

DIN 54385

ICS 75.160.10

**Feste Sekundärbrennstoffe –
Gewinnung repräsentativer Analysenproben aus heterogenen Stoffen mit
geringer Schüttdichte nach der Pressbohrmethode**

Solid recovered fuels –

Collection of representative analytical samples from heterogeneous materials of low bulk density using the pressing-drill method

Combustibles solides de récupération –

Prélèvement d'échantillons d'analyse représentatifs à partir de matières hétérogènes de faible densité par la méthode de pressage/forage

Gesamtumfang 28 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Symbole und Abkürzungen	7
5 Aufbereiten des Probenmaterials	7
5.1 Störstoffentfernung und Reduktion der Partikelgröße	7
5.2 Bestimmung des Gesamt-Wassergehalts	8
6 Kurzbeschreibung	8
7 Einzustellende Parameter	9
7.1 Zylinderauswahl	9
7.2 Probenentnahmeplan	10
7.2.1 Allgemeines	10
7.2.2 Dimension: Höhenlinie der Bohrungen	10
7.2.3 Dimension: Bohrlochtiefe	11
7.3 Anzahl der zu entnehmenden Bohrelemente	12
7.4 Pressgeschwindigkeit	12
7.5 Auswahl des Bohrers	12
7.6 Bohrgeschwindigkeit	12
8 Durchführung	13
8.1 Ablaufplan der Analysenprobengewinnung	13
8.2 Verpressen der Laboratoriumsprobe	13
8.3 Gewinnung der Teilproben	13
8.4 Zerkleinerung der Teilprobe (Reduktion der Partikelgröße)	14
8.5 Entnahme der Analysenprobe	14
8.6 Verwendung der Pressflüssigkeit	17
Anhang A (informativ) Erzeugung einer Analysenprobe	18
Anhang B (informativ) Probenvolumen für verschiedene Presszylindergeometrien (für Sekundärbrennstoffe)	19
Anhang C (informativ) Volumeneinheit — Schematische Darstellung	21
Anhang D (informativ) Probenentnahmeplan - Beispiel	22
Anhang E (informativ) Orientierungswerte	23
Anhang F (informativ) Ablauf der Analysenprobengewinnung über die Pressbohrmethode	24
Anhang G (informativ) Schematische Darstellung des Mini- und Mikro P	25
Anhang H (informativ) Beispiel Datenblatt (Erzeugung Pressflüssigkeit)	27
Literaturhinweise	28

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Arbeitsausschuss NA 062-05-83 AA „Sekundärbrennstoffe“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP) erarbeitet.

Einleitung

Die Anwendung der Pressbohrmethode soll die Gewinnung von repräsentativen Analysenproben aus heterogenen Stoffen geringer Schüttdichte erleichtern. Die vorliegende Norm wurde auf der Grundlage eines Patenten [1] sowie einer Dissertationsschrift [2] entwickelt.

Das Deutsche Institut für Normung e. V. (DIN) weist darauf hin, dass die Übereinstimmung mit diesem Dokument die Verwendung von Patenten hinsichtlich „Verfahren zur Gewinnung von Analysenproben aus einem heterogenen Schüttgut geringer Dichte“ in Abschnitt 8 bedeuten kann.

Das DIN nimmt keine Stellung zur Rechtmäßigkeit, zur Gültigkeit und zum Anwendungsbereich dieser Patentrechte.

Der Halter dieser Patentrechte hat dem DIN zugesichert, dass er bereit ist, über Lizenzen zu vernünftigen und nicht diskriminierenden Geschäftsbedingungen mit Antragstellern in der ganzen Welt zu verhandeln. In diesem Zusammenhang ist die Erklärung des Halters dieser Patentrechte beim DIN registriert. Informationen sind erhältlich bei:

Hochschule Nordhausen Körperschaft öffentlichen Rechts

Weinberghof 4, 99734 Nordhausen, DE

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. Das DIN [und/oder die DKE] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Aufgrund der großen Heterogenität von Abfallströmen ist die Charakterisierung des Stoffbestandes generell schwierig. Zudem besteht das Problem, dass diese Stoffsysteme als Massengüter auftreten und somit auf wirtschaftliche Weise nur über Teilmengen, die sogenannten Analysenproben, beurteilt werden können. Die Analysenproben sind wiederum Basis der Qualitätssicherung für eine angestrebte Verwertung. Die Herausforderung der Probenahme aus großen Volumina heterogener Stoffgemische geringer Dichte ist letztlich die Gewinnung von Analyseergebnissen über repräsentative Analysenproben von oft kleiner 1 g. Die Probenaufbereitung erfolgt generell mehrstufig über Probenteilung und -zerkleinerung, um das Material zu einer Analysenprobe von wenigen Gramm mit einer Partikelgröße von wenigen Millimetern aufzubereiten. Obwohl bekannt ist, dass Abfälle und Recyclingstoffe in Bezug auf ihre physikalische, chemische und biologische Zusammensetzung, die Größe und Form ihrer Bestandteile sowie das technologische Verhalten wie Fließfähigkeit, Mischbarkeit, Verdichtung, Zerkleinerung u.a. mit den traditionellen mineralischen und bergbaulichen Schüttgütern nicht zu vergleichen sind, werden in zahlreichen Prüfvorschriften Methoden angewandt, die eigentlich für körnige, rieselfähige und homogene Schüttgüter mit enger Partikelgrößenverteilung aus der Aufbereitung mineralischer Rohstoffe entwickelt worden sind. Beispiele für diese einfache Applikation der „Teilungskreuzmethode“ bzw. „Riffelteilmethode“ sind LAGA PN 98 [3], RAL-GZ 724 [4], DIN EN 15443 [6] und DIN 19747 [8].

Es wird eine alternative Methode der Probenteilung und Probenvorbereitung für die im Anwendungsbereich genannten Stoffe, insbesondere zur Anwendung des „Riffelteilers“ und „Teilerkreuzes“, in DIN EN 14780 [5] und DIN EN 15443 [6] und DIN 19747 [8] zur Verfügung gestellt.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument gilt für feste Ersatzbrennstoffe, Sekundärbrennstoffe, Biobrennstoffe, sowie Leichtverpackungen, Schredderleichtfraktionen, heizwertreiche Fraktionen, biologisch behandelte Abfälle bzw. Deponate, Papier, Pappe, Kunststoffe und Textilien sowie generell für feste Stoffe geringer Schüttdichte. Voraussetzung ist, dass die Materialien verpress- bzw. verdichtbar sind.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. 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).

DIN EN 15357, *Feste Sekundärbrennstoffe — Terminologie, Definitionen und Beschreibungen*

DIN EN 15359, *Feste Sekundärbrennstoffe — Spezifikationen und Klassen*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach DIN EN 15357 und DIN EN 15359 und die folgenden Begriffe.

3.1

Laboratoriumsprobe

Laborprobe

Teil der Probe, die an das Laboratorium geschickt oder von diesem erhalten wird

[QUELLE: DIN 15357:2011-05, 3.58 – modifiziert, Anmerkungen gelöscht und Synonym ergänzt]

3.2

Trockenmasse

Material nach dem Entzug des Wassers unter spezifischen Bedingungen

[QUELLE: DIN 15357:2011-05, 3.31]

3.3

Teilprobe

Teilmenge einer Probe

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Teilmenge ist die aus der Laboratoriumsprobe entnommene Probe.

[QUELLE: DIN 15357:2011-05, 3.116 – modifiziert, Anmerkungen gelöscht und neue Anmerkung 1 ergänzt]

3.4

allgemeine Analysenprobe

Teilprobe oder Laboratoriumsprobe mit einer nominellen Siebgröße kleiner oder gleich 1 mm, die für chemische und physikalische Prüfungen verwendet wird

[QUELLE: DIN 15357:2011-05, 3.47]

3.5

Gesamt-Wassergehalt

Wassergehalt

Anteil an Wasser in einem Brennstoff, bestimmt unter spezifischen Bedingungen auf der Bezugsbasis im Lieferzustand

[QUELLE: DIN 15357:2011-05, 3.124]

3.6

Pressbohrmethode

<Feste Sekundärbrennstoffe> Aus den beiden Teilschritten „Verpressen“ und „Bohren“ bestehende Methode

3.7

Presszylinder

<Feste Sekundärbrennstoffe> Zylinder mit Öffnungen zum Entnehmen der Teilprobe und Öffnungen zum Abfließen der Pressflüssigkeit

3.8

Pressvorrichtung

<Feste Sekundärbrennstoffe> Presse mit Presszylinder und Stempel (Druck 3 MPa bis 5 MPa) zum Verpressen der Laboratoriumsprobe

3.9

Pressling

<Feste Sekundärbrennstoffe> verpresste Laboratoriumsprobe im Presszylinder

3.10

Pressflüssigkeit

<Feste Sekundärbrennstoffe> Flüssigkeit, die beim Verpressen der Laboratoriumsprobe in Abhängigkeit des Gesamt-Wassergehaltes anfällt und zur separaten Analyse verwendet werden kann

3.11

Zufallszahlengenerator

<Feste Sekundärbrennstoffe> Verfahren, dass eine Folge von Zufallszahlen erzeugt

Anmerkung 1 zum Begriff: Die erzeugte Folge von Zufallszahlen wird für die zufällige Auswahl von Bohrelementen aus dem Pressling genutzt.

3.12

Probenentnahmeplan

<Feste Sekundärbrennstoffe> enthält die generierten Volumenelemente, die bei der Teilprobenherstellung aus dem verpressten Material zu entnehmen sind

3.13

Volumenelement

<Feste Sekundärbrennstoffe> dreidimensional geometrisch definiertes Volumenelement im Pressling, welches mit Hilfe des Zufalls-generators bestimmt wird

3.14

Bohrelement

<Feste Sekundärbrennstoffe> wird aus dem Pressling ausgebohrt und entspricht geometrisch dem Volumenelement

3.15

Bohrer

<Feste Sekundärbrennstoffe> zum Entnehmen der Bohrelemente aus den jeweiligen Presslingen

3.16**Bohrgut**

<Feste Sekundärbrennstoffe> entsteht beim Ausbohren der Bohrelemente

3.17**Minipresszylinder**

Mini P

<Feste Sekundärbrennstoffe> kleiner Presszylinder (5,65 cm³) mit Öffnungen in definierter Anordnung zur Entnahme von Analysenproben über 4-mm-Bohrung

Anmerkung 1 zum Begriff: Die aus dem Minipresszylinder entnommene Menge der Gesamtprobe beläuft sich auf 0,5 g bis 1 g bei Sekundärbrennstoffen.

3.18**Mikropresszylinder**

Mikro P

<Feste Sekundärbrennstoffe> kleiner Presszylinder (5,65 cm³) mit Öffnungen in definierter Anordnung zur Entnahme von Analysenproben über 1,5-mm-Bohrung

Anmerkung 1 zum Begriff: Die aus dem Mikropresszylinder entnommene Menge der Gesamtprobe beläuft sich auf 10 mg bis 50 mg bei Sekundärbrennstoffen.

4 Symbole und Abkürzungen

PG	Partikelgröße	[mm]
p _i	Pressdruck	[MPa]
TS	Trockensubstanzvolumen	[l]
U _B	Umdrehungszahl (Bohrer)	[1/min]
v _B	Vorschubgeschwindigkeit (Bohrer)	[cm/min]
v ₀	Vorschubgeschwindigkeit (Stempel)	[cm/min]
w _G	Gesamt-Wassergehalt	[%]

5 Aufbereiten des Probenmaterials**5.1 Störstoffentfernung und Reduktion der Partikelgröße**

Je nach zu beprobendem Material müssen nennenswerte Störstoffe wie mineralische Reststoffe > 5 mm, Glasscherben und kompakte Metallstücke > 5 mm entfernt werden. Bei der Bestimmung von u. a. halogen- und schwefelhaltigen Verbindungen und bei der Heizwert-, Brennwert- und Aschgehaltsbestimmung müssen zudem nennenswerte Metallanteile entfernt werden.

Bei einer oberen Partikel- bzw. Stückgröße von > 40 mm muss vor der Befüllung in den Presszylinder eine Vorzerkleinerung auf ≤ 40 mm mittels eines geeigneten Zerkleinerungsaggregats (z. B. Rotorschere, Schneidmühle, Hammermühle) und eine Probenhomogenisierung erfolgen.

5.2 Bestimmung des Gesamt-Wassergehalts

Von der Laboratoriumsprobe (bei festen Sekundärbrennstoffen etwa 4 l bis 12 l) muss zunächst orientierend der Gesamt-Wassergehalt thermogravimetrisch bestimmt werden. Dies sollte mit jeweils etwa 1 l der Laboratoriumsprobe im Trockenschrank bei 105 °C bis zur Gewichtskonstanz oder alternativ im Infrarot-/Halogen-Feuchtebestimmer durchgeführt werden, wobei eine Doppelbestimmung zu empfehlen ist. Die Anwendung eines Infrarot-/Halogen-Feuchtebestimmers ist nur bis zu einer maximalen Korngröße von 5 mm als Alternativverfahren zulässig. Die einzuwiegende Menge richtet sich dabei nach dem maximalen Wägebereich und dem Durchmesser der Aluminiumschale des verwendeten Schnelltrocknungsgerätes (Probenhöhe max. 5 mm).

ANMERKUNG Weitere Informationen zu Wassergehaltsbestimmung des Ausgangsmaterials können DIN CEN/TS 15414-1 (DIN SPEC 1124) [9], DIN CEN/TS 15414-2 (DIN SPEC 1125) [10] und DIN EN 15414-3 [7] entnommen werden

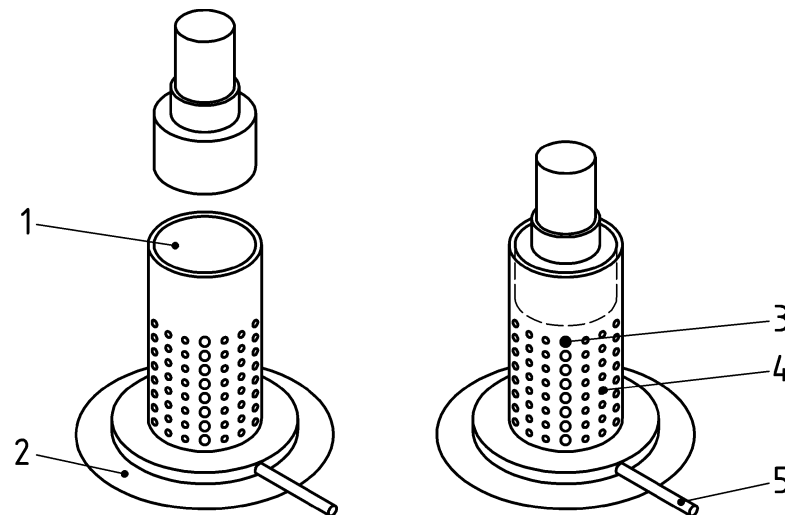
6 Kurzbeschreibung

Das Prinzip der Pressbohrmethode ist in Bild 1 veranschaulicht.

Im Folgenden ist die Anwendung des Verfahrens am Beispiel der Sekundärbrennstoffe dargestellt.

Die Pressbohrmethode basiert auf der Komprimierung des Probematerials in einer geometrisch definierten Form mit nachfolgender wahrscheinlichkeitsproportionaler Probenentnahme mittels Bohrungen direkt aus dem verpressten Quasifestkörper. Das Stoffsystem liegt durch den Pressdruck als kompaktes Stoffgefüge vor, so dass bei der Bohrung Entmischungerscheinungen aufgrund verschiedener Stoffdichten, breiter Partikelgrößenverteilung sowie differierender Geometrie vermieden werden. Verwendet wird ein Zylinder mit einer definierten Lochgeometrie. Das Probenmaterial wird bei 3 MPa bis 5 MPa hoch verdichtet. Die Gewinnung der repräsentativen Laboratoriumsprobe erfolgt nunmehr an dem vorliegenden festen Formkörper aus volumengleichen Probeneinheiten nach einem stoffteilchenunabhängigen Teilungsvorgang über Einzelbohrungen, die zufallsgeneriert ausgewählt werden. Die Teilprobenmenge besteht also aus der Summe mehrerer zufällig zu entnehmender Volumenelemente, die beim Vorgang der Entnahme mittels Bohrer als Bohrelemente anfallen. Die so gewonnene Teilprobe wird je nach zu analysierender Probemenge in einem Minipresszylinder oder Mikropresszylinder verpresst. Die Analysenprobe wird letztendlich je nach gewünschter Menge anschließend mittels Bohrer aus dem Mini- bzw. Mikropresszylinder entnommen (siehe 8.5).

In der Probe ggf. enthaltene Flüssigkeit wird bei der Verpressung im Presszylinder über Löcher in der Zylinderwandung abgeführt.



Legende

- 1 zu pressendes Probenmaterial
- 2 Sammelchale für Pressflüssigkeit
- 3 Probenentnahme im gepressten Zustand mit Hilfe eines Bohrers
- 4 Bohrungen zum Austritt der Pressflüssigkeit
- 5 Abführung der Pressflüssigkeit

Bild 1 — Schematische Darstellung der Pressbohrmethode

Die ausführliche Beschreibung der Pressbohrmethode ist im Müllhandbuch [11] nachzulesen.

Der grundsätzliche Ablauf zur Erzeugung einer Analysenprobe ist im Anhang A Bild A.1 dargestellt.

7 Einzustellende Parameter

7.1 Zylinderauswahl

Das Volumen eines Presszylinders abzüglich des Hubraumes zur Verpressung bestimmt das Volumen des Presslings. Das Fassungsvermögen eines Presszylinders beschreibt seine Aufnahmekapazität an Probenmaterial im Originalzustand. Die Bohrungen im Presszylinder werden durch die typische Partikelgröße der Laboratoriumsprobe bestimmt.

Bei der Zylinderauswahl sind zu beachten:

- a) Laboratoriumsprobenumfang;
- b) Stoffsystem;
- c) Partikelgrößenverteilung;
- d) Schüttdichte;
- e) anzuwendendes Analysenverfahren.

Für die Entnahme von Proben für die Schwermetallanalytik muss ein Zylinder mit in den Bohrungen eingebauten Buchsen aus schwermetallfreiem Werkzeugstahl, Titan oder keramischen Werkstoffen (siehe Bild 2) verwendet werden.