



AUTORIN

Dr. Tanja Butt



Produktmanagerin

Retsch GmbH
Retsch-Allee 1-5
D - 42781 HaanTelefon: +49 (0) 2104/2333-100
E-Mail: t.butt@retsch.de

www.retsch.de

Repräsentative Analysenergebnisse durch richtiges Probenhandling

Folgende Situation ist in vielen Produktionsbetrieben alltäglich: Nach einer routinemäßigen Qualitätskontrolle wird die Produktion gestoppt oder eine bereits produzierte Charge gesperrt, da deren Analysenergebnisse außerhalb der festgelegten Grenzwerte liegen. Aber ist das getestete Produkt tatsächlich außerhalb der Spezifikation? Die Qualitätsabteilung ist davon überzeugt, da moderne Analysengeräte Ergebnisse mit sehr geringen Toleranzen erzeugen. Die betroffene Probe wurde mehrfach getestet und das Ergebnis konnte bestätigt werden. Es stellt sich die Frage, warum das Produkt plötzlich außerhalb der Spezifikation liegt, obwohl an den Produktionsparametern nichts geändert wurde.

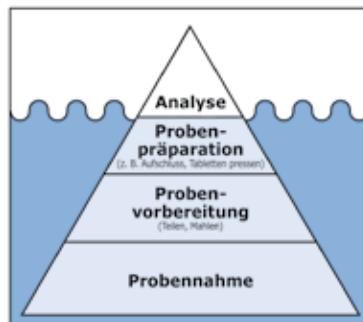


Abb. 1: Fehlerpyramide bei der Probenanalyse.

Wie bei einem Eisberg wird nur ein geringer Teil der tatsächlichen Fehlerquellen bei der Probenanalyse wahrgenommen.

Es ist nicht auszuschließen, dass das getestete Produkt tatsächlich fehlerhaft ist. Häufig ist jedoch nicht das Produkt selbst, sondern fehlendes Bewusstsein für die der Analyse vorgelagerten Tätigkeiten Ursache auffälliger Analysenergebnisse. Wie bei einem Eisberg im Wasser wird nur ein kleiner Teil der Fehlersumme wahrgenommen; der Großteil der potentiellen Fehler liegt außerhalb des Betrachtungsspektrums (Abb. 1). Dies kann unter anderem daran liegen, dass die bei modernen Analysensystemen angegebenen Fehlertoleranzen als Absolutfehler des gesamten Probenhandling wahrgenommen werden.

Ein weiterer Grund kann sein, dass bei Probenahme, Probenvorbereitung und Probenpräparation

Arbeitsmethoden zum Einsatz kommen, die oft schon so sehr in den Alltag der Probenanalyse eingebunden sind, dass über ihre Auswirkungen nicht mehr nachgedacht wird. Wie aus Abbildung 1 deutlich wird, kann der Anteil eines Fehlers in den genannten Arbeitsschritten am Gesamtergebnis der Analyse wesentlich größer sein als der Fehler, der letztendlich bei der Analyse selbst entsteht. Zudem summieren sich die Fehler jeder Stufe auf, wodurch der Folgefehler weiter anwächst (Fehlerfortpflanzung). Es stellt sich nun die Frage, wodurch solche Fehler entstehen und wie sie am besten minimiert werden können. Im Folgenden werden diese Fragen für die Probennahme, -vorbereitung und -präparation von Feststoffen diskutiert.



Abb. 2: Probenahme an einem Sandhaufen

Probenhandling

Grundsätzlich gilt: Je heterogener eine Probe ist, desto wichtiger ist die korrekte Probenvorbereitung. Angenommen, ein Haufen Sand besteht aus einer Mischung von größeren Steinen und feineren Sandkörnern. Die großen Steine liegen oben, die feineren Sandkörner sind im unteren Bereich zu finden (Abb. 2). Wird nur im oberen oder nur im unteren Teil eine Probe entnommen, hat man entweder nur große Steine oder nur feinen Sand, die Probe ist deshalb nicht repräsentativ für den gesamten vorliegenden Haufen. Die Teilchengröße beeinflusst aber auch die Probenmenge: werden jeweils 100 g Probe genommen, ist offensichtlich, dass man wesentlich mehr feine Sandkörner benötigt als große Steine, um die erforderliche Masse zu erhalten. Lagerte der Sandhaufen im Freien, kann die Feuchtigkeit des Sandes an der Oberfläche des Haufens höher sein als in dessen Innerem. Die Eigenschaft „Feuchtigkeit“ ist also heterogen im Ausgangsmaterial verteilt und die benötigte Probenmenge ist dabei abhängig von der Verteilungsbreite der Eigenschaften im Ausgangsmaterial. Dieses einfache Beispiel zeigt, dass das Vorgehen bei der Probenahme sowie beim gesamten Probenhandling stark durch die Eigenschaften des Ausgangsmaterials beeinflusst wird. Da die Probe alle Eigenschaften des Ausgangsmaterials statistisch abgesichert „repräsentieren“ muss, bedeutet das für das oben beschriebene Beispiel, dass an mehreren Stellen des Haufens eine Probe genommen werden muss, damit die Verteilung von großen und kleinen sowie von trockenen und feuchten Sandkörnern vollständig erfasst werden kann.

Probenvorbereitung

Wurde eine repräsentative Probe genommen, sollte sie dieselben Eigenschaften wie das Ausgangsmaterial besitzen. Die Probe kann heterogen verteilte Eigenschaften oder Entmischungen aufweisen. So setzen sich beim Transport von Schüttgütern die großen Teilchen immer oben und die kleinen Teilchen immer unten ab. Das ist unproblematisch, wenn die Laborprobe vollständig für die Analyse genutzt wird. Häufig wird jedoch nur eine kleine Teilmenge der Laborprobe benötigt, eine Reduzierung der Probenmenge ist notwendig. Zur Gewinnung repräsentativer Teilproben gibt es in der Probenvorbereitung in erster Linie zwei Möglichkeiten: Probenteilung und Mahlen. Die Probenteilung stellt den eigentlichen Schritt zur Reduzierung der Probenmenge dar. Durch Mahlen werden die Mischeigenschaften der Probe verbessert und diese homogenisiert. Eine repräsentative Teilmenge kann auch durch Kombination der drei genannten Methoden erreicht werden. Die Kombination der Methoden ist dabei an den vorliegenden Produkteigenschaften und der folgenden Analyse auszurichten. Wichtig ist, dass die Eigenschaften der Laborprobe durch die Maßnahmen der Probenvorbereitung nicht verändert werden. Auch dies lässt sich am Beispiel gut erkennen: Soll die Korngrößenverteilung der Sandprobe ermittelt werden, darf diese nicht gemahlen werden. Wird die Feuchtigkeit analysiert, darf die Probe nicht erhitzt werden, da sonst das enthaltene Wasser verdunstet. Im Folgenden werden die zwei Methoden der Probenvorbereitung näher diskutiert

Probenteilung

Häufig sind die Eigenschaften heterogen verteilt oder die genaue Verteilung der Eigenschaften ist unbekannt. Eine simple Entnahme der Teilmenge ist in diesem Fall repräsentativ kaum möglich. In solchen Fällen können standardisierte Teilungsmethoden wie Kegeln und Vierteln oder die Nutzung von Riffelteilern oder Drehprobenteilern hilfreich sein. Beim Kegeln und Vierteln wird die Laborprobe zu einem gleichmäßigen Kegel angehäuft und anschließend mit Hilfe eines Teilkreuzes in vier gleich große Teile geteilt. Zwei gegenüberliegende Viertel werden dann wieder vereint und anschließend so lange geviertelt, bis eine für die Analyse geeignete Menge vorliegt. Im **Riffelteiler** (Abb. 3, links) befindet sich eine gerade Anzahl gleich großer Rinnen, die abwechselnd

einen Auslass nach links und rechts haben. Die Probe wird von oben in den Riffelteiler geschüttet. Da alle Rinnen gleich groß sind und jeweils die gleiche Anzahl an Auslässen auf jeder Seite vorhanden ist, wird die Laborprobe in zwei gleich große Teile geteilt. Durch die erneute Teilung einer Hälfte kann die Teilmenge weiter verringert werden.



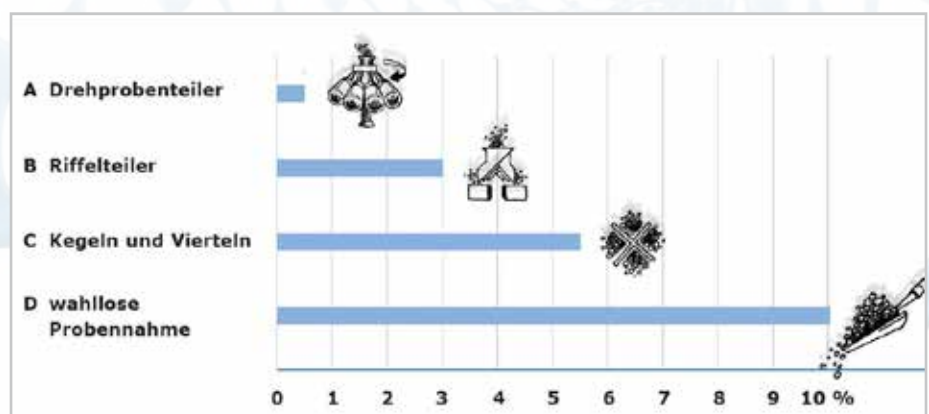
Abb. 3: Funktionsprinzipien eines Riffelteilers (links), Rotationsprobenteilers (Mitte) und Drehrohrteilers (right)

Bei einem **Rotationsprobenteiler** wie dem **PT 100** von RETSCH wird die zu teilende Probe über eine Dosierrinne einer sich gleichmäßig drehenden Teilkrone zugeführt (Abb. 3, Mitte). Am Ende der Rinne fällt die Probe auf die sich drehende Teilkrone, die den Probenstrom abhängig von der Anzahl der Teilausgänge in sechs, acht oder zehn Teilproben aufteilt. Nach der Teilung können mehrere Teilproben zusammengefasst oder eine Teilprobe weiter geteilt werden. Zur Teilung **größerer Probemengen** eignet sich der **PT 300** (≤ 30 L) oder der **PT 600** (≤ 60 L).

Das Prinzip des Drehrohrteilers, z. B. **RETSCH PT 200**, funktioniert etwas anders (Abb. 3, rechts). Anders als beim Drehprobenteiler dreht sich hier das Zuteilrohr, über das die Probe in das Gerät geleitet wird. Durch diese Drehung wird die Öffnung des Rohrs mit jeder Umdrehung über ein Auffanggefäß für die Teilprobe geführt. Es wird also nicht der gesamte Probenstrom geteilt, sondern **eine Probe** aus diesem **entnommen**.

Wie wirken sich diese verschiedenen Teilungsmethoden auf das Analysenergebnis aus? Die Repräsentativität einer Teilprobe wird maßgeblich durch den zufälligen Fehler beeinflusst. Die Art der Probenteilung wirkt sich dabei auf die Größe des zufälligen Fehlers aus. Die zufällige Entnahme einer Probe, so wie sie im Beispiel eingangs beschrieben wurde, ist nicht identisch wiederholbar, der zufällige Fehler ist also groß. Beim Kegeln und Vierteln wird der zufällige Fehler kleiner, da zur Teilung das feststehende Teilkreuz verwendet wird. Durch das manuelle Aufhäufen der Probe kann jedoch keine gleichmäßige Verteilung der Eigenschaften im Kegel gewährleistet werden. Ein besseres Ergebnis liefert der Riffelteiler, da bei diesem die Teilung durch ein fest definiertes Gerät erfolgt. Die Aufgabe der zu teilenden Probe erfolgt jedoch auch hier manuell, was fehlerbehaftet ist. Bei Drehprobenteiler und Drehrohrteiler erfolgt sowohl die Aufgabe der zu teilenden Probe als auch die Teilung automatisiert. Findet die Teilung mit konstanten Parametern (Drehgeschwindigkeit, Zuführungsgeschwindigkeit) statt, werden die Probe und damit auch ihre Eigenschaften gleichmäßig auf die Probengefäße verteilt. Die Teilprobe repräsentiert die ursprüngliche Probe. Wird die Teilung mit identischen Parametern wiederholt, liefert sie ein vergleichbares Ergebnis, und somit ist auch die Analyse reproduzierbar. Alle vorgestellten Teilungsmethoden liefern bessere Ergebnisse als die manuelle Probenteilung mit einem Löffel.

Abb. 4: Die Reproduzierbarkeit von Analyseergebnissen wächst mit der Repräsentativität einer Teilprobe. Automatisierte Teilverfahren verringern die Wahrscheinlichkeit von zufälligen Fehlern und erhöhen damit die Repräsentativität einer Teilprobe.



Zur Veranschaulichung, welchen Einfluss die korrekte Probenteilung auf das Analysenergebnis hat, wurde Sand sowohl manuell (zufällig) als auch mit einem PT 100 geteilt (Abb. 5). In beiden Fällen wurden 4 Teilproben gesiebt, um die Partikelgrößenverteilung zu bestimmen. Während die Verteilungskurven der zufälligen Probenteilung voneinander abweichen sind die Kurven der automatisierten Teilung praktisch identisch.

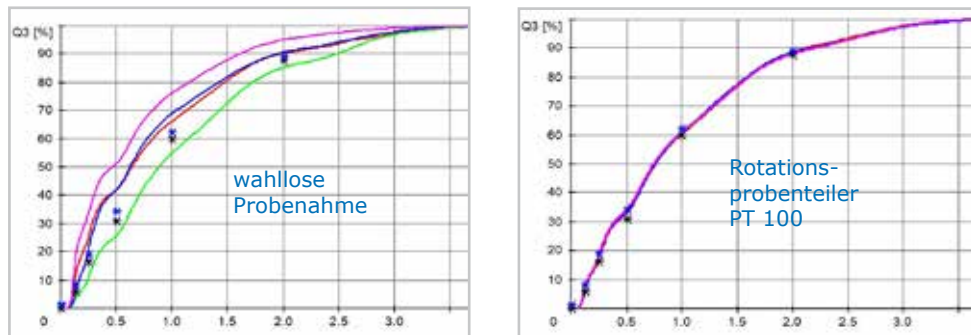


Abb. 5: Unterschiedliche Partikelgrößenverteilungen von 4 wahllos genommenen Proben (links) im Gegensatz zu einer fast identischen Größenverteilung von 4 Teilproben aus einer Teilung mit dem PT 100.

Riffelteiler für die schnelle Probenteilung vor Ort

Riffelteiler (Abb. 6) sind zwar weniger genau als automatisierte Probenteiler, liefern für bestimmte Anwendungen aber ausreichend gute Ergebnisse, z. B. bei der Reduzierung des Probengutes vor Ort. Sie sind einfach zu bedienen, leicht zu reinigen und unabhängig von elektrischer Energie. Das Probengut wird gleichmäßig in einer der Schalen verteilt und dann über den Teilkopf entleert. Das Material rieselt durch die wechselseitig angeordneten Durchlässe in entgegengesetzter Richtung in die beiden unter den Teilkopfausläufen stehenden Auffangschalen. Bei jedem Vorgang wird die aufgebene Probe halbiert. Dies kann so oft wiederholt werden, bis die für den Transport bzw. die Untersuchung benötigte Teilmenge erreicht ist. RETSCH bietet Riffelteiler in sieben Größen an, von kleinen Mengen ≤ 3 L (RT 6.5) bis zu größeren Volumina bis 16 L (RT 12.5 – RT 75) und ≤ 30 L (RT 100, siehe Tabelle 1). Das Modell RT 100 verfügt über einen unten geschlossenen Einfülltrichter, so dass bis zu 30 l Probengut beim Einfüllen zunächst gleichmäßig verteilt werden können. Anschließend lässt sich der Trichter mit einem Hebel manuell öffnen und das Probengut wird geteilt. Die 12 mm breiten Riffel können so verstellt werden, dass Teilungen bis zu einer Aufgabekörnung von maximal 108 mm möglich sind.



Abb. 6: RETSCH bietet Riffelteiler in verschiedenen Größen an

Tabelle 1: Spezifikationen RETSCH Riffelteiler

	Max. Aufgabekorngröße	Max. Aufgabemenge
RT 6.5	4 mm	≤ 3 l
RT 12.5	8 mm	
RT 25	16 mm	≤ 16 l
RT37.5	25 mm	
RT 50	33 mm	
RT 75	50 mm	≤ 30 l
RT 100	Abhängig von Einstellung der Schlitzweite: 12 / 24 / 36 / 48 / 60 / 72 / 84 / 96 / 108 mm	

RETSCH Probenteiler – für jede Anwendung das passende Gerät

RETSCH bietet vier Gerätetypen für die automatisierte Probenteilung an und deckt damit einen breiten Anwendungsbereich ab (Tabelle 2, Abb. 7). Die Modelle unterscheiden sich z. B. in der zulässigen Aufgabemenge, Anzahl und Volumen der Teilproben oder maximale Aufgabekorngröße. Kleine Probenmengen bis 5 Liter lassen sich am besten im PT 100 teilen. Das größte Modell, der PT 600, erlaubt dagegen die Teilung von bis zu 60 Liter Probenmaterial in einem Arbeitsgang. Dank effizienter Lösungen von RETSCH lässt sich die Qualität des Probenteilungsprozesses deutlich verbessern.

Tabelle 2: Automatisierte Probenteiler von RETSCH

Modell	PT 100	PT 200	PT 300	PT 600
Teilungsprinzip	Rotationsprobenteiler	Drehrohrteiler	Rotationsprobenteiler	Rotationsprobenteiler
Drehzahl	110 min ⁻¹	50 min ⁻¹	18 – 53 min ⁻¹	18 – 53 min ⁻¹
Aufgabemenge	5 l	30 l	30 l	60 l
Max. Aufgabekorngröße	< 10 mm	< 10 mm	< 20 mm	< 20 mm
Anzahl Teilproben (ohne Verwurf)	6, 8 oder 10	-	6, 8 oder 10	6, 8 oder 10
Anzahl Teilproben (mit Verwurf)	-	1, 2 oder 3	1	1
Auffanggefäße für Teilproben (ohne Verwurf)	30, 100, 250, 500 ml	-	3 l / 3,75 l / 5 l	6 l / 7,5 l / 10 l
Auffanggefäße für Teilproben (mit Verwurf)	-	250 ml 500 ml	3 l	6 l
Webseite	www.retsch.de/pt100	www.retsch.de/pt200	www.retsch.de/pt300	www.retsch.de/pt600

Abb. 7: RETSCH bietet verschiedene Gerätetypen an. Das Tischgerät PT 100, das Standgerät PT 200 und die Modelle PT 300 /PT 600 für große Volumina (beide Modelle haben identische Gehäuse).



Automatische Teilung kleiner Probenmengen

Anwendungsbeispiel Glaspulver

500 g Glaspulver sollen in 20 Proben geteilt werden. Dies lässt sich leicht im PT 100 mit einer Teilkrone für 10 Probengläser à 250 ml durchführen. Im ersten Schritt wird die vollständige Probe in 10 Teilproben à 50 g geteilt. Anschließend werden die Inhalte von je 5 Glasflaschen kombiniert, so dass die Ausgangsprobe jetzt in zwei Teilproben à 250 g vorliegt. Diese werden wiederum mit dem PT 100 und der Zehner-Teilkrone in jeweils 10 Teilproben à 25 g geteilt. Die mehrstufige Teilung dauert insgesamt ungefähr 10 Minuten.

Tipps & Tricks:

- Bei Partikelgrößen <200 µm neigt das Probenmaterial dazu, am Trichter oder an der Rinne zu haften. Durch Senkung der Förderrate auf 60% lassen sich solche Anbackungen verhindern und eine kontinuierliche Probenezufuhr sicherstellen.
- Größere Probenstücke können den Auslass des Trichters blockieren. Darum sollte der Abstand zwischen Auslass und Vibrationsrinne mindestens 3 Mal größer sein als der größte Probenpartikel. Beispiel: Enthält die Probe Partikelgrößen von 5 mm, sollte ein Abstand von 15 mm gewählt werden.

Berechnung der Probenschlitzweite beim Drehrohrteiler PT 200

Der Drehrohrteiler PT 200 ist mit Unterkonus für 1, 2 oder 3 Teilproben lieferbar. Das maximale Teilmengeverhältnis ist abhängig von der maximal einstellbaren Probenschlitzweite am Unterkonus. Diese liegt beim Unterkonus mit 3 Auslässen bei 53 mm, 110 mm bei 2 Auslässen und 159 mm beim Konus mit nur einem Auslass. Die Berechnung der Schlitzweite basiert auf der Aufgabemenge QA und der gewünschten Teilmenge QT bei einem festen Teilkreisumfang von 795 mm.

Beispiel:

Eine Teilprobe QT von 100 g soll aus einer Gesamtmenge QA von 2000 g entnommen werden. Die benötigte Probenschlitzweite lässt sich mit dieser Formel berechnen:

$$X = (795 \text{ mm} \times 100) / 2000 = 39,75 \text{ mm}$$

Das bedeutet, dass ein Unterkonus mit 1 Auslass eine Teilprobe von 100 g aus der Gesamtmenge von 2 kg extrahiert, wenn eine Schlitzweite von 39,75 mm eingestellt wird. Ein Unterkonus mit 2 Auslässen liefert 2 Teilproben von je 100 g und der Konus mit 3 Auslässen 3 Proben à 100 g.

Tipps & Tricks:

- Die Genauigkeit dieser Kalkulation hängt von der maximalen Partikelgröße ab. Je feiner das Ausgangsmaterial, je exakter die Berechnung.
- Die minimale Schlitzweite muss mindestens der dreifachen Partikelgröße entsprechen. Beispiel: Eine Partikelgröße von 8 mm benötigt mindestens eine Schlitzweite von $3 \times 8 = 24$ mm. Ist die Schlitzweite kleiner, muss mit mangelnder Repräsentativität der Teilprobe gerechnet werden.

Clevere Lösungen für die Probenteilung großer Gebinde

Möchte man z. B. von einer 60 Liter Ausgangsmenge eine Teilprobe von 200 ml entnehmen, fällt die Wahl oftmals auf einen Riffelteiler. Ein relativ großer Riffelteiler hat einen Aufgabetrichter von maximal 25 Litern und teilt in einem ersten Teilschritt die Probe in 2 Einzelproben von jeweils 12,5 Liter. Eine größere Menge ist nicht zu empfehlen, da sich die Auffangbehälter je nach Gewicht des Produktes ggfs. nur schwer anheben lassen und darüber hinaus wegen Überfüllung überlaufen können. Um eine repräsentative Probe von 200 ml zu erhalten sind ca. 20 Riffelteilungen notwendig. Inwieweit diese Teilmengen noch als repräsentativ bezeichnet werden können ist fraglich. Desweiteren bedeutet der Einsatz von Riffelteilern eine erhöhte Staubbelastung für den Anwender. Der **RETSCH Rotationsprobenteiler PT 600** bietet eine effiziente und reproduzierbare Lösung für genau diese Anwendungen.



Abb. 8: Unterkonus des PT 200 mit einem Auslass. Die Schlitzweitenskala reicht von 0 bis 170 mm.

Beim PT 600 wird die Probe mit einem kontrollierten und kontinuierlichen Strom über eine Vibrationsförderrinne über den sich drehenden und kreisförmig montierten Teilungsbehältern entleert. Je nach Modul kann eine Teilprobe entnommen werden oder eine Teilung der kompletten Menge in mehrere Segmente erfolgen.

Zwei Modulvarianten in einem Gerät ermöglichen sowohl diskontinuierlichen Betrieb als auch kontinuierliches Beprobieren mit Verwurfbehälter.

Unterschiedliche Gesamtvolumina werden durch einfaches Austauschen der Beprobungsbehälter ermöglicht, dafür ist kein zusätzliches Gerät erforderlich. Da unterschiedlich große Teilersegmente in einem Beprobungscharussell zur Verfügung stehen, lassen sich auch die Volumina für Einzelbeprobungen variieren.

So kann die gesamte zu teilende Menge bis 60 Liter in einen Aufgabetrichter gegeben werden (Abb. 9). Bei kontinuierlichem Betrieb transportiert der integrierte Vibrationsförderer die gesamte Probemenge zu einem Konus mit Auslauf (Modul für eine Teilprobe mit Verwurf), wo der größte Teil der Probe in einem Verwurfbehälter aufgefangen wird. Im Verwurfmodul befindet sich ein 6 Liter Probenbehälter der mit jeder Umdrehung eine repräsentative Teilprobe des gesamten Produktstroms auffängt. Die Drehzahl des PT 600 ist von 18 bis 53 rpm regulierbar. Nach Beendigung des ersten Teilungsschritts wird der 6 Liter Probenbehälter entnommen (Abb. 9). Anschließend wird das komplette Verwurfsmodul entnommen und durch das Modul für den diskontinuierlichen Betrieb, mit wahlweise 6, 8 oder 10 Teilersegmenten (6 x 10 Liter / 8 x 7,5 Liter oder 10 x 6 Liter Einzelvolumen) ersetzt. Das Modul für den diskontinuierlichen Betrieb wird ausschließlich für eine chargenweise Beprobung ohne Verwurf verwendet. Die erste Teilprobe von 6 Litern wird in einem zweiten Teilschritt erneut in den Aufgabetrichter gegeben und mit Hilfe des Moduls für den diskontinuierlichen Betrieb in die gewünschte Anzahl von Einzelproben reduziert, z. B. 10 x 600 ml Teilproben.

Beide Teilvorgänge dauern nicht länger als 10 Minuten, bieten aber nicht nur eine beachtliche Zeitersparnis, sondern auch gleichbleibende Arbeitsparameter und dementsprechend deutlich zuverlässigere Beprobungsergebnisse, was einen klaren Vorteil gegenüber einer manuellen Teilung oder der Verwendung eines Riffelteilers darstellt. Ein weiteres Plus: der PT 600 lässt sich schnell und einfach reinigen, da alle probenberührenden Teile wie Modul, Steckrinne und Trichter entnommen werden können.

Fazit

Eine fehlerfreie und vergleichbare Analyse ist eng verbunden mit einem sorgfältigen Probenhandling. Nur eine zum Ausgangsmaterial repräsentative Probe kann aussagekräftige Analyseergebnisse liefern. Dreh- und Drehrohrprobenteiler helfen, die Repräsentativität einer Probe und somit die Reproduzierbarkeit einer Analyse zu gewährleisten. Bei richtigem Probenhandling sinkt also die Wahrscheinlichkeit, dass fehlerhafte Analysenergebnisse zu einem Produktionsstopp führen. Richtiges Probenhandling ist somit der Schlüssel für eine effektive Qualitätskontrolle.

Mehr Informationen auf:
www.retsch.de



Abb. 9: Bis zu 60 l Probe können im PT 600 aufgegeben werden (oben); Entnahme des 6 l Teilersegments (Mitte); Modul mit 8 Teilersegmenten (unten)