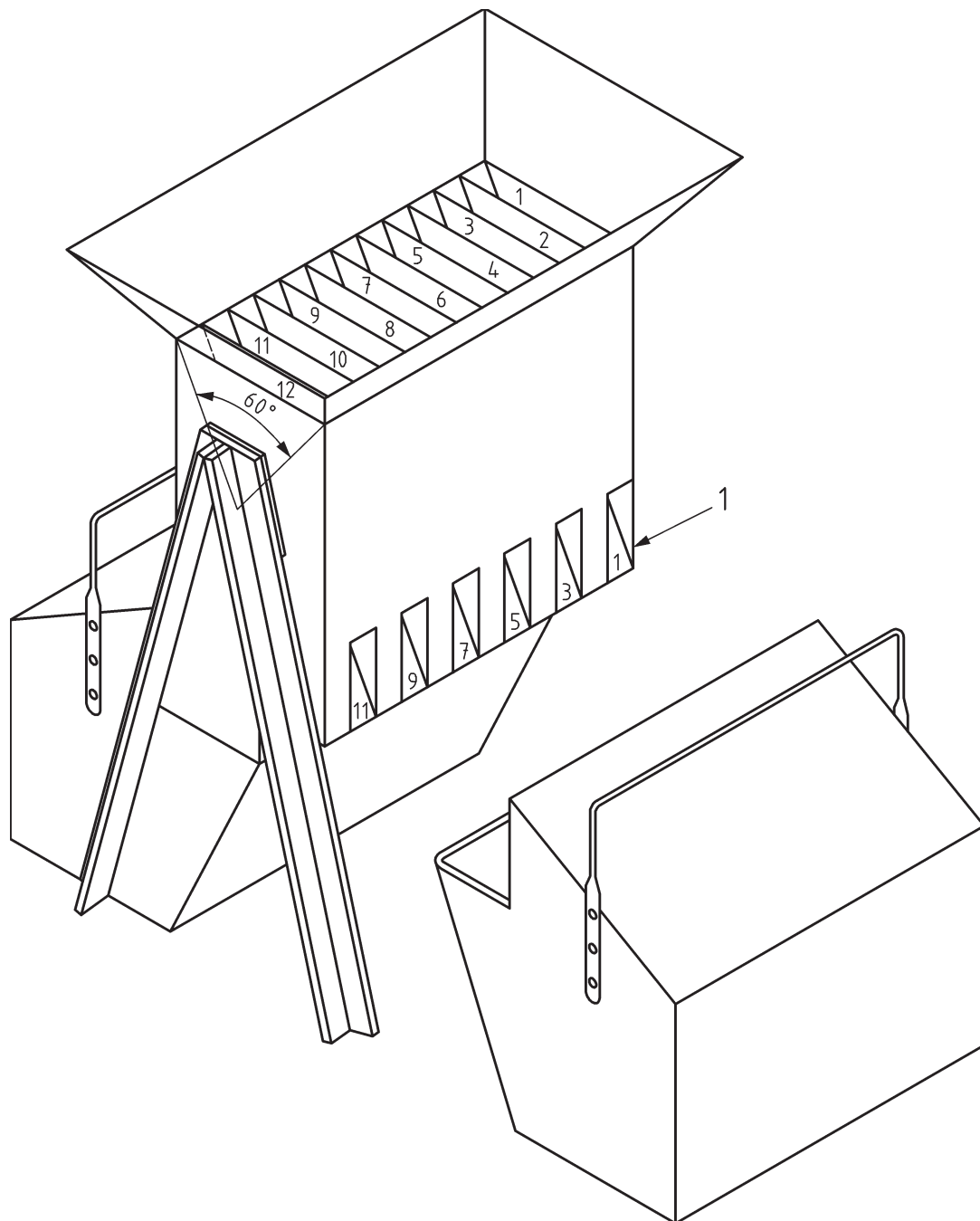
Sobald die Sammelbehälter richtig angeordnet sind, ist das Düngemittel aus der Packung vorsichtig über die gesamte Breite des Riffelteilers in den Trichter zu geben, so dass ein dünner Vorhang des Materials senkrecht und gleichmäßig in alle Schlitzte fällt. Wird ein senkrechter Vorhang nicht aufrechterhalten, so wird mehr Material in den Sammelbehälter fallen, der weiter von der ausführenden Person entfernt steht, und dies hat ungleichmäßige und mit systematischen Fehlern behaftete Proben zur Folge.

Bei Packungen, deren Volumen kleiner als das Fassungsvermögen des Riffelprobenteilers ist, ist der Inhalt eines Sammelbehälters zu verwerfen, und wenn die Menge größer ist als die für die Einzelprobe erforderliche Masse, ist der Inhalt des anderen Behälters nochmals durch den Riffelprobenteiler in zwei neue Sammelbehälter zu entleeren.

In Abhängigkeit vom Reduzierungsgrad ist dieser Vorgang zu wiederholen, wobei der Inhalt wechselnder Sammelbehälter verworfen wird.

Packungen, deren Volumen größer ist als das Fassungsvermögen des Riffelprobenteilers, sollten in Portionen gleicher Größe geteilt werden, die innerhalb des Fassungsvermögens des Riffelprobenteilers liegen. Jede Portion ist getrennt in den Riffelprobenteiler zu geben, wobei der Inhalt eines Behälters zurückgehalten und der des anderen verworfen wird. Das zurückgehaltene Material ist gut zu durchmischen und anschließend wieder in gleich große Portionen zu teilen, die innerhalb des Fassungsvermögens des Riffelprobenteilers liegen. Dieser Riffelvorgang ist zu wiederholen, bis die Probengröße innerhalb des Fassungsvermögens des Riffelprobenteilers liegt.

Alle Einzelproben werden in einem geschlossenen Behälter aufbewahrt, bis sie zur Bildung der Sammelprobe verwendet werden.



Legende

1 alternierende Abschnitte auf jeder Seite

Bild 4 — Riffelprobenteiler

ANMERKUNG 1 Das Mischen, sofern erforderlich, kann bewirkt werden, indem das gesamte Material dreimal durch den Riffelprobenteiler gegeben und nach jedem Durchlauf wieder zusammengefügt wird.

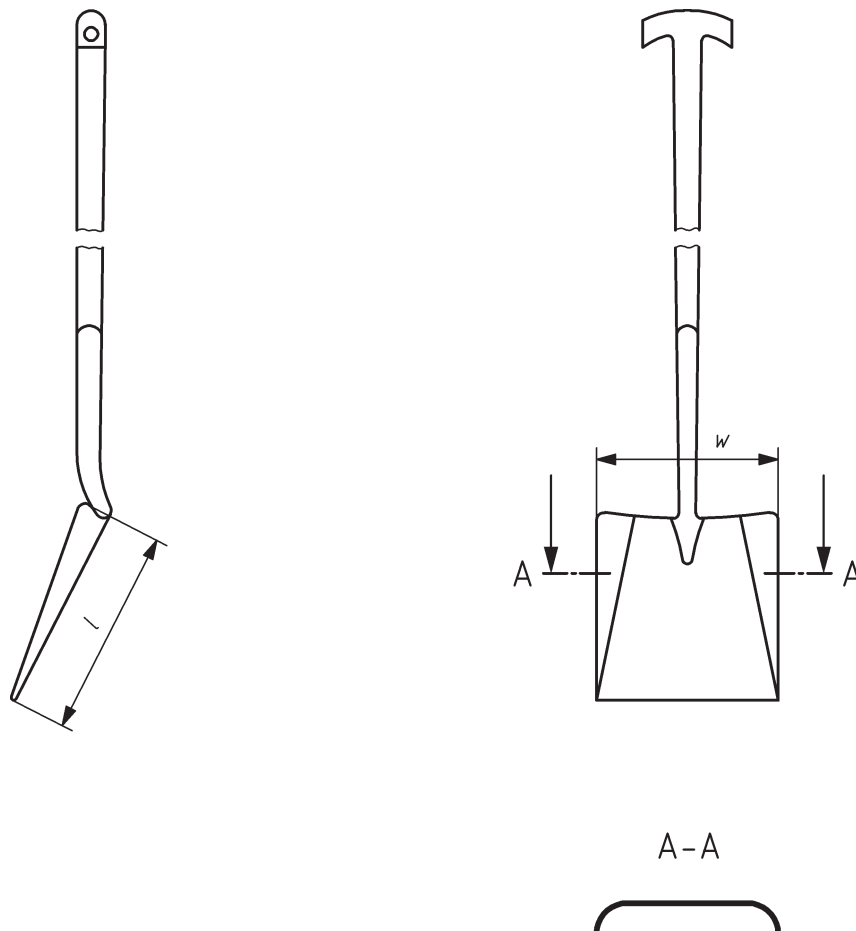
Das Verfahren mit Riffelprobenteiler sollte so schnell wie möglich durchgeführt werden, um den Verlust oder die Aufnahme von Feuchte zu vermeiden.

ANMERKUNG 2 Das Beschicken des Trichters aus alternierenden Sammelbehältern aus alternierenden Richtungen trägt dazu bei, systematische Abweichungen aufgrund ungenauer Konstruktions- und Bedienungsweise zu verhindern.

Es sollten gleiche Massen erreicht werden, die um weniger als 5 % (Massenanteil) voneinander abweichen.

5.8 Probenahme von festen Düngemitteln in Packungen – Manuelles Verfahren

Die Inhalte der Packungen sind separat auf eine saubere, trockene Fläche zu schütten, gründlich mit einer Schaufel (siehe Bild 5) zu durchmischen, und anschließend ist eine volle Schaufel als Einzelprobe dieser Packung zu entnehmen. Der verbleibende Rest wird zurück in die Packung gegeben. Die Proben sind in geschlossenen Behältern zu lagern.



Legende

- l* Länge des Schaufelblattes
- w* Breite des Schaufelblattes

Bild 5 — Beispiel für eine Schaufel

5.9 Probenahme aus Großpackmitteln (IBCs) durch kontrolliertes Ausfließen

5.9.1 Allgemeines

Dieses Verfahren kommt in den Fällen zur Anwendung, wo das Material frei ausfließt und der IBC nicht wieder verwendet wird. Das Verfahren könnte beispielsweise in einem Industriebetrieb, wo das Material zurückgeführt und wieder verpackt werden kann, oder im landwirtschaftlichen Betrieb, wo das Material zur direkten Verwendung vorgesehen ist, zur Anwendung kommen.

5.9.2 Kurzbeschreibung

Container, aus denen Einzelproben zu entnehmen sind, werden nach 4.2.2.1 und 4.2.1.2, Tabelle 1, ausgewählt. Jeder Container ist dann als eine Menge von losem Material zu behandeln, und individuelle Teilproben werden aus jedem Container entnommen, als wären sie Einzelproben, wobei über die Anzahl der Teilproben nach 4.2.1.3, Tabelle 2, zu entscheiden ist.

5.9.3 Sicherheit

Folgende persönliche Schutzkleidung wird empfohlen:

- wasserdichte Stiefel mit Zehenschutz, Arbeitsanzüge, Handschuhe, Schutzhelm, Schutzbrillen, Staubmaske.

Kritische Sicherheitspunkte:

- a) Fixierung der Gurte an der Hebevorrichtung zur Sicherung des Trichters;
- b) Platzierung aller Personen während der Positionierung der Hebevorrichtung mit dem IBC/Trichter über dem Auffangbehälter;
- c) Sicherstellen, dass keine Person direkt unter der Einrichtung arbeitet;
- d) Sicherstellen, dass ggf. verwendete Leitern an einem geeigneten festen Objekt gesichert sind.

5.9.4 Geräte

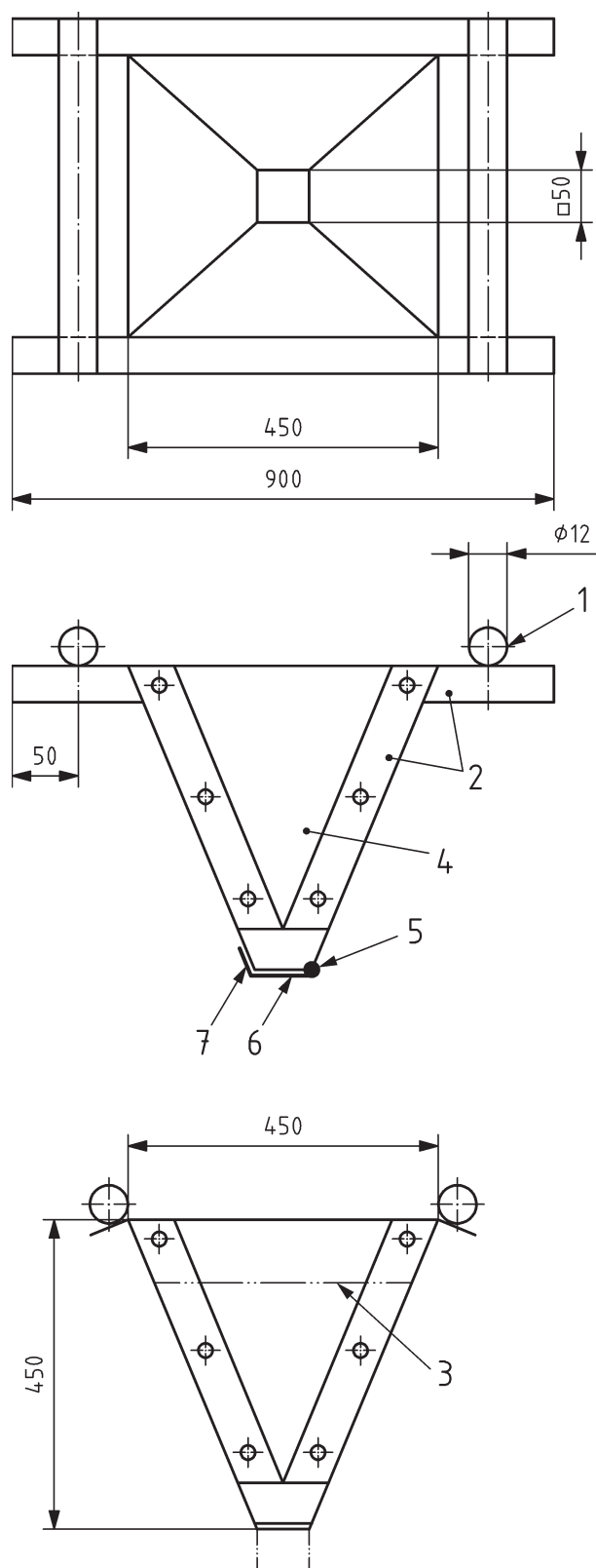
5.9.4.1 Durchflusskontrolltrichter

Der Trichter sollte wie in Bild 6 angegeben aufgebaut sein. Die Maße sind nicht exakt festgelegt, jedoch wird empfohlen, dass der Auslass die Größe von 50 mm im Quadrat aufweisen sollte. Daraus ergibt sich eine angemessene Durchflussrate von etwa $3 \text{ t} \cdot \text{h}^{-1}$.

- Entwurf -

E DIN EN 1482-1:2023-10
prEN 1482-1:2023 (D)

Maße in Millimeter



Legende

- 1 mit Winkeleisen verbundene Ringbolzen. Aufhängung „U“-Schäkel, 10 mm, mit genähten Gurten
- 2 gelochte Winkeleisen-Verstärkung
- 3 Höhe des Gitters und der oberen Linie der Materialhöhe, 100 mm vom oberen Trichterrand
- 4 100 mm Sperrholz oder entsprechendes Material
- 5 Scharnier
- 6 Scharnierklappe zur Durchflussregulierung
- 7 Haken und Öse zum Halten der Klappe in Schließstellung, wenn dies erforderlich ist

Bild 6 — Durchflusskontrolltrichter (Draufsicht, Seitenansicht, Endansicht)

Etwa 100 mm vom oberen Rand ist auf der Innenseite des Trichters rundherum eine Markierungslinie anzubringen: Die Materialhöhe im Trichter sollte nicht unter diese Markierung absinken. Dies erhält den Materialdruck aufrecht und sichert damit eine gleichmäßige Durchflussrate.

Ein Metallgitter mit Stäben von etwa 20 mm Abstand wird im Inneren des Trichters auf der Höhe der Markierungslinie eingepasst, um große Materialklumpen abzufangen.

Die Aufhängung des Trichters muss durch Tragschlaufen aus geeignetem Material, d. h. Draht, Ketten oder Textilturte, erfolgen. Diese müssen sicher mit den „U“-Schäkeln verbunden sein, die wiederum mit Ringbolzen gesichert sind. Das Aufhängungsmaterial, dessen Befestigungsweise, die „U“-Schäkel, die Ringbolzen und der Rahmen müssen für eine Belastung von mindestens 1 t ausgelegt sein.

5.9.4.2 Paddel zur Ausflusskontrolle vom IBC in den Trichter

Ein Paddel von etwa 400 mm × 200 mm mit einem 1,2-m-Stiel wird benötigt, um die am Boden des IBC entstehende Öffnung abzudecken, so dass der Füllstand im Trichter auf der gewünschten Höhe gehalten werden kann.

5.9.4.3 Probenaufnehmer

Ein kleiner offener Behälter, etwa 150 mm x 100 mm, mit 25 mm Seitenhöhe, mit einem 1,2 m langen Stiel.

5.9.4.4 Ein Gabelstapler oder eine andere vergleichbare Hebevorrichtung, die geeignet ist, den IBC etwa 2,5 m über die Höhe des Auffangbehälters, in den das Düngemittel fließen soll, anzuheben.

5.9.4.5 Ein Satz geeigneter Leitern (1,5 m Arbeitshöhe sollte ausreichend sein).

5.9.4.6 Eine geeignete Schneidklinge an einem 1,2-m-Stiel zum Öffnen des IBC-Bodens.

5.9.4.7 Ein sauberer trockener, geschlossener Behälter, der 20 kg bis 25 kg Material aufnehmen kann.

5.9.4.8 Zufallszahlentabellen oder -generator.

5.9.4.9 Stoppuhr

5.9.4.10 Rechner.

5.9.5 Gewinnung von Einzelproben

5.9.5.1 Allgemeines

Um die Entnahme einer repräsentativen Probe sicherzustellen, wird jeder IBC als separate lose Menge behandelt, und es sollten mindestens 10 Einzelproben aus jedem IBC gezogen werden. Die Einzelproben werden zu den in 4.2.2.2 beschriebenen Zufallszeiten entnommen.

5.9.5.2 Durchführung

Die Anzahl der IBCs, die aus der Charge und aus der beprobten Menge auszuwählen sind, ist nach 4.2.1.2, Tabelle 1, zu bestimmen und zufällig aus der beprobten Menge auszuwählen.

Jeder ausgewählte IBC wird vom Boden abgehoben, und der Durchflusskontrolltrichter (5.9.4.1) wird darunter befestigt. Dies wird erreicht durch Führen der Traggurte um den Arm der Hebevorrichtung, an den Seiten des IBC hinunter, und Befestigung an den Trichteraufhängepunkten. Es ist ein Zwischenraum von etwa 350 mm zwischen dem Boden des IBC und dem oberen Rand des Trichters zu lassen, um den Zugang für die Schneidklinge (5.9.4.6) und das Kontrollpaddel (5.9.4.2) zu ermöglichen. Der Zwischenraum kann eingestellt werden durch weitere Schlaufen des Traggurtes um den Hebearm. Der IBC und der Trichter werden zusammen über den Auffangbehälter gehoben. Der Behälter (5.9.4.7) wird in einer solchen Position platziert, dass die gezogenen Teilproben so schnell wie möglich in diesen entleert werden können, ohne dass etwas vom Inhalt verschüttet wird. Es wird empfohlen, dass dieselbe Person alle Teilproben aus allen zu beprobenden IBCs entnimmt, um eine einheitliche Masse der Teilproben sicherzustellen.

Es sind mindestens zwei Personen zur Entnahme der Teilproben erforderlich. Die erste Person braucht Zugang zum Boden des IBC bei dem Zwischenraum, der zwischen diesem und der Oberkante des Trichters gelassen wurde. Dies kann durch Nutzung von Stufen oder einer anderen sicheren Arbeitsposition erfolgen. Zu keiner Zeit sollte diese Person sich direkt unter dem IBC befinden. Alle Werkzeuge sollten über Griffe/Stiele verfügen, die ein sicheres Arbeiten erlauben. Die zweite Person sollte sich derart positionieren, dass er/sie direkt aus dem Ausfluss am Trichterboden unter Verwendung des Probenaufnehmers (5.9.4.3) sicher die Teilproben entnehmen kann.

Unter Verwendung der Schneidklinge (5.9.4.6) wird ein X-Schnitt von 150 mm bis 200 mm Länge direkt über dem Trichter in den Boden des IBC ausgeführt. Dabei ist sicherzustellen, dass der Schnitt durch das Außenmaterial und den Polyethylen-Innenbehälter hindurchgeht.

Der Produktfluss in den Trichter wird gesteuert, indem die Öffnung mit dem Paddel (5.9.4.2) abgedeckt wird, und der Durchfluss wird gestoppt, wenn das Material die Markierungslinie innerhalb des Trichters erreicht, um einen gleich bleibenden Materialfüllstand und eine gleich bleibende Durchflussrate sicherzustellen.

Es ist wichtig, dass alles Material den Trichter passiert – es darf nichts über die Seiten verloren gehen.

Die Scharnierklappe am Trichterboden wird geöffnet, und die Stoppuhr (5.9.4.9) wird gestartet. Es werden Teilproben über den gesamten Strom zu den nach 4.2.2.2 ausgewählten Zeiten genommen.

Wenn aus irgendeinem Grund die Materialfüllhöhe signifikant unter die Markierungslinie fällt, wird die Klappe geschlossen und die Stoppuhr angehalten, bis das Problem behoben ist.

Alle großen Klumpen, die sich auf dem Gitter gesammelt haben, werden unter Verwendung des Paddels oder anderer geeigneter Werkzeuge zerkleinert, so dass das gesamte Material durch den Trichter fließen kann. Falls erforderlich, wird der Durchfluss gestoppt und die Stoppuhr angehalten, während die Zerkleinerung stattfindet.

Alle Teilproben sind in den Behälter (5.9.4.7) zu bringen und bilden die Einzelprobe.

Dieser Vorgang ist für jeden IBC, aus dem eine Einzelprobe zu entnehmen ist, zu wiederholen, wobei sicherzustellen ist, dass aus jedem IBC die gleiche Anzahl von Teilproben entnommen wird.

Alle Einzelproben (Teilproben) aus allen IBCs sind zu mischen und bilden die Sammelprobe.

Im Anschluss ist die Reduzierung und Teilung bis zur Endprobe durchzuführen (siehe Abschnitte 6 und 7).

5.9.6 Vorsichtsmaßnahmen

Der obere Teil der inneren Polyethylentasche darf nicht von den Traggriffen des IBC getrennt werden. Dadurch könnte die Innentasche herunterrutschen und während der letzten Entleerungsphase die Öffnung im IBC blockieren. Falls die innere Polyethylentasche nicht an den Griffen gesichert ist, dann ist eine entsprechende Sicherung unter Verwendung von Band herzustellen.

Wenn das Produkt staubig ist, ist ein Vorhang aus Stoff oder Papier am Boden des IBC so weit um die Öffnung herum zu befestigen, wie es unter Berücksichtigung der erforderlichen Zugangsmöglichkeit für das Paddel machbar erscheint. Der Vorhang sollte bis zur Materialfüllhöhe im Einfülltrichter herunterreichen, um somit Materialverlust durch Stauben zu verhindern.

5.10 Probenahme aus Großpackmitteln (IBCs) – Manuelles Verfahren

5.10.1 Kurzbeschreibung

Dieses Verfahren wird angewendet, wenn der IBC wieder befüllt werden muss. Das Verfahren ist extrem kraftaufwändig und sollte nur als letzte Alternative angewendet werden. Es beinhaltet die Behandlung des IBC als Packung nach 5.8.

5.10.2 Durchführung

Es ist nach 5.8 vorzugehen oder, wenn ein geeigneter großer mechanischer Probenteiler oder ein Riffelprobenteiler vorhanden ist, nach 5.6 oder 5.7. In Anbetracht der Größe der IBCs sollten mindestens vier Schaufelfüllungen von jedem IBC genommen werden.

5.11 Probenahme von flüssigen Düngemitteln

5.11.1 Allgemeines

Aus Sicherheitsgründen wird eine manuelle Probenahme (5.11.2.2) bei flüssigen Produkten, die freies Ammoniak enthalten, nicht empfohlen.

Lösungen, Schlämme und Suspensionen dürfen manuell beprobt werden, vorausgesetzt, dass das Produkt homogenisiert ist (siehe Anhang E zu den Mischverfahren und den damit in Verbindung stehenden Vorsichtsmaßnahmen).

Es besteht ein Risiko, dass Einzelmengen von Mehrphasen-Flüssigkeiten, die über enge Rohre oder Öffnungen beprobt werden, nicht wirklich repräsentativ sind. Daher ist es wichtig, sicherzustellen, dass die Innenmaße der Probenahmeverrichtungen ausreichend groß sind, d. h. im Bereich von 50 mm, um dieses Problem zu vermeiden.

5.11.2 Geräte

5.11.2.1 Allgemeines

Die Probenahmegeräte müssen sauber und trocken sein und aus Werkstoffen bestehen, die die Eigenschaften des zu beprobenden Düngemittels nicht beeinflussen.

Die speziellen Eigenschaften flüssiger Düngemittel einschließlich Dampfdruck und Schichtenbildung sollten bei der Auswahl der Probenahmegeräte berücksichtigt werden.

5.11.2.2 Manuelle Probenahmeverrichtungen

5.11.2.2.1 Ein Stechheber für Flüssigkeiten, der senkrecht in einen Tank oder Container eingeführt und an einem oder an beiden Enden verschlossen werden kann. Typische Geräte sind im Anhang D in Bild D.1 und Bild D.2 angegeben. Es handelt sich hier um Bezugsgeräte für kleine Tanks mit weniger als 1 000 l.

5.11.2.2.2 Ein Tauchgefäß (Tauchkanne, Tauchbecher, Tauchbombe), das in verschlossenem Zustand in die Flüssigkeit heruntengelassen und über eine Vorrichtung in jeder gewünschten Behältertiefe geöffnet werden kann. Eine Variante ist so konstruiert, dass sich die Probenflasche allmählich füllt, während sie von der Oberfläche der Flüssigkeit bis zum Boden des Behälters heruntengelassen wird. Typische Geräte sind im Anhang D in Bild D.3, Bild D.4 und Bild D.5 angegeben. Bei D.4 und D.5 handelt es sich um Bezugsgeräte für größere Tanks mit 1 000 l oder mehr.

5.11.2.3 Kontinuierliche Probenahmeverrichtungen

5.11.2.3.1 Ein Probenahmeventil am Lagertank (abgebildet im Anhang D, Bild D.6).

5.11.2.3.2 Ein Probenahmeventil an einer Befüllungsleitung außerhalb des Lagertanks (abgebildet im Anhang D, Bild D.7).

5.11.2.3.3 Ein Probenahmeventil an einer externen Leitung, durch die das gelagerte Produkt zirkuliert wird (abgebildet im Anhang D, Bild D.8).

5.11.3 Durchführung

5.11.3.1 Einzelproben aus Lösungen, Schlämmen oder Suspensionen in Lagertanks mit einem Nennvolumen von 1 000 l (1 m³) oder mehr

5.11.3.1.1 Mischen

Unmittelbar vor der Probenahme muss das Produkt vermischt werden.

5.11.3.1.2 Direkte Probenahme

Wenn das Düngemittel aus einem Tank abgezogen wird und es ist ein Hahn mit den entsprechenden Maßen in der Auslassrohrleitung vorhanden, sind die Einzelproben in Zeitintervallen nach dem Zufallsprinzip vom Hahn zu entnehmen (nachdem das zweifache Rohrvolumen verworfen wurde, um in der Leitung befindliche Reste auszuschließen) und in ein sauberes, trockenes Gefäß zu geben, sofern das Düngemittel innerhalb der letzten fünf Minuten gerührt wurde.

5.11.3.1.3 Homogene Flüssigkeiten

Es sind etwa 1 l Flüssigkeit aus einem passenden Tankauslass zu entnehmen (nachdem das zweifache Rohrvolumen verworfen wurde, um im Tankauslass befindliche Reste auszuschließen) und in ein sauberes, trockenes Gefäß zu geben.

5.11.3.1.4 Heterogene Flüssigkeiten

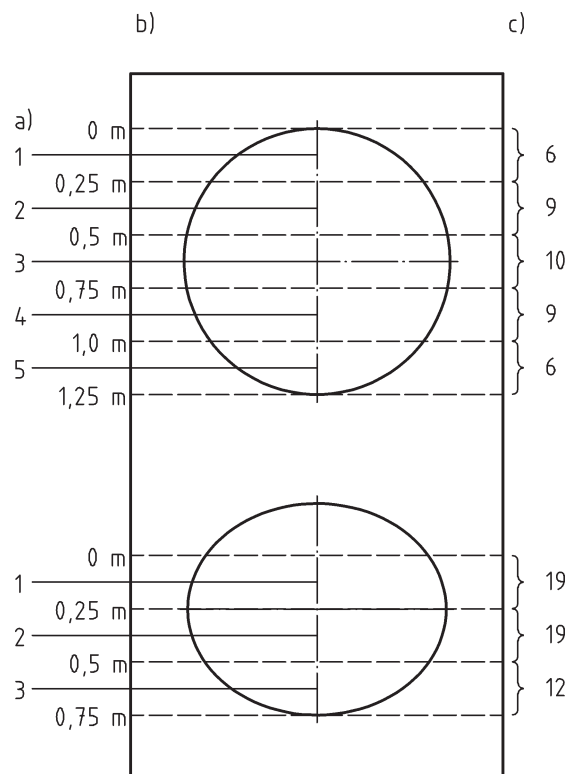
Wenn es möglich ist, die Flüssigkeit zu homogenisieren, dann ist die Flüssigkeit, z. B. wie in Anhang E beschrieben, zu mischen, und anschließend ist eine Probe nach 5.11.3.1.3 oder aus einem passenden Auslass im Rückführrohr zu entnehmen.

ANMERKUNG Am Ende oder gleich nach dem Befüllen von großen Tanks (> 1 000 l) mit einer Pumpe kann eine homogene Flüssigkeit erwartet werden, wenn diese während des Füllens gut gerührt wurde. Dann kann auch ohne einen passenden Tankauslass eine Probe in Übereinstimmung mit 5.11.2.2.1 oder 5.11.2.2.2 genommen werden.

Wenn es nicht möglich ist, die Flüssigkeit zu homogenisieren, oder wenn davon auszugehen ist, dass die Vorgehensweisen nach 5.11.3.1.2 und 5.11.3.1.3 nicht geeignet sind, dann sind die Tankinhalte zu beproben, indem ein Rohr (Stechheber) mit geeigneten Maßen (lang genug, um bis zum Boden zu reichen) (siehe 5.11.2.2.1) senkrecht nach unten in den Tank gelassen wird. Dann wird eines oder beide Enden des Rohres verschlossen und der Inhalt in ein sauberes, trockenes Gefäß gegeben. Wenn die Probenahme mit dem Stechheber nicht praktikabel ist, dann sind mit einer Probenahmeflasche (Tauchgefäß) Einzelproben aus verschiedenen Füllhöhen des Tanks auf solche Weise zu entnehmen, dass eine Sammelprobe, die repräsentativ für die Charge ist, erhalten

wird (siehe Bild 7). Der Vorgang ist zu wiederholen, bis eine Menge von mindestens 10 l entnommen wurde. Wenn der Tank keinen gleichmäßigen Querschnitt aufweist, dann sind nach Bedarf mehrere Einzelmengen von jeder Einzelprobe aus verschiedenen Tiefen zu entnehmen und diese im Verhältnis der unterschiedlichen Querschnittsflächen zu kombinieren. Die gesamte zu entnehmende Menge darf nicht unter 10 l liegen.

Wenn sich die heterogenen Flüssigkeiten teilweise als Sedimente absetzen, ist eine Probenahme nicht möglich, bevor sie umgerührt und wieder suspendiert und durch eine Befüllungsleitung (Bild D.7) oder eine externe Leitung (Bild D.8) gepumpt wurden.



Legende

- a) Probenahmepunkt
- b) Abstand von der Oberfläche
- c) proportionales Volumen

Bild 7 — Typisches Probenahmeschema für einen befüllten zylindrischen Tank und einen teilweise befüllten ovalen Tank

5.11.3.2 Beprobte Menge, bestehend aus zwei oder mehr Behältern

Aus jedem Behälter sind Einzelproben zu entnehmen, indem nach der geeigneten in 5.11.3.1.2, 5.11.3.1.3 oder 5.11.3.1.4 beschriebenen Art und Weise vorgegangen wird.

5.11.3.3 Lösungen oder Suspensionen in Lagergefäßen mit einem Nennvolumen von weniger als 1 000 l

5.11.3.3.1 Die Anzahl der Behälter, aus denen Einzelproben zu entnehmen sind, sollte in Übereinstimmung mit 4.2.1.2 ausgewählt und wie in 4.2.2.2 behandelt werden.

5.11.3.3.2 Wenn jeder der ausgewählten Behälter nicht mehr als 1 l enthält, dann werden die gesamten Inhalte als Einzelprobe behandelt und in ein sauberes, trockenes Gefäß gegeben.

5.11.3.3.3 Wenn jeder der Behälter mehr als 1 l und nicht mehr als 1 000 l enthält, werden die ausgewählten Behälter gut geschüttelt oder gerührt, um die Einheitlichkeit sicherzustellen. Anschließend werden sofort verhältnismäßig gleiche Flüssigkeitsmengen aus jedem der ausgewählten Behälter entnommen und in ein sauberes, trockenes Gefäß gegeben.

6 Reduzierung der Sammelprobe

6.1 Allgemeines

Wenn die Menge der Sammelprobe größer ist als die für alle Endproben erforderliche Mindestmasse, darf die Menge reduziert werden.

Die Reduzierung über diese Mindestmasse hinaus ist ohne Vermahlung nicht empfehlenswert. Daher könnten bei einer Probenreduzierung unter diese Masse bestimmte physikalische Prüfungen (z. B. Korngrößenanalyse, Schüttdichte usw.) nicht mehr durchgeführt werden. Eine weitere Reduzierung sollte nur nach entsprechender Berücksichtigung der Beschaffenheit des Materials und der vorgesehenen Prüfungen durchgeführt werden.

6.2 Feste Düngemittel

6.2.1 Allgemeines

Sammelproben von festen Düngemitteln dürfen nach den in 5.6 oder 5.7 beschriebenen Verfahren oder durch Kegelteilung und Vierteilung hergestellt werden.

6.2.2 Durchführung

6.2.2.1 Mechanische Probenahmevorrichtung

Es sind die in 5.6 beschriebenen Schritte durchzuführen, jedoch unter Verwendung der gesamten Sammelprobe anstelle der Packung.

Wenn die reduzierte Menge noch zu groß ist, dann ist eine weitere Reduzierung des nach 5.6.4.2.2, 5.6.4.3.3 oder 5.6.4.3.5 gesammelten Materials erforderlich, und dann ist das in 5.6.4.2 oder 5.6.4.3 angegebene Verfahren entsprechend zu wiederholen.

6.2.2.2 Riffelteiler

Es sind die in 5.7 beschriebenen Schritte durchzuführen.

Wo eine große Anzahl von Teilproben erforderlich ist, werden die Inhalte beider Behälter separat reduziert, bis die erforderliche Anzahl an Teilproben erhalten wurde. Für eine größere Präzision wird jede Teilprobe weiter geteilt, und die reduzierten Teilproben werden an entgegengesetzten Enden des „Teilungsbaumes“ wieder vereint.

6.2.2.3 Kegelteilung und Vierteilung

6.2.2.3.1 Allgemeines

Dies ist das einfachste aller Verfahren zur Probenreduzierung, für das keine speziellen Geräte benötigt werden.

6.2.2.3.2 Durchführung

Es werden die folgenden Schritte durchgeführt:

- a) das Düngemittel wird auf einer sauberen, trockenen, glatten Fläche zu einem kegelförmigen Haufwerk geformt;

- b) die Spitze des Kegels wird geglättet, und das Düngemittel wird entlang von zwei im rechten Winkel zueinander stehenden Durchmessern in vier Teile geteilt;
- c) zwei sich diagonal gegenüberliegende Viertel werden entfernt und verworfen, so dass in diesen Zwischenräumen eine saubere Oberfläche zurückbleibt;
- d) die verbleibenden Viertel werden gemischt, und die in a) bis c) angegebenen Schritte werden wiederholt, bis die erforderliche Masse der reduzierten Probe erreicht ist.

6.3 Flüssige Düngemittel

6.3.1 Geräte

Die Reduzierung von Flüssigkeiten kann unter Verwendung einer mechanischen Probenahmeverrichtung oder indem die Sammelprobe in einen sauberen, trockenen und inerten Behälter gegeben wird, der gut geschüttelt werden kann, durchgeführt werden.

6.3.2 Durchführung

6.3.2.1 Mechanische Probenahmeverrichtung

Es sind die in 5.11 beschriebenen Schritte durchzuführen.

6.3.2.2 Behälter

Die Sammelprobe wird in den Behälter gegeben und gemischt, um sicherzustellen, dass sein Inhalt homogen ist. Die Endproben dürfen direkt aus diesem Behälter abgegossen werden.

7 Herstellung der Endprobe durch Teilung

Wenn es erforderlich ist, eine Anzahl gleicher repräsentativer Endproben aus einer Sammel-/reduzierten Probe herzustellen, dann muss die Probe sorgfältig gemischt werden, um eine homogenisierte Probe zu erhalten. Diese muss dann unter Anwendung eines der in 5.6 und 5.7 angegebenen Verfahren, ohne Teile zu verwerfen, in die erforderliche Anzahl von Endproben geteilt werden. Die Endproben müssen annähernd gleiche Mengen aufweisen.

Wenn ein rotierender Probenteiler verwendet wird, um die Sammelprobe in die Endproben zu teilen, dann produziert dieser üblicherweise 6, 8 oder 10 Fraktionen. Durch variable Kombinationen und nachfolgende Teilung kann praktisch jede Anzahl von Teilproben erzielt werden. Es sollten keine Reste verbleiben.

8 Praktische Aufbewahrung von Endproben

ANMERKUNG Die Behandlung von Endproben könnte in bestimmten Ländern Gegenstand gesetzlicher Bestimmungen sein.

8.1 Behälter

Geeignete Behälter müssen sauber, trocken und undurchlässig für Feuchte sein, aus einem inerten Werkstoff mit angemessener Widerstandsfähigkeit bestehen und geeignet sein, den Originalzustand der Probe aufrechtzuerhalten.

8.2 Versiegelung der Behälter

Jeder Behälter ist auf solche Art und Weise zu sichern und zu versiegeln, dass er nur durch Aufbrechen der Versiegelung geöffnet werden kann. Oder aber der Behälter muss in eine versiegelte, stabile Verpackung derart verbracht werden, dass kein Teil der Probe entnommen werden kann, ohne das Siegel der Verpackung auf-

zubrechen. Das Etikett (siehe 8.3) muss in die Versiegelung derart integriert werden, dass es nicht entfernt werden kann, ohne die Versiegelung aufzubrechen.

Diese Verfahrensweise ist für Proben anzuwenden, die für behördliche Zwecke bestimmt sind oder wenn dies durch Dritte verlangt wird.

8.3 Beschriften von Endproben

Jede Endprobe muss in identischer Weise beschriftet werden. Das an jeder Endprobe befestigte Etikett muss gegen Verlust entsprechend gesichert und versiegelt sein. Es muss mindestens die folgenden Informationen enthalten:

- a) Nummer der Endprobe oder anderes Unterscheidungsmerkmal;
- b) Bezeichnung des Materials und dessen angegebene Zusammensetzung;
- c) Ort und Datum der Probenahme.

ANMERKUNG Weitere Einzelheiten zu den erforderlichen die Probe betreffenden Angaben sind in Abschnitt 9 angegeben.

8.4 Weitergabe der Endprobe

Falls es erforderlich ist, die Endprobe an Dritte weiterzugeben, so kann sie persönlich übergeben bzw. mit jedem anderen geeigneten Verfahren versenden werden, vorausgesetzt, dass die Behälter zweckmäßig gegen zufällige Beschädigungen geschützt sind und alle entsprechenden Vorsichtsmaßnahmen für die Lagerung der Probe ergriffen wurden.

8.5 Lagerung der Endproben

Sämtliche Endproben sind unter Bedingungen zu lagern, die eine Verschlechterung verhindern.

9 Probenahmebericht

9.1 Allgemeines

In vielen Fällen erfolgt die Probenahme in Übereinstimmung mit gesetzlichen Anforderungen, die einen gesetzlich vorgeschriebenen Probenahmebericht erfordern. In allen anderen Fällen, oder wenn festgestellt wird, dass mit dem gesetzlich vorgeschriebenen Probenahmebericht nur ungenügende Angaben zur Verfügung gestellt werden, sollten die in diesem Abschnitt aufgestellten Angaben gemacht werden.

Ein Probenahmebericht sollte für jede genommene Probe angefertigt werden. Wenn die Probe in eine Anzahl äquivalenter Mengen geteilt wird, muss eine Kopie des Probenahmeberichtes jede einzelne Menge begleiten.

9.2 Wesentliche Angaben

Die folgenden Angaben müssen immer im Probenahmebericht enthalten sein:

- a) Verweisung auf diese Norm;
- b) Name der probenehmenden Person und die Abteilung oder Organisation, der sie angehört;
- c) Bezeichnung, Beschreibung oder Benennung des Düngemittels und ob es lose oder verpackt ist;
- d) jede deklarierte Angabe zur Zusammensetzung bzw. zur Mahlfineinheit des Düngemittels und, sofern verfügbar, eine Kopie aller Etiketten, die an der das Produkt enthaltenden Originalverpackung angebracht sind;