

DIN EN ISO 14820-1



ICS 65.080

Entwurf

Einsprüche bis 2019-01-31
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 1482-1:2007-04

**Düngemittel und Kalkdünger –
Probenahme und Probenvorbereitung –
Teil 1: Probenahme (ISO 14820-1:2016);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 14820-1:2018**

Fertilizers and liming materials –
Sampling and sample preparation –
Part 1: Sampling (ISO 14820-1:2016);
German and English version prEN ISO 14820-1:2018

Engrais et amendements minéraux basiques –
Echantillonnage et préparation de l'échantillon –
Partie 1: Echantillonnage (ISO 14820-1:2016);
Version allemande et anglaise prEN ISO 14820-1:2018

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2018-11-30 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, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 115 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 14820-1:2018) enthält unverändert die Internationale Norm ISO 14820-1:2016, die vom Technischen Komitee ISO/TC 134 „Fertilizers, soil conditioners and beneficial substances“ (Sekretariat: ISIRI, Iran, Islamic Republic of) erarbeitet und aufgrund des Beschlusses des CEN/TC 260 „Düngemittel und Kalkdünger“ (Sekretariat: DIN, Deutschland) zur Übernahme als Europäische Norm EN ISO 14820-1 vorgeschlagen wird.

ISO 14820-1:2016 wurde als EN 1482-1:2007 von CEN/TC 260 im Rahmen des Mandats M/335 erarbeitet und ohne Änderungen außer den im Vorwort genannten vom Technischen Komitee ISO/TC 134 „Fertilizers, soil conditioners and beneficial substances“ angenommen.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 057-03-02 AA „Düngemittel“ des DIN-Normenausschusses 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 internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 3310-1 siehe DIN ISO 3310-1

Änderungen

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

- a) die EN Verweisungen (EN 1482-1 und EN 1482-2) sind in ISO Verweisungen (ISO 14820-1 und ISO 14820-2) geändert worden;
- b) die Definitionen in 3.1, 3.4 und 3.5 sind geringfügig modifiziert worden, um sie an die in ISO 8157:2015 angegebenen anzugleichen. ISO 8157 wurde den Literaturhinweisen hinzugefügt;
- c) in 4.2.2, 5.3.1, 5.6.1, 5.6.4.3.5, 5.7, 5.11.2.1 und A.3 wurden Anmerkungen in normalen Text geändert;
- d) in 5.2.3, 5.4.2, 5.6.3 und 5.7.2 werden die Geräte jetzt unter separaten Unterabschnittsnummern angegeben;
- e) ISO 2602 wurde von Abschnitt 2 in die Literaturhinweise verschoben; diese wird in A.5.1 lediglich im Zusammenhang mit „such as“ zitiert.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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

Düngemittel und Kalkdünger — Probenahme und Probenvorbereitung — Teil 1: Probenahme (ISO 14820-1:2016)

*Engrais et amendements minéraux basiques — Échantillonnage et préparation de l'échantillon — Partie 1 :
Échantillonnage (ISO 14820-1:2016)*

Fertilizers and liming materials — Sampling and sample preparation — Part 1: Sampling (ISO 14820-1:2016)

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokument-Stage: CEN-Umfrage
Dokument-Sprache: D

STD Version 2.9d

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	5
Vorwort	6
Einleitung	8
1 Anwendungsbereich	10
2 Normative Verweisungen	10
3 Begriffe	10
4 Probenahmepläne und quantitative Angaben	12
4.1 Allgemeines	12
4.2 Probenahmepläne	12
4.2.1 Bestimmung der Anzahl der Auswahleinheiten, die die beprobte Menge bilden	12
4.2.2 Identifizierung der zu entnehmenden Auswahleinheiten	13
4.2.3 Sammeln von Einzelproben	14
4.3 Quantitative Daten	14
4.3.1 Masse von Einzelproben	14
4.3.2 Masse von einzelnen Sammelproben/reduzierten Proben	14
4.3.3 Masse von mehrfachen Sammelproben	14
4.3.4 Masse der Endprobe	15
5 Verfahren zur Entnahme von Einzelproben	15
5.1 Allgemeines	15
5.2 Düngemittel als bewegtes Schüttgut auf einem Förderband — Verfahren durch Anhalten des Bandes	15
5.2.1 Allgemeines	15
5.2.2 Kurzbeschreibung	16
5.2.3 Geräte	16
5.2.4 Durchführung	16
5.3 Düngemittel als Schüttgut — Mechanische Probenahme während der Bewegung	16
5.3.1 Allgemeines	16
5.3.2 Durchführung	17
5.4 Düngemittel als Schüttgut — Manuelle Probenahme aus dem fallenden Strom	17
5.4.1 Kurzbeschreibung	17
5.4.2 Geräte	17
5.4.3 Durchführung	17
5.5 Feste Düngemittel als Schüttgut — Manuelles Probenahmeverfahren durch Bewegung des Schüttgutes	18
5.5.1 Allgemeines	18
5.5.2 Durchführung	19
5.6 Feste Düngemittel in Packungen — Reduzierverfahren mit dem rotierenden mechanischen Probenteiler	19
5.6.1 Allgemeines	19
5.6.2 Kurzbeschreibung	19
5.6.3 Geräte	19
5.6.4 Durchführung	20
5.6.5 Vorsichtsmaßnahmen	21
5.7 Feste Düngemittel in Packungen — Reduzierverfahren mit dem Riffelprobenteiler	21
5.7.1 Allgemeines	21

5.7.2	Geräte.....	22
5.7.3	Durchführung	22
5.8	Probenahme fester Düngemittel in Packungen — Manuelles Verfahren	24
5.9	Probenahme aus Zwischenlager-Groß-Containern (IBCs) durch kontrolliertes Ausfließen	24
5.9.1	Allgemeines	24
5.9.2	Kurzbeschreibung	25
5.9.3	Sicherheit	25
5.9.4	Geräte.....	25
5.9.5	Gewinnung von Einzelproben.....	27
5.9.6	Vorsichtsmaßnahmen	28
5.10	Probenahme aus Zwischenlager-Groß-Containern (IBCs) — Manuelles Verfahren	29
5.10.1	Kurzbeschreibung	29
5.10.2	Durchführung	29
5.11	Probenahme von flüssigen Düngemitteln	29
5.11.1	Allgemeines	29
5.11.2	Geräte.....	29
5.11.3	Durchführung	30
6	Reduzierung der Sammelprobe	32
6.1	Allgemeines	32
6.2	Feste Düngemittel	32
6.2.1	Allgemeines	32
6.2.2	Durchführung	32
6.3	Flüssige Düngemittel.....	33
6.3.1	Geräte.....	33
6.3.2	Durchführung	33
7	Herstellung der Endprobe durch Teilung	33
8	Praktische Vorkehrungen für End-(Laboratoriums-)Proben	33
8.1	Behälter.....	33
8.2	Versiegelung der Behälter	33
8.3	Beschriftung von Endproben	34
8.4	Versand der Endprobe.....	34
8.5	Lagerung der Endproben.....	34
9	Probenahmebericht.....	34
9.1	Allgemeines	34
9.2	Unbedingt notwendige Angaben.....	34
9.3	Zusätzliche Angaben.....	35
Anhang A (normativ) Prüfung auf systematische Abweichungen bei mechanischen Probenehmern		36
A.1	Kurzbeschreibung.....	36
A.2	Geräte.....	36
A.3	Prüfbedingungen	36
A.4	Durchführung	36
A.4.1	Sammeln von Einzelproben.....	36
A.4.2	Probenvorbereitung.....	37
A.4.3	Analyse der Proben.....	37
A.5	Angabe der Ergebnisse.....	37
A.5.1	Allgemeiner Fall, bei dem die durch die beiden Verfahren gewonnenen Einzelproben nicht vollständig miteinander übereinstimmen.....	37
A.5.2	Sonderfall, bei dem die mit Hilfe der beiden Verfahren genommenen Proben exakt miteinander übereinstimmen	38
A.6	Interpretation der Ergebnisse	38
Anhang B (informativ) Beispiele für rotierende Probenteiler		40

Anhang C (normativ) Prüfung auf systematische Abweichungen beim rotierenden Probenteiler	43
Anhang D (informativ) Beispiele für Geräte zur Beprobung von flüssigen Düngemitteln.....	44
Anhang E (normativ) Mischverfahren für flüssige Düngemittel.....	52
E.1 Allgemeines	52
E.2 Kleine Behälter	52
E.2.1 Schütteln von Hand	52
E.2.2 Schwenken	52
E.3 Trommeln und Fässer (bis etwa 1,8 m tief).....	52
E.3.1 Wechselndes hin und her schwenken.....	52
E.3.2 Hin- und Herrollen	52
E.3.3 Mechanisch angetriebener Trommelschüttler oder -roller	52
E.3.4 Mechanisches Mischen	53
E.3.5 Mischen von Hand	54
E.3.6 Komprimiertes Gas	55
E.4 Flache Tanks.....	55
E.5 Tiefe Tanks.....	55
E.5.1 Allgemeines	55
E.5.2 Pumpzirkulation.....	56
E.5.3 Komprimiertes Gas	56
E.6 Sicherheitsmaßnahmen für die Probenahme von Mehrphasen-Flüssigkeiten einschließlich Schlämmen	56
E.7 Sicherheitsmaßnahmen für die Probenahme von Flüssigkeiten mit signifikantem Dampfdruck.....	57
E.7.1 Einleitung	57
E.7.2 Allgemeine Sicherheitsmaßnahmen	57
E.7.3 Druckverflüssigte Gase bei Umgebungstemperatur.....	57
E.8 Sicherheitsmaßnahmen gegen statische Elektrizität.....	57
E.8.1 Entstehung statischer Elektrizität.....	57
E.8.2 Entladung statischer Elektrizität.....	58
Literaturhinweise.....	59

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 14820-1:2016 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 134 „Fertilizers and soil conditioners“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als prEN ISO 14820-1:2018 durch das Technische Komitee CEN/TC 260 „Düngemittel und Kalkdünger“ übernommen, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 1482-1:2007 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 14820-1:2016 wurde von CEN als prEN ISO 14820-1:2018 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Themen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Eine Erläuterung der Bedeutung ISO-spezifischer Benennungen und Ausdrücke, die sich auf Konformitätsbewertung beziehen, sowie Informationen über die Beachtung der WTO-Grundsätze zu technischen Handelshemmnissen (TBT, en: Technical Barriers to Trade) durch ISO enthält der folgende Link: Foreword - Supplementary information.

ISO 14820-1:2016 wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 260, *Düngemittel und Kalkdünger* (als EN 1482-1:2007) erarbeitet und ohne Änderungen außer den nachfolgend festgelegten vom Technischen Komitee ISO/TC 134, *Fertilizers and soil conditioners* angenommen.

- Die EN Verweisungen (EN 1482-1 und EN 1482-2) sind in ISO Verweisungen (ISO 14820-1 und ISO 14820-2) geändert worden.
- Die Definitionen in 3.1, 3.4 und 3.5 sind geringfügig modifiziert worden, um sie an die in ISO 8157:2015 angegebenen anzugleichen. ISO 8157 wurde den Literaturhinweisen hinzugefügt.
- Um Übereinstimmung herzustellen, wurde im gesamten Text „rotating sample divider“ geändert in „rotary sample divider“. (Der Begriff „rotary“ war in EN 1482-1:2007, Anhang A und Anhang C und in EN 1482-2:2007, 5.1 bereits verwendet worden.)
- In 4.2.2, 5.3.1, 5.6.1, 5.6.4.3.5, 5.7, 5.11.2.1 und A.3 wurden Anmerkungen in normalen Text geändert.
- In 5.2.3, 5.4.2, 5.6.3 und 5.7.2 werden die Geräte jetzt unter separaten Unterabschnittsnummern angegeben.
- ISO 2602 wurde von Abschnitt 2 in die Literaturhinweise verschoben; diese wird in A.5.1 lediglich im Zusammenhang mit „such as“ zitiert.

ISO 14820 besteht aus den folgenden Teilen unter dem Haupttitel *Düngemittel und Kalkdünger — Probenahme und Probenvorbereitung*:

- *Teil 1: Probenahme*
- *Teil 2: Probenvorbereitung*

Einleitung

Dieser Teil von ISO 14820 beinhaltet die folgenden Aspekte der Probenahme, die sich aus den nachfolgend 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 77/535 EWG (ersetzt durch die Verordnung (EG) Nr. 2003/2003).
- Probenahmeverfahren: ISO 3963 und 77/535 EWG (ersetzt durch die Verordnung (EG) Nr. 2003/2003).
- Reduzierung: ISO 7410, ISO 7742, ISO 8358 und 77/535 EWG (ersetzt durch die Verordnung (EG) Nr. 2003/2003).
- Probenahmeberichte: ISO 5306 und 77/535 EWG (ersetzt durch die Verordnung (EG) Nr. 2003/2003).

ISO 14820-2 beinhaltet die Reduzierung und Vorbereitung der Proben für die Analyse.

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

Der wesentliche Grundsatz der repräsentativen Probenahme besteht darin, dass jedes Partikel die gleiche Chance hat, ausgewählt oder zurückgewiesen zu werden. Dieser Grundsatz kann im Falle von losen Schüttguthaufwerken oder großen Lagertanks für flüssige Düngemittel nicht ohne weiteres erfüllt werden, da der größte Teil des Materials von keiner Probenahmeeinrichtung erreicht werden kann. In diesen Fällen sollte das Düngemittel bei der Umlagerung, beim Aufschütten des Haufwerks, bei der Befüllung des Lagertanks oder beim Versand beprobt werden, oder es wird eigens zum Zweck der Probenahme bewegt.

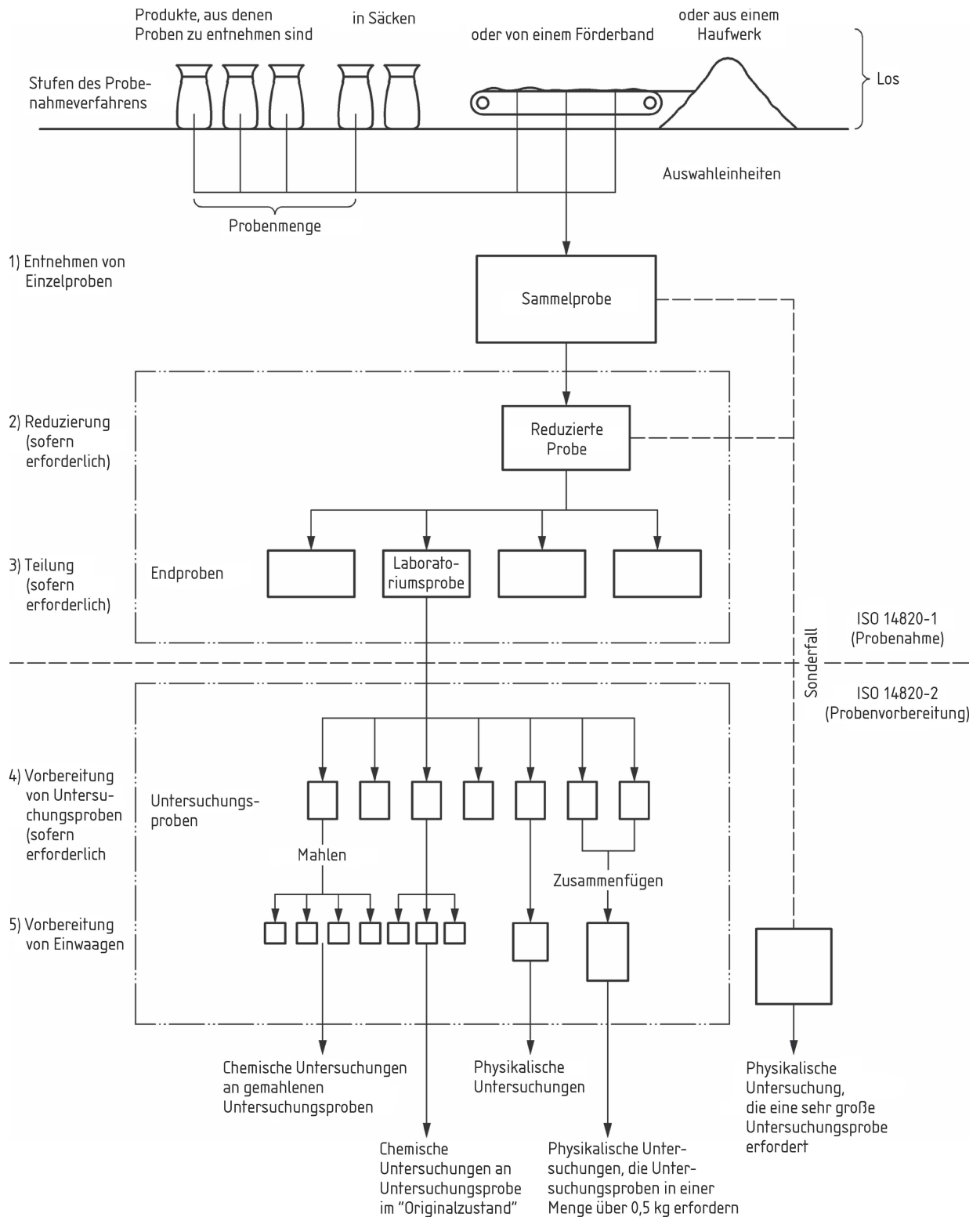


Bild 1 — Schematische Darstellung des Probenahmeverfahrens für Feststoffe

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 14820 legt Probenahmepläne und Verfahren für die repräsentative Probenahme von Düngemitteln und Kalkdüngern zur Gewinnung von Proben für physikalische und chemische Untersuchungen aus Verpackungen und Behältern bis einschließlich 1 000 kg Inhalt, aus flüssigen Produkten und aus Schüttgut, wenn sich das Produkt in Bewegung befindet, fest.

Er ist anwendbar auf die Probenahme aus Losen von Düngemitteln oder Kalkdüngern für den Weiterverkauf oder die Vorbereitung für den Weiterverkauf an Dritte als solche oder in kleineren Losen, die der lokalen, nationalen oder regionalen Gesetzgebung unterliegen. Wenn gesetzliche Regeln es erfordern, erfolgt die Probenahme nach diesem Teil von ISO 14820.

ANMERKUNG Der Begriff Düngemittel ist durchgängig in diesem Dokument verwendet worden und schließt, wenn nicht anders angegeben, Kalkdünger ein.

Dieser Teil von ISO 14820 enthält keine vollständigen statistischen Probenahmepläne.

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 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: unter <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online Browsing Platform: unter <http://www.iso.org/obp>

3.1

Sammelprobe

Vereinigung aller Einzelproben aus dem Los

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Einzelproben können in gleicher Anzahl zum Bilden verschiedener Sammelproben zusammengestellt werden, die ihrerseits getrennt für die statistische Auswertung reduziert und analysiert werden können.

[QUELLE: ISO 8157:2015, 2.6.4].

3.2

Lieferung

Menge eines gleichzeitig gelieferten Materials

3.3

Teilung

Vorgang der Herstellung einer Anzahl repräsentativer kleinerer Mengen von jeweils etwa der gleichen Masse aus einer größeren Masse

3.4

Endprobe

repräsentativer Teil der reduzierten Probe oder, sofern keine Reduzierung erforderlich ist, der Sammelprobe

Anmerkung 1 zum Begriff Häufig wird von der reduzierten Probe (oder von der Sammelprobe) mehr als eine Probe gleichzeitig vorbereitet. Eine oder mehrere dieser Endproben werden als Laboratoriumsprobe oder -proben verwendet, während die anderen für Referenzzwecke aufbewahrt werden können.

[QUELLE: ISO 8157:2015, 2.6.6].

3.5

Einzelprobe

repräsentative Menge eines Materials, die einer Auswahleinheit entnommen wurde

Anmerkung 1 zum Begriff Diese kann aus einer Anzahl von Teilproben bestehen.

[QUELLE: ISO 8157:2015, 2.6.3].

3.6

Laboratoriumsprobe

Endprobe, die für die Analyse im Labor oder Untersuchung bestimmt ist

3.7

Los

Gesamtmenge eines Materials, bei der davon ausgegangen wird, dass sie die gleichen Eigenschaften aufweist, und die unter Verwendung eines bestimmten Probenahmeplans beprobt wird

3.8

reduzierte Probe

repräsentativer Teil der Sammelprobe, der in einem Reduzierungsverfahren so gewonnen wurde, dass die Masse ungefähr der Masse der End(Laboratoriums)proben entspricht

3.9

Reduzierung

Vorgang der Herstellung einer repräsentativen kleineren Düngemittelmasse aus einer größeren Masse, wobei der Rest verworfen wird

3.10

Auswahleinheit

definierte, abgegrenzte Menge eines Materials, wobei die Abgrenzung physikalisch (z. B. ein Behälter) oder hypothetisch (z. B. eine bestimmte Zeit oder ein Zeitintervall im Falle eines fließenden Materials) sein kann

3.11

beprobte Menge

Menge eines Materials, die aus allen Auswahleinheiten besteht, aus denen Einzelproben zu ziehen sind, und deren Eigenschaften als einheitlich angenommen werden

4 Probenahmepläne und quantitative Angaben

4.1 Allgemeines

Korrekte Probenahme ist ein schwieriger Vorgang, der große Sorgfalt erfordert. Die Notwendigkeit, eine vollständige, repräsentative Probe sowohl für die chemische als auch für die physikalische Prüfung von Düngemitteln zu erhalten, kann nicht genug hervorgehoben werden. Es sind Probenahmepläne erstellt worden, die eine Variationsbreite von Düngemittelmengen abdecken und die die Grundlage verschiedener Internationaler Normen bilden (siehe Literaturhinweise).

Die in diesem Teil von ISO 14820 enthaltenen Probenahmepläne basieren nicht auf streng statistischen Grundsätzen, jedoch müssen die nach den in diesem Abschnitt beschriebenen Verfahren erhaltenen Proben als repräsentativ für das originale Los 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 handelsüblichen Bewertung einer kleinen Düngemittelmenge gilt eine Endprobe als ausreichend, jedoch darf diese nachfolgend in eine Anzahl identischer Proben geteilt werden.

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

ANMERKUNG Zum Beispiel sollte eine Lieferung von 5 000 t mindestens wie fünf Lieferungen von jeweils 1 000 t behandelt werden und es sollten fünf getrennte Proben genommen und vorbereitet werden. Die Bestimmung in diesem Teil von ISO 14820 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 Auswahleinheiten, die die beprobte Menge bilden

4.2.1.1 Allgemeines

Die Anzahl der Auswahleinheiten, aus denen Einzelproben zu nehmen sind, hängt von der Losgröße ab.

4.2.1.2 Produkte in Packungen oder Behältern

Im Falle von Produkten in Packungen oder Behältern besteht die Auswahleinheit aus einer Packung, und die Anzahl der einzelnen Packungen, aus denen Einzelproben zu entnehmen sind, sollte nach Tabelle 1 ermittelt werden. Hierbei handelt es sich üblicherweise um Packungen, die nicht mehr als 50 kg enthalten — größere Behälter, wie Zwischenlager-Groß-Container (IBCs), sollten nach dem in 5.9 oder 5.10 angegebenen Verfahren beprobt werden. Für Packungen, die weniger als 1 kg wiegen, kann es erforderlich sein, die Anzahl zu erhöhen, um eine ausreichend große Sammelprobe sicherzustellen.

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

Größe des Loses	Kleinste Anzahl der Auswahleinheiten
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 Zahl der vorhandenen Packungen
Mehr als 400 Packungen	20

4.2.1.3 Schüttgut

Wenn das Produkt als Schüttgut vorliegt, hängt die Anzahl der Auswahleinheiten, aus denen Einzelproben genommen werden sollten, von der vorhandenen Gesamtmasse ab. Die Anzahl der zu entnehmenden Auswahleinheiten sollte nach Tabelle 2 ermittelt werden.

Tabelle 2 — Anzahl der Auswahleinheiten, aus denen Einzelproben zu nehmen sind

Größe des Loses	Kleinste Anzahl der Auswahleinheiten
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 Zahl der vorhandenen Tonnen
Mehr als 400 t	40

4.2.2 Identifizierung der zu entnehmenden Auswahleinheiten

4.2.2.1 Feste und flüssige Düngemittel in Packungen oder Behältern

Die Packungen des Loses oder der zu beprobenden Einheit sind nacheinander zu identifizieren, und unter Verwendung eines Zufallszahlensystems sind diejenigen Packungen auszuwählen und zu kennzeichnen, aus denen Einzelproben zu entnehmen sind.

4.2.2.2 Schüttgut und lose flüssige Düngemittel in Bewegung

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

Die Anzahl der vorhandenen Auswahleinheiten wird aus der Gesamtmasse berechnet. Unter Verwendung einer Zufallszahlentabelle werden die Auswahleinheiten ausgewählt, aus denen während des Bewegens die Einzelproben zu entnehmen sind. Die Auswahleinheiten werden in chronologischer Reihenfolge ihrer Entstehung nummeriert. Die Zeit, die das Material benötigt, um den Probenahmepunkt zu passieren wird abgeschätzt.

Diese Zeit wird in gleiche Zeitintervalle aufgeteilt, so dass die Anzahl der Intervalle mindestens der doppelten Mindestanzahl an Auswahleinheiten, die nach Tabelle 2 zu beproben sind, entspricht und so dass jede Auswahleinheit nicht mehr als 5 t umfasst. Die Zeitintervalle sind die Auswahleinheiten. Aus diesen Auswahleinheiten wird durch Zufallsauswahl eine Zahl ausgewählt, aus der Einzelproben zu entnehmen sind. Innerhalb jeder der ausgewählten Auswahleinheiten wird durch Zufallsauswahl eine Zeit ausgewählt, zu der die Einzelprobe zu entnehmen ist.

Wenn die Geschwindigkeit des Förderbandes oder die Durchflussgeschwindigkeit in der Rohrleitung 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 Probenehmer arbeiten üblicherweise in festgelegten Zeitintervallen. In diesem Fall werden die Einzelproben über die gesamte Zeitspanne gesammelt und können nicht als zufällig genommen betrachtet werden. Für legislative Zwecke muss der mechanische Probenehmer 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 wird eine Einzelprobe aus jeder der ausgewählten Packungen (Auswahlseinheiten 4.2.2.1) entnommen.

4.2.3.3 Produkt im Schüttgutbehälter

Die entsprechende Anzahl an Einzelproben wird nach dem in 5.9 und/oder 5.10 angegebenen Verfahren entnommen.

4.2.3.4 Feste Düngemittel als Schüttgut

Die entsprechende Anzahl an Einzelproben wird nach den in 5.2 bis 5.5 angegebenen Verfahren entnommen.

4.2.3.5 Flüssige Düngemittel

Es wird nach dem entsprechenden in 5.11 beschriebenen Verfahren vorgegangen.

4.3 Quantitative Daten

4.3.1 Masse von Einzelproben

Üblicherweise sollten Einzelproben jeweils eine Masse von mindestens 250 g aufweisen. Für Mischdünger 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 werden vereinigt und gründlich gemischt. Falls erforderlich, wird die Sammelprobe reduziert, 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.

4.3.3 Masse von mehrfachen Sammelproben

Vor der Reduzierung zu Endproben werden alle gesammelten Einzelproben zu einer Probe zusammengegeben und gründlich gemischt. Jede Probe muss mindestens über eine Endmasse verfügen, die dem 4fachen der größten zur Prüfung geforderten Masse entspricht. Dieser Ablauf wird für jede Probe wiederholt.

4.3.4 Masse der Endprobe

Die Masse jeder Endprobe für chemische Untersuchungen muss mindestens 500 g betragen. Für physikalische Untersuchungen ist diese Masse von der/den jeweils durchzuführenden Prüfung(en) abhängig.

5 Verfahren zur Entnahme von Einzelproben

5.1 Allgemeines

Packungen mit einer Masse bis einschließlich 50 kg dürfen durch ein Reduzierverfahren (siehe 5.6) beprobt werden, beginnend mit dem Gesamtinhalt der Packung oder aus ausgewählten Packungen unter Verwendung eines Probenstechers, letzteres jedoch nur, wenn das Produkt homogen ist oder es sich um eine einzelne Chemikalie (wie Harnstoff, Ammoniumnitrat oder Ammoniumsulfat) handelt und wenn die Probenahme ausschließlich für chemische Analysen vorgesehen ist. Schüttgutcontainer 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 Probenahmeeinrichtungen 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 kontrolliert 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 Probenahmeprozesse 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 Entladung. 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 angewendet.

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 sollte in der Lage sein, den gesamten Querschnitt des Förderbandes ohne außerordentliche körperliche Anstrengung zu erreichen. Der Arbeitsplatz für die 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

5.2.3.1 Zwei parallele feste Platten, geformt entsprechend den Eigenschaften 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.

Es wird empfohlen, einen Metallrahmen einzusetzen, der die festen Platten trägt. Dieser Rahmen kann dann in einem einzigen Arbeitsgang über dem Förderband angeordnet werden. Sollte dies 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 eingesetzt 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, werden die beiden festen Platten parallel (5.2.3.1) in einem ausreichenden Abstand voneinander eingesetzt, so dass eine Einzelprobe von mindesten 1 kg Masse wie folgt erhalten wird:

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

Die Düngemittelmengen, die das Einsetzen der Platten behindern, werden wie folgt verschoben:

- im Falle der Platte in Abwärtsbewegung, in die Probe;
- im Falle der Platte gegen die Förderrichtung, aus der Probe heraus.

So schnell wie möglich wird das gesamte sich zwischen den beiden festen parallelen Platten befindliche Material in einen geeigneten luftdichten Behälter gegeben.

Die Platten werden entfernt, und es ist sicherzustellen, dass auf dem Förderband nichts zurückgeblieben ist, was im weiteren Verlauf einen Schaden verursachen könnte. Das Förderband wird wieder in Betrieb genommen.

Dieser Ablauf wird für jede Einzelprobe wiederholt.

5.3 Düngemittel als Schüttgut — Mechanische Probenahme während der Bewegung

5.3.1 Allgemeines

In einem Düngemittelumschlagssystem installierte mechanische Probenahmeeinrichtungen sind ein geeignetes Mittel zur Probenahme, vorausgesetzt, der Zeitablauf der Entnahme der Einzelproben kann manuell überwacht werden, um das Zufallsprinzip bei der Zeitauswahl sicherzustellen. Eine Reihe unterschiedlicher Typen steht zur Verfügung, und dieser Teil von ISO 14820 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 einer Einrichtung irgendwelche Proben für Kontrollzwecke genommen werden, sollte diese unter Anwendung des im Anhang A angegebenen Verfahrens auf systematische Abweichungen geprüft werden.

Das im Anhang A angegebene Verfahren zur Überprüfung der systematischen Abweichung ist anwendbar auf jede mechanische Probenahmeeinrichtung, die an einer beliebigen Stelle in einem Massengutumschlagssystem installiert ist, unter der Voraussetzung, dass das Düngemittel entweder vor oder nach der Einrichtung ein Förderband durchläuft oder dass es anschließend in Säcke abgefüllt wird, so dass eine Referenzprobenahme durchgeführt werden kann.

Die mechanische Probenahmeeinrichtung darf für die Entnahme von Proben sowohl für chemische Analysen als auch für physikalische Prüfungen eingesetzt werden.

5.3.2 Durchführung

Die Gewinnung der Einzelproben erfolgt unter Anwendung der mechanischen Probenahmeeinrichtung zu den nach 4.2.2.2 ausgewählten Zeiten.

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 gefahrlos ausgeführt werden können.

5.4.1 Kurzbeschreibung

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

5.4.2 Geräte

5.4.2.1 Edelstahlprobenahmebecher.

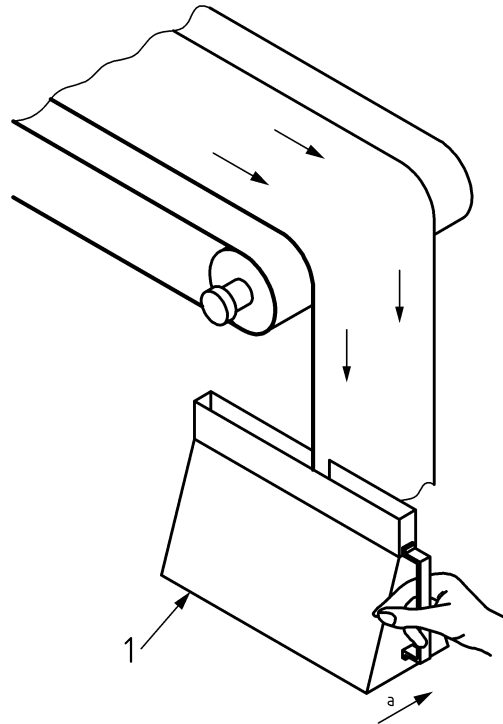
Zur Beprobung eines wie in Bild 2 gezeigten frei fallenden Düngemittelstromes muss ein Edelstahlprobenahmebecher nach Bild 3 verwendet werden. Der Becher sollte mindestens dreimal so lang sein, wie der fallende Strom, aus dem die Proben zu nehmen sind, breit ist, und die Becheröffnung muss scharfkantig sein, um einen sauberen Schnitt sicherzustellen. Das Mindestnennvolumen sollte 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 (5.4.2.1) 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 nicht im Strom befindet, wenn er nicht in Gebrauch ist..

Der Becher wird für jede Auswahlinheit an zufällig ausgewählten Zeiten wie entsprechend 4.2.2.2 vorgesehen während des Transportvorganges durch den Strom geführt. Es ist sicherzustellen, dass die Durchläufe bei gleich bleibender Geschwindigkeit ausgeführt werden, so dass der Becher jedes Mal etwa bis zur Hälfte gefüllt wird.

Die Becherinhalte aus jedem Durchlauf werden jeweils in einen geeigneten luftdichten Behälter entleert.



Legende

- 1 Probenahmebecher
- a Bewegungsrichtung des Probenahmebeckers

Bild 2 — Probenahme aus dem frei fallenden Strom

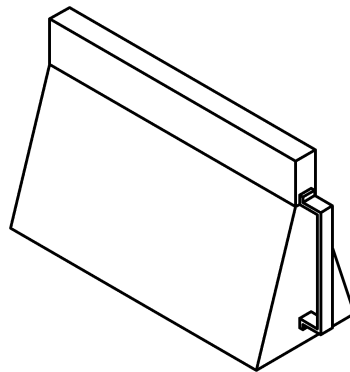


Bild 3 — Beispiel für einen Strom-Probenahmebecher

5.5 Feste Düngemittel als Schüttgut — Manuelles Probenahmeverfahren durch Bewegung des Schüttgutes

5.5.1 Allgemeines

Wenn sich das zu beprobende Düngemittel als Schüttgut in 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, dann macht es sich erforderlich, dass das Haufwerk durch den Probenahmebeauftragten bewegt wird.

Dies kann erreicht werden, indem das Düngemittel mit einer mechanischen Schaufel entweder in einen darüber befindlichen Trichter mit kontrollierbarem Bodenauslass und ausreichendem Füllvolumen zur Aufnahme von mindestens einer Schaufelfüllung der mechanischen Schaufel oder auf ein daneben befindliches Förderband verbracht wird.

5.5.2 Durchführung

Die einzelnen Schaufelinhalte werden als Auswahlseinheiten genommen. Die zu beprobenden Einheiten werden nach dem Zufallszahlenprinzip ausgewählt. Die Einzelproben aus jeder gewählten Auswahlseinheit werden nach einem der beiden folgenden Verfahren erhalten:

- a) Passieren eines Hängetrichters. Die Zeit, die die gewählte Auswahlseinheit benötigt, um den Trichter zu passieren, wird berechnet. Das Düngemittel wird in den Trichter geladen, 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 luftdichten Behälter so lange aufbewahrt werden, bis sie für die Herstellung der Sammelprobe benötigt werden.
- b) Laden auf ein Förderband und Entnahme von Einzelproben in 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 — Reduziervverfahren 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 zur Vorbereitung reduzierter Proben, Endproben oder Laboratoriumsproben eingesetzt werden.

Durch Auswahl der geeigneten Geräte ist das Verfahren zur Reduzierung einer Probe beliebiger Masse oberhalb eines durch die Partikelgröße und Partikelanzahl bestimmten Minimums anwendbar.

5.6.2 Kurzbeschreibung

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

5.6.3 Geräte

5.6.3.1 Rotierender Probenteiler

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

Um die unten angegebenen Kriterien erfüllen zu können, wird der Probenteiler über einen Trichter gespeist, der mit einer Reihe austauschbarer Aufsätze mit unterschiedlichen Austrittsöffnungen versehen ist.

Ein Standard-Probenteiler arbeitet mit einer Umdrehungsfrequenz von etwa 60 min^{-1} , welche auf etwa 360 min^{-1} erhöht werden kann, wobei sich jedoch die Varianz der Probenteilung verringert, da eine größere Anzahl an Teilproben genommen wird. Jedoch ist Vorsicht geboten, um sicherzustellen, dass keine systematischen Abweichungen auftreten, weil größere Partikel von den sich schnell bewegendenden Rändern des Probenteilers zurückprallen und weil Partikel zerschlagen werden.

Der Trichter kann auch auf der vertikalen Achse des Auffangbehälters so angebracht sein, dass die Befüllung über den Verteilerkegel oder außermittig erfolgt, wenn kein solcher Kegel erforderlich ist.

Beispiele für rotierende Probenteiler sind in Anhang B, Bilder B.1, B.2 und B.3 angegeben.

Alle Probenteiler müssen die folgenden Grundanforderungen erfüllen:

- a) Der Öffnungsbereich des Abtrenners oder Schlitzes muss mindestens dreimal, vorzugsweise jedoch fünfmal so groß wie die maximale Partikelgröße 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 Partikel die gleiche Chance hat, in die Teilprobe zu gelangen. Vorausgesetzt, dass alle Bereiche des Düngemittelstromes im entsprechenden Verhältnis beprobt 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 wird nach den in 5.6.4.2 oder 5.6.4.3 festgelegten Verfahren vorgegangen.

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 (5.6.3.1) wird in Bewegung gesetzt und es wird kurze Zeit bis zum Erreichen einer stabilen Umdrehungsfrequenz abgewartet (eine Zeitspanne von 15 s bis 20 s ist dafür üblicherweise ausreichend).

Der Vorratstrichter wird mit dem Inhalt der Packung befüllt und anschließend wird die Rückhaltevorrichtung am Trichterboden geöffnet.

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

Dieser Vorgang wird so lange wiederholt, bis der gesamte Inhalt der Packung den Probenteiler passiert hat.

5.6.4.2.2 In Abhängigkeit von der geforderten Größe der Einzelprobe wird eine entsprechende Anzahl der durch den Teiler erhaltenen Teilproben genommen und vereinigt und in einen luftdichten Behälter gegeben. Der Rückstand wird verworfen.

5.6.4.2.3 Die in 5.6.4.2.1 und 5.6.4.2.2 beschriebenen Verfahrensschritte werden an den vereinigten Fraktionen wiederholt, 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 wird nach dem in 5.6.4.2.1 beschriebene Verfahren vorgegangen.

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 wird eine entsprechende Anzahl der durch den Teiler gebildeten Teilproben genommen und vereinigt und in einen luftdichten Behälter gegeben. Der Rückstand wird verworfen.

5.6.4.3.3 Die in 5.6.4.3.1 und 5.6.4.3.2 angegebenen Arbeitsschritte werden so oft wie notwendig wiederholt, um die Packung vollständig zu entleeren, wobei jedes Mal die abgetrennten Fraktionen in den Behälter gegeben 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 wird durch Abwiegen in n gleiche Teile aufgeteilt ($n = M/m$), wobei M die Gesamtmasse der Originalpackung und m das Fassungsvermögen des Probenteilers ist.

Der erste der n Teile wird nach 5.6.4.2 durch den Probenteiler gegeben.

In Abhängigkeit von der geforderten Masse der Einzelprobe und der Variation zwischen den Teilproben wird eine Anzahl von Teilproben genommen. Diese Teilprobe(n) wird (werden) in einen luftdichten Behälter gegeben und der Rest wird verworfen.

Diese Verfahrensschritte werden an den Resten der n Teile wiederholt und die ausgewählten Teilproben werden dem Behälter hinzugefügt. Die Massen der aus den n Arbeitsgängen gesammelten Mengen sollten einander so gleich wie möglich sein.

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

5.6.5 Vorsichtsmaßnahmen

5.6.5.1 Es ist sicherzustellen, dass die gesamte Einrichtung 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 Feuchtigkeit zu vermeiden.

5.6.5.3 Proben sind, ausgenommen während des direkten Reduziervorgangs, in luftdichten 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 Reduzierverfahren zu erhalten. Das in 5.7.2 beschriebene Verfahren ist weniger genau und könnte systematische Abweichungen verursachen. Das Ausmaß dieser systematischen Abweichungen wird von der Art des Düngemittels und der im Anschluss durchzuführenden Prüfungen abhängig sein. So werden zum Beispiel die Standardabweichungen für die Ergebnisse der Korngrößenanalyse an Wiederholproben, die unter Anwendung der beiden beschriebenen Reduzierverfahren und durch Kegelteilung und Viertelung (siehe 6.2.2.3) erhalten wurden, etwa das nachstehende Verhältnis aufweisen:

$$s_r : s_f : s_c = 1,0 : 1,5 : 3,5$$

Dabei ist

s_r die Standardabweichung eines rotierenden Probenteilers;

s_f die Standardabweichung eines Riffelprobenteilers;

s_c die Standardabweichung für Kegelteilung und Viertelung.

5.7.2 Geräte

5.7.2.1 Riffelprobenteiler.

Ein Riffelprobenteiler ist ein Zweiwegeteiler ohne sich bewegende Teile. Er besteht aus einem Trichter mit zwei senkrechten 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 Partikelgröße plus 5 mm. Jeder Schlitz bildet die Öffnung eines Auslasses; alternierende Auslässe beschicken in entgegen gesetzter 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

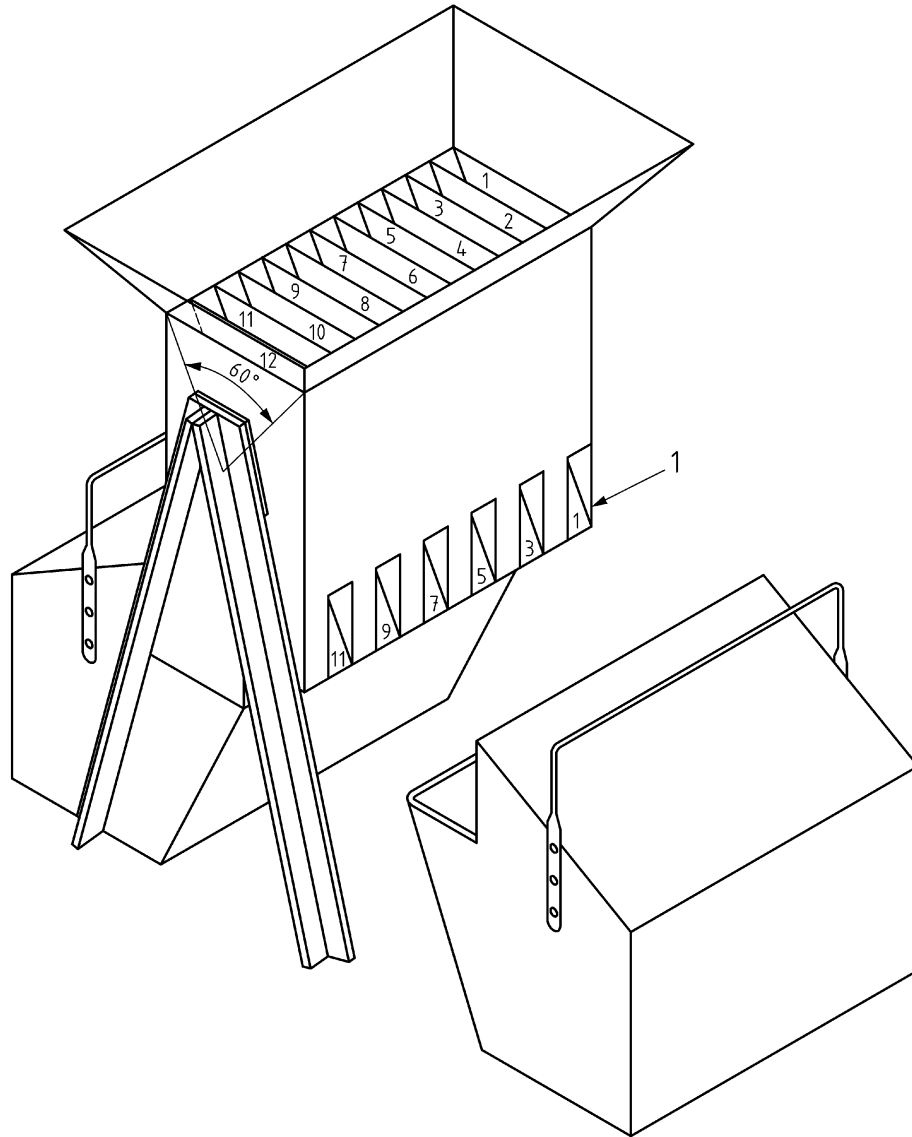
Sobald die Sammelbehälter richtig angeordnet sind, wird das Düngemittel aus der Packung vorsichtig über die gesamte Breite des Riffelteilers (5.7.2.1) in den Trichter gegeben, so dass ein dünner Vorhang des Materials senkrecht und gleichmäßig in alle Schlitzte fällt. Falls ein senkrechter Vorhang nicht aufrechterhalten wird, fällt mehr Material in den Sammelbehälter, der von der ausführenden Person am weitesten 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, wird der Inhalt eines Sammelbehälters verworfen, und wenn die Menge größer ist als die für die Einzelprobe erforderliche Masse, wird der Inhalt der anderen zurück durch den Riffelprobenteiler gegeben und in zwei neue Sammelbehälter entleert.

In Abhängigkeit vom Reduzierungsgrad wird dieser Vorgang wiederholt, wobei der Inhalt der Ersatz-Sammelbehälter verworfen wird.

Packungen, deren Volumen größer ist als das Fassungsvermögen des Riffelprobenteilers, sollten in gleich große Mengen geteilt werden, die jeweils innerhalb des Fassungsvermögens des Riffelprobenteilers liegen. Jede Menge wird getrennt in den Riffelprobenteiler gegeben, wobei der Inhalt eines Behälters zurückgehalten und der der anderen verworfen wird. Das behaltene Material wird gut durchmischt und nochmals in gleich große Mengen geteilt, die innerhalb des Fassungsvermögens des Riffelprobenteilers liegen. Dieser Riffelvorgang wird wiederholt, bis die Probengröße innerhalb des Fassungsvermögens des Riffelprobenteilers liegt.

Alle Einzelproben werden in einem luftdichten Behälter gelagert, bis sie zur Herstellung der Sammelprobe benötigt werden.



Legende

1 alternierende Abschnitte auf jeder Seite

Bild 4 — Riffelprobenteiler

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

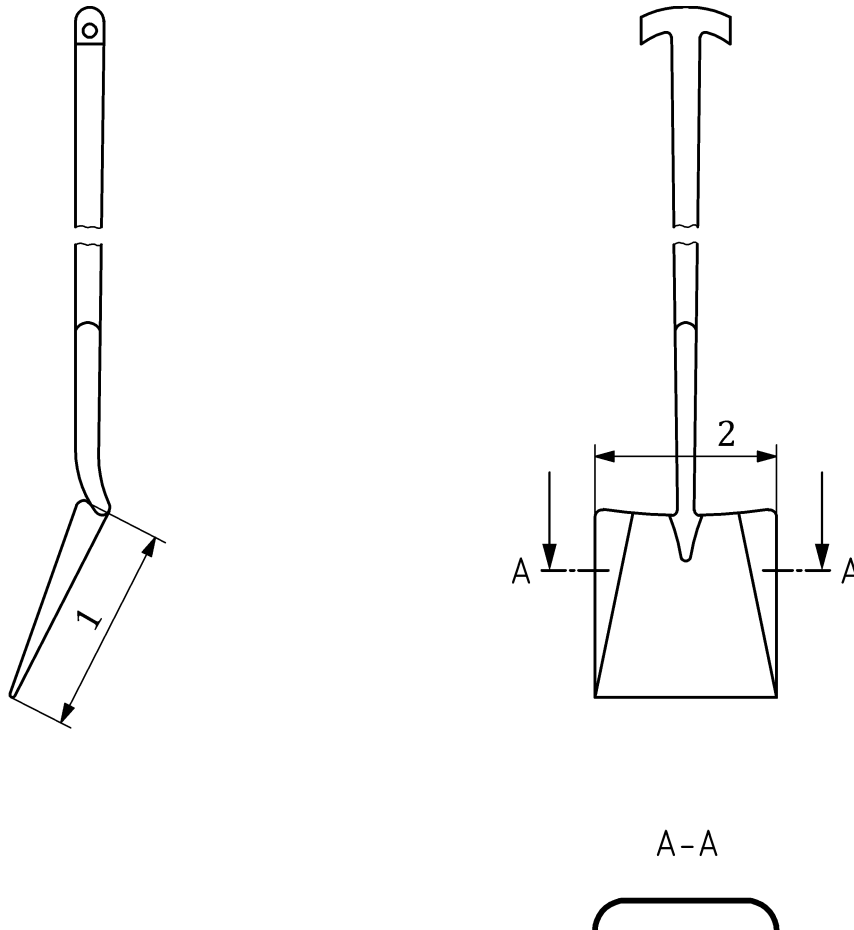
Die Riffelprobenteilung sollte so schnell wie möglich durchgeführt werden, um den Verlust oder die Aufnahme von Feuchtigkeit zu vermeiden.

Das Beschicken des Trichters aus wechselnden Sammelbehältern aus wechselnden Richtungen unterstützt die Vermeidung systematischer Abweichungen durch ungenaue Bedientechnik.

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

5.8 Probenahme fester Düngemittel in Packungen — Manuelles Verfahren

Der Inhalt jeder der Packungen wird separat auf eine saubere, trockene Fläche geschüttet, gründlich mit einer Schaufel (siehe Bild 5) durchmischt, und anschließend wird eine Schaufelvoll als Einzelprobe dieser Packung abgenommen. Der verbleibende Rest wird zurück in die Packung gegeben. Die Proben werden in luftdichten Behältern gelagert.



Legende

- 1 Länge des Schaufelblattes
- 2 Breite des Schaufelblattes

Bild 5 — Beispiel für eine Schaufel

5.9 Probenahme aus Zwischenlager-Groß-Containern (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 würde 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 wird dann als eine Menge von losem Material behandelt, 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.

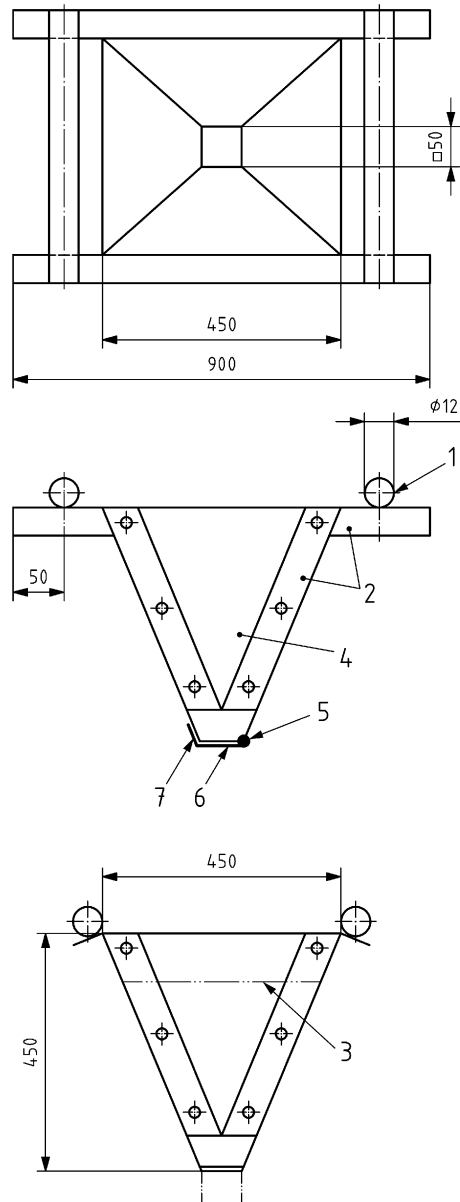
Kritische Sicherheitspunkte:

- a) Fixierung der Gurte an der Hebevorrichtung zur Sicherung des Trichters;
- b) Fernhalten 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 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 $3 \text{ t} \cdot \text{h}^{-1}$.



Legende

- 1 mit Winkeleisen verbundene Rundbolzen, Aufhängung U-Träger, 10 mm, mit genähten Gurten
- 2 geschlitzte Winkeleisen-Verstärkung
- 3 Höhe des Gitters und der oberen Linie der Materialhöhe, 100 mm vom oberen Trichterrand
- 4 100 mm Holzbeschichtung oder entsprechendes Material
- 5 Scharnier
- 6 Scharnierklappe zur Durchflussregulierung
- 7 Haken und Öse zum Halten der Klappe in Schließstellung, falls dies erforderlich ist

Bild 6 — Durchflusskontrolltrichter (Draufsicht, Seitenansicht, Endansicht)

Etwa 100 mm vom oberen Rand wird auf der Innenseite des Trichters rundherum eine Markierungslinie angebracht; 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 Beschickungstrichters muss durch Tragschlaufen aus geeignetem Material, d. h. Draht-, Ketten- oder Textilgurte, erfolgen. Diese müssen sicher mit den U-Trägern verbunden sein, die beim Drehen mit Rundbolzen gesichert sind. Das Material der Aufhängung, deren Befestigungseinrichtung, die U-Träger, die Rundbolzen 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 × 100 mm, mit 25 mm Seitenhöhe, mit einem 1,2 m langen Stiel.

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

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

5.9.4.6 Geeignete Schneidklinge an einem 1,2-m-Stiel zum Aufschneiden des IBC-Bodens.

5.9.4.7 Sauberer trockener Kunststoffbehälter mit luftdichtem Deckel, 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 an den durch Zufallsauswahl nach 4.2.2.2 bestimmten Zeiten entnommen.

5.9.5.2 Durchführung

Die Anzahl der IBCs, die aus dem Los und aus der zu beprobenden Menge auszuwählen sind, wird nach 4.2.1.2, Tabelle 1 bestimmt und sie werden durch Zufallszahlenauswahl aus der zu beprobenden Menge ausgewählt.

Jeder ausgewählte IBC wird vom Boden abgehoben, und der Durchflusskontrolltrichter (5.9.4.1) wird darunter befestigt. Dazu werden die Tragschlaufen um den Arm der Hebevorrichtung unter jede Seite des IBC geführt und an den Trichteraufhängepunkten befestigt. Es wird ein Zwischenraum von etwa 350 mm zwischen dem Boden des IBC und dem oberen Rand des Trichters gelassen, um den Zugang für die Schneidklinge (5.9.4.6) und das Kontrollpaddel (5.9.4.2) zu ermöglichen. Der Zwischenraum kann durch weitere Schlaufen des Hilfsgurtes um den Hebearm justiert werden. Der IBC und der Trichter werden zusammen über den Auffangbehälter gehoben. Der Kunststoffbehälter (5.9.4.7) wird so 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 gegenüber 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 oberhalb des Trichters in den Boden des IBC ausgeführt. Dabei ist sicherzustellen, dass der Schnitt durch beide Schichten, das Außenmaterial und die innere Kunststoffbeschichtung, hindurchgeht.

Der Produktfluss in den Trichter wird kontrolliert, 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 sollte 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 werden in den Behälter (5.9.4.7) gegeben und bilden die Einzelprobe.

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

Alle Einzelproben (Teilproben) aus allen IBCs werden gemischt und bilden die Sammelprobe.

Die Reduzierung und Teilung wird bis zu den Endproben fortgesetzt (siehe Abschnitte 6 und 7).

5.9.6 Vorsichtsmaßnahmen

Der obere Teil der inneren Polyethylentasche darf nicht von den Tragschlaufen des IBC getrennt werden. Wenn dies der Fall ist, kann die Innentasche herunterrutschen und während der letzten Entleerungsphase die Öffnung im IBC verstopfen. Falls die innere Polyethylentasche nicht an den Schlaufen gesichert ist, dann ist eine entsprechende Sicherung unter Verwendung von Band herzustellen.

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

5.10 Probenahme aus Zwischenlager-Groß-Containern (IBCs) — Manuelles Verfahren

5.10.1 Kurzbeschreibung

Dieses Verfahren wird angewendet, wenn der IBC wieder zu befüllen ist. 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 wird nach 5.8 verfahren oder, wenn ein ausreichend 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 Maßnahmen).

Es besteht ein Risiko, dass Einzelmengen von Mehrphasen-Flüssigkeiten, die über enge Rohre oder Öffnungen beprobt werden, nicht wirklich repräsentativ sind. Daher es wichtig, sicherzustellen, dass die Innenmaße der Probenahmeeinrichtungen 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 Probenahmegeräte

5.11.2.2.1 Tauchheber zum senkrechten Einführen in einen Tank oder Container der an einem oder an beiden Enden verschlossen werden kann. Typische Geräte sind im Anhang D in den Bildern D.1 und D.2 angegeben.

5.11.2.2.2 Beschwerte Flasche oder Tauchgefäß (Tauchkanne, Tauchbecher, Tauchbombe) zum herunterlassen in die Flüssigkeit in verschlossenem Zustand bis zum Behälterboden, die über eine spezielle 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 heruntergelassen wird. Typische Geräte sind im Anhang D in den Bildern D.3, D.4 und D.5 angegeben.

5.11.2.3 Kontinuierliche Probenahmegeräte

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

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

5.11.2.3.3 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 Nennvolumen nicht unter 1 000 l (1 m³)

5.11.3.1.1 Direkte Probenahme

Wenn das Düngemittel aus einem Tank abgezogen wird und es ist ein Hahn mit den entsprechenden Maßen in der Auslassrohrleitung vorhanden, werden die Einzelproben in nach dem Zufallsprinzip ermittelten Zeitintervallen aus dem Hahn entnommen (nachdem das zweifache Rohrvolumen verworfen wurde, um in der Leitung befindliche Reste auszuschließen) und in ein sauberes, trockenes Gefäß gegeben.

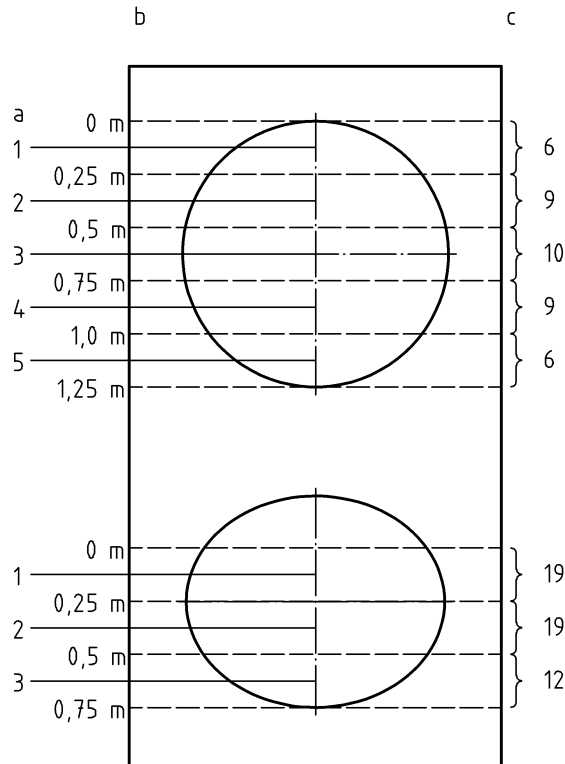
5.11.3.1.2 Homogene Flüssigkeiten

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

5.11.3.1.3 Heterogene Flüssigkeiten

Wenn es möglich ist, die Flüssigkeit zu homogenisieren, dann wird die Flüssigkeit, z. B. wie in Anhang E beschrieben, gemischt, und anschließend eine Probe nach 5.11.3.1.2 oder aus einem passenden Auslass im Rückführungsrohr entnommen.

Wenn es nicht möglich ist, die Flüssigkeit zu homogenisieren oder wenn davon auszugehen ist, dass die Vorgehensweisen nach 5.11.3.1.1 und 5.11.3.1.2 nicht geeignet sind, dann werden die Tankinhalte beprobt, indem ein offenes Rohr (Tauchheber) 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 Tauchheber nicht praktikabel ist, dann werden mit einer Probenahmeflasche (Tauchgefäß) Einzelproben aus verschiedenen Füllhöhen des Tanks auf solche Weise entnommen, dass eine Sammelprobe, die repräsentativ für das Los ist, erhalten wird (siehe Bild 7). Der Vorgang wird wiederholt, bis eine Menge von mindestens 10 l entnommen wurde. Wenn der Tank keinen gleichmäßigen Querschnitt aufweist, dann werden mehrere Einzelmengen, falls erforderlich, von jeder Einzelprobe aus verschiedenen Tiefen entnommen und diese im Verhältnis der unterschiedlichen Querschnittsflächen kombiniert. Die gesamte zu entnehmende Menge darf nicht unter 10 l liegen.



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 werden Einzelproben entnommen, indem jeweils nach der in 5.11.3.1.1, 5.11.3.1.2 oder 5.11.3.1.3 beschriebenen Art und Weise vorgegangen wird.

5.11.3.3 Lösungen oder Suspensionen in Lagergefäßen mit einem Nennvolumen von unter 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 sollten in ein sauberes, trockenes Gefäß gegeben werden.

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 bewegt, um gleichmäßige Verteilung 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 Größe reduziert werden.

Die Reduzierung unterhalb dieser Mindestmasse ist ohne eine Vermahlung nicht empfehlenswert. Bei einer Probenreduzierung unterhalb dieser Masse könnten 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 Viertelung hergestellt werden.

6.2.2 Durchführung

6.2.2.1 Mechanische Probenahmeeinrichtung

Es werden die in 5.6 beschriebenen Schritte durchgeführt, 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 das in 5.6.4.2 oder 5.6.4.3 angegebene Verfahren wird entsprechend wiederholt.

6.2.2.2 Riffelteiler

Es werden die in 5.7 beschriebenen Arbeitsschritte durchgeführt.

Wenn eine große Anzahl an Teilproben erforderlich ist, werden die Inhalte beider Auffangbehälter 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 „Baumes“ wieder rekombiniert.

6.2.2.3 Kegelteilung und Viertelung

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 Probenahmeeinrichtung oder durch Verbringung der Sammelprobe in einen sauberen, trockenen und inerten Behälter, der gut durchmischt werden kann, durchgeführt werden.

6.3.2 Durchführung

6.3.2.1 Eine mechanische Probenahmeeinrichtung

Es werden die in 5.11 beschriebenen Schritte durchgeführt.

6.3.2.2 Ein Behälter

Die Sammelprobe wird in den Behälter gegeben und aufgerührt, um sicherzustellen, dass die Bestandteile homogen verteilt sind. 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 die gleiche Größe aufweisen.

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

8 Praktische Vorkehrungen für End-(Laboratoriums-)Proben

ANMERKUNG Die Behandlung von Endproben könnte in bestimmten Ländern Gegenstand der Rechtssetzung sein.

8.1 Behälter

Geeignete Behälter, die sauber, trocken und undurchlässig gegen Feuchtigkeit sein müssen, müssen aus Glas und/oder Kunststoff oder aus einem anderen inerten Werkstoff mit gleichwertiger Widerstandsfähigkeit bestehen und geeignet sein, den Originalzustand der Probe aufrechtzuerhalten. Die Behälter müssen mit luftdichten Verschlüssen ausgestattet sein.

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 aufzubrechen. 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 anzuwenden für Proben, die für offizielle Zwecke bestimmt sind oder wenn dies durch Dritte verlangt wird.