

DIN 54388

ICS 75.160.10

**Feste Sekundärbrennstoffe –
Bestimmung des wasserlöslichen Gehaltes an Chlorid, Natrium und Kalium
über die Pressflüssigkeit nach der Pressmethode**

Solid recovered fuels –

Determination of the water-soluble content of chloride, sodium and potassium using the liquid obtained by the press method

Combustibles solides de récupération –

Dosage de la teneur en chlorure, sodium et potassium solubles dans l'eau en utilisant le liquide obtenu par la méthode de pressage

Gesamtumfang 22 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	6
5 Kurzbeschreibung	7
6 Reagenzien	7
7 Geräte	8
8 Aufbereiten des Probenmaterials	8
8.1 Störstoffentfernung und Reduzierung der Partikelgröße	8
8.2 Bestimmung des Wassergehalts	8
8.3 Verwendung der Originalsubstanz	8
8.4 Konditionierung des Wassergehaltes zum Erhalt von Pressflüssigkeit	8
9 Durchführung	9
10 Auswertung	13
Anhang A (informativ) Ablaufplan zur Herstellung der Pressflüssigkeit	14
Anhang B (informativ) Geometrie der Presseinrichtung	15
Anhang C (informativ) Geometrie Presszylinder und Distanzring	19
Anhang D (informativ) Probenvolumen und Geometrie des Presswerkzeuges	20
Anhang E (informativ) Beispiel Datenblatt	21
Literaturhinweise	22

Vorwort

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

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.

Einleitung

Das Verfahren soll die Bestimmung des wasserlöslichen Gehaltes an Chlorid, Natrium und Kalium in festen abfallstämmigen Stoffen direkt über die Pressflüssigkeit nach der Pressmethode ermöglichen. Die vorliegende Norm wurde ursprünglich auf der Grundlage eines Patentes [1], welches allerdings nur für die Pressbohrmethode gilt (siehe auch DIN 54385 [2]), sowie einer Dissertationsschrift [3] entwickelt.

Die Hauptproblematik bei der thermischen Nutzung abfallstämmiger Sekundärbrennstoffe bzw. Heizwertreicher Fraktionen besteht im Chlorgehalt und den dadurch verursachten Korrosionsprozessen vor allem an den Wänden des Feuerraumes sowie der Nachbrennkammer und an den Überhitzerheizflächen. Unter Berücksichtigung der vielfältigen Einflussfaktoren auf das Korrosionsrisiko eines Brennstoffes ist die gängige Praxis der singulären Angabe eines Chlorgrenzwertes als Summenparameter unzureichend. Eine differenzierte Angabe nach der Bindungsform und somit getrennte Analytik des organischen sowie des anorganisch gebundenen Chloranteils wird somit erforderlich. Es gibt derzeit unter anderem folgende Verfahren zur Quantifizierung des Gehaltes anorganischer Chlorfracht, DIN EN 15410 [6] zur Bestimmung des Gehaltes an Hauptelementen im Bereich der Sekundärbrennstoffe, DIN EN 12457-4 [4] für „Abfälle“ zur Elution bzw. die DIN EN ISO 16995 [5] für „Biogene Festbrennstoff“ zur Extraktion. Die Verfahren nach DIN 12457-4 [4] und DIN EN ISO 16995 [5] beruhen auf der Auslaugung der löslichen Chlorfrachtanteile mit Wasser als geeignetes Unterscheidungskriterium. Die wasserlösliche Chlorfracht entspricht demzufolge bei diesen Verfahren im weitesten Sinn der anorganischen Chlorfracht. Die Praxis zeigt, dass der monetäre als auch zeitliche Aufwand für die Anwendung der bisherigen Verfahren immens ist. Wird alternativ dazu der zu analysierende abfallstämmige Stoff ausgepresst, kann die gewonnene Pressflüssigkeit direkt zur Analyse verwendet werden, da davon ausgegangen wird, dass die löslichen Chlorfrachtanteile in der Pressflüssigkeit homogen verteilt vorliegen. Weil bei der Pressmethode eine viel größere Laboratoriumsprobenmenge von 1 l verwendet wird, ist der Fehler der Probenahme gegenüber der Extraktion und Elution (Analysenproben von 1 g bzw. 100 g) deutlich geringer. Dieses Dokument ist als Ergänzung zu den Verfahren nach DIN EN 15410 [6], DIN EN 12457-4 [4] bzw. DIN EN ISO 16995 [5] gedacht.

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

wasserlöslicher Gehalt an Chlorid, Natrium und Kalium

Menge des Elementes, das mit Wasser unter Anwendung des in dieser Norm festgelegten Pressverfahrens extrahiert werden kann

[QUELLE: DIN 16995:2015-05, 3.1 – modifiziert, Bezug auf das in dieser nationale Norm spezifizierte Pressverfahren]

3.2

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]

3.3

Trockenmasse

Material nach dem Entzug des Wassers unter spezifischen Bedingungen

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

3.4

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]

3.5

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]

3.6

Pressflüssigkeit

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

3.7

Presszylinder

<Feste Sekundärbrennstoffe> Zylinder von 150 cm^3 bis 650 cm^3 mit Öffnungen zum Abfließen der Pressflüssigkeit

3.8

Pressvorrichtung

<Feste Sekundärbrennstoffe> Presse mit Presszylinder und Stempel (Druck von 3 MPa bis 5 MPa) zur Erzeugung der Pressflüssigkeit

3.9

Konditionierung des Gesamt-Wassergehaltes

<Feste Sekundärbrennstoffe> Zugabe einer definierten Wassermenge bei Gesamt-Wassergehalten von < 25 % Massenanteil

3.10

konditionierte Probe

<Feste Sekundärbrennstoffe> auf einen definierten Gesamt-Wassergehalt eingestellte Probe

3.11

konditionierte Pressflüssigkeit

<Feste Sekundärbrennstoffe> Pressflüssigkeit die aufgrund der Konditionierung des Gesamt-Wassergehaltes einer Vorverdünnung unterliegt

4 Symbole und Abkürzungen

AF	Analysenflüssigkeit	
d_{aPZ}	Außendurchmesser Presszylinder	[mm]
d_{aZ}	Außendurchmesser Zylinder	[mm]
d_{iPZ}	Innendurchmesser Presszylinder	[mm]
d_{iZ}	Innendurchmesser Zylinder	[mm]
d_{S}	Stempeldurchmesser	[mm]
h_{F}	Füllhöhe der Probe im Presszylinder	[mm]
h_{H}	Hubraumhöhe	[mm]
h_{P}	Hub der Presse	[mm]

h_{PZ}	Presszylinderhöhe	[mm]
h_{VR}	Höhe Verdichtungsraum	[mm]
h_Z	Zylinderhöhe	[mm]
h_{ZA}	Höhe der Zylinderaufnahme	[mm]
IC	Ionenchromatographie	
ICP-OES	Induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie	
ICP-MS	Induktiv gekoppelte Plasma-Massenspektrometrie	
PF	Pressflüssigkeit	
PF*	konditionierte Pressflüssigkeit	
PG	Partikelgröße	
p_i	Pressdruck	
TS	Trockensubstanzmasse	
V_{LP}	Volumen der Laboratoriumsprobe	[dm ³]
V_P	Volumen des Presslings	[dm ³]
W	Wassergehalt	[%]

5 Kurzbeschreibung

Die Laboratoriumsprobe wird in einem Presszylinder mit einem Druck von 3 MPa bis 5 MPa verpresst. Die anfallende Pressflüssigkeit wird einer Flüssigkeits-Feststoff-Phasentrennung unterzogen. Daran schließt sich eine ein- oder zweistufige Verdünnung mit Wasser an. Aus dieser Flüssigkeit wird die Analysenflüssigkeit und die Rückstellprobe für die Bestimmung von wasserlöslichem Chlorid, Natrium und Kalium mittels geeigneter Messmethode (z. B. IC, ICP-OES, ICP-MS) entnommen.

Bei einem Gesamt-Wassergehalt von < 25 % Massenanteil wird eine Konditionierung erforderlich, damit gesichert Pressflüssigkeit anfällt. Dazu wird nach Gleichung (1) die Wassermenge berechnet, die notwendig ist, um den gewünschten Gesamt-Wassergehalt (> 25%) zu erreichen (siehe 8.4). Das Wasser wird zusammen mit der gesamten Laboratoriumsprobe in einem Probenbehälter gemischt, der anschließend dicht verschlossen wird.

Im Anhang A (Bild A.1) ist der Ablaufplan zur Herstellung der Pressflüssigkeit beschrieben.

6 Reagenzien

Wasser, das vernachlässigbare Mengen Chlorid, Natrium und Kalium enthält, d. h. Mengen, die nicht wesentlich zu der Bestimmung beitragen. Vollentsalztes Wasser erfüllt diese Anforderungen in der Regel.