

DIN EN 14778

ICS 75.160.10

Ersatz für
DIN CEN/TS 14778-1:2006-03,
DIN CEN/TS 14778-2:2005-11
und
DIN CEN/TS 14779:2005-11

**Feste Biobrennstoffe –
Probenahme;
Deutsche Fassung EN 14778:2011**

Solid biofuels –
Sampling;
German version EN 14778:2011

Biocombustibles solides –
Echantillonnage;
Version allemande EN 14778:2011

Gesamtumfang 66 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 14778:2011) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 335 „Feste Biobrennstoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom SIS (Schweden) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-05-82 AA „Feste Biobrennstoffe“ im Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 3310-1 siehe DIN ISO 3310-1

ISO 18283 siehe DIN 51701-1, DIN 51701-2, DIN 51701-3, DIN 51701-4, DIN 51701-5

Änderungen

Gegenüber DIN CEN/TS 14778-1:2006-03, DIN CEN/TS 14778-2:2005-11 und DIN CEN/TS 14779:2005-11 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Vornormcharakter aufgehoben;
- b) im Abschnitt 3 Begriffe ergänzt;
- c) im Abschnitt 4 Formelzeichen und Abkürzungen ergänzt und z. T. geändert;
- d) zwei Probenahmepläne definiert („umfassender“ und „kurzer“ Probenahmeplan);
- e) Höchstumfang einer Partie bzw. Teilpartie von 2 500 Tonnen festgelegt;
- f) Festlegungen zur Anzahl der Einzelproben geändert;
- g) weitere Probenahmegeräte zugelassen;
- h) weitere informative Anhänge ergänzt;
- i) Inhalt umfassend redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN CEN/TS 14778-1: 2006-03

DIN CEN/TS 14778-2: 2005-11

DIN CEN/TS 14779: 2005-11

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN 51701-1, *Prüfung fester Brennstoffe — Probenahme und Probenvorbereitung — Teil 1: Begriffe*

DIN 51701-2, *Prüfung fester Brennstoffe — Probenahme und Probenvorbereitung — Teil 2: Durchführung der Probenahme*

DIN 51701-3, *Prüfung fester Brennstoffe — Probenahme und Probenvorbereitung — Teil 3: Durchführung der Probenvorbereitung*

DIN 51701-4, *Prüfung fester Brennstoffe — Probenahme und Probenvorbereitung — Teil 4: Geräte*

DIN 51701-5, *Prüfung fester Brennstoffe — Probenahme und Probenvorbereitung — Teil 5: Prüfung der Präzision*

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

— Leerseite —

Deutsche Fassung

Feste Biobrennstoffe — Probenahme

Solid biofuels —
Sampling

Biocombustibles —
Echantillonnage

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 5. Mai 2011 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum des CEN-CENELEC oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	4
Einleitung.....	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen.....	6
3 Begriffe	6
4 Formelzeichen und Abkürzungen	8
5 Kurzbeschreibung	9
6 Erstellung eines Stichprobenplans (Probenahmeplans).....	10
6.1 Kurzbeschreibung	10
6.2 Umfassender Probenahmeplan.....	10
6.3 Kurzer Probenahmeplan	10
6.4 Teilung von Partien.....	10
7 Sichtprüfung.....	11
8 Anzahl von Einzelproben	11
8.1 Allgemeines	11
8.2 Primärvarianz einer Einzelprobe (V_I)	12
8.3 Varianz, bezogen auf Vorbereitung und Prüfung (V_{PT})	13
8.4 Gesamtpräzision (P_L).....	13
8.5 Berechnung der Anzahl von Einzelproben je (Teil-)Partie	14
9 Berechnung des Umfangs der Einzelprobe	15
10 Gesamtprobe — Berechnung des Volumens der Gesamtprobe	15
11 Probenahmeausrüstung	16
11.1 Allgemeines	16
11.2 Ausrüstung für die manuelle Probenahme	16
11.3 Ausrüstung für die mechanische Probenahme.....	22
12 Probenahme in der Praxis	24
12.1 Allgemeines	24
12.2 Verfahren zur Probenahme aus ruhendem Material	25
12.3 Verfahren zur Probenahme aus bewegtem Material	28
12.4 Probenahme bei Rundholz	30
13 Herstellung von Proben	31
13.1 Gesamtproben und Laboratoriumsproben	31
14 Leistungsdaten	31
15 Handhabung und Lagerung von Proben	32
15.1 Verpackung, Lagerung und Transport von Proben	32
15.2 Kennzeichnung/Beschriftung.....	32
16 Probenahmezertifikate	33

Anhang A (informativ) Modell eines Probenahmeplanes und -zertifikats	34
Anhang B (informativ) Probenahme von großen Halden	36
B.1 Anfangsbewertung der Halde	36
B.2 Probenahme	36
B.3 Kennzeichnung, Verpackung und Versand der Proben	36
B.4 Probenahmezertifikat	36
Anhang C (informativ) Schüttdichten von Biobrennstoffen	37
Anhang D (informativ) Empirische Werte für P_L, V_I und V_{PT}	38
D.1 Einleitung	38
D.2 Große Lieferung von Holzpellets von unterschiedlichen Quellen	38
Anhang E (informativ) Leitlinien für die Anzahl der zu entnehmenden Einzelproben	42
E.1 Allgemeines	42
E.2 Schätzung der Anzahl von Einzelproben aus empirischen Werten	42
E.3 Beispiele für die Bestimmung von V_{PT}, V_I, N_{SL} und n_{min}	47
Anhang F (informativ) Qualitätsparameter für verschiedene feste Biobrennstoffe in BioNorm-Projekten und großen Lieferungen von Holzpellets	51
F.1 Allgemeines	51
F.2 Als Teil der BioNorm-Projekte untersuchte Produkte	51
F.3 Zusammenfassung der Ergebnisse aus BioNorm-Projekten	52
F.4 Große Lieferungen	58
Literaturhinweise	62

Vorwort

Dieses Dokument (EN 14778:2011) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 335 „Feste Biobrennstoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom SIS gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Dezember 2011, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Dezember 2011 zurückgezogen werden.

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

Dieses Dokument ersetzt CEN/TS 14778-1:2005, CEN/TS 14778-2:2005 und CEN/TS 14779:2005.

Dieses Dokument unterscheidet sich von CEN/TS 14778-1:2005, CEN/TS 14778-2:2005 und CEN/TS 14779:2005 im Wesentlichen wie folgt:

- a) CEN/TS 14778-1:2005, CEN/TS 14778-2:2005 und CEN/TS 14779:2005 wurden in einem Dokument zusammengefasst und zur EN 14778:2011 weiterentwickelt;
- b) Ergebnisse von Ringversuchen wurden als informative Anhänge ergänzt;
- c) das gesamte Dokument wurde umstrukturiert und redaktionell überarbeitet;
- d) Entscheidungsschemata wurden aktualisiert;
- e) aktualisierte normative Verweisungen wurden eingearbeitet.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Einleitung

Biobrennstoffe stellen eine bedeutende erneuerbare Energiequelle dar. Für Herstellung, Handel und Gebrauch von festen Biobrennstoffen sind Europäische Normen erforderlich.

Diese Europäische Norm kann in Bezug auf die Herstellung, Handel, Kontrolle und Analyse von festen Biobrennstoffen im Allgemeinen angewendet werden. Darüber hinaus ist sie für Abnehmer von festen Biobrennstoffen, für Behörden, Aufsichtsstellen und Laboratorien von Nutzen.

Mit dieser Norm werden neue Arbeitsverfahren und -weisen für eine weitreichende Brennstoffquelle erstellt, während für Kohle langjährige Erfahrungen in Bezug auf eine einzelne Brennstoffquelle vorliegen. Die vorliegende Norm beruht auf den Probenahmeverfahren für Kohle, jedoch wird aufgrund der begrenzten Erfahrung mit der Probenahme von Biomasse anerkannt, dass sich diese Norm bei zukünftigen Ausgaben, wenn mehr Erfahrungen vorliegen, ändern wird. In der Zukunft werden möglicherweise andere feste Biobrennstoffe als heute eingesetzt.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt Verfahren zur Erstellung von Probenahmeplänen und -zertifikaten sowie zur Probenahme von festen Biobrennstoffen, z. B. vom Ort des Vorkommens der Rohstoffe, aus einer Produktionsanlage, aus Lieferungen, z. B. aus LKW-Ladungen, oder aus einem Lager fest. Sie umfasst sowohl manuelle als auch mechanische Verfahren und gilt für feste Biobrennstoffe, die eines der folgenden Merkmale aufweisen:

- feine (mit einer Partikelgröße bis etwa 10 mm) und regelmäßig geformte aus Partikeln bestehende Materialien, von denen mit einer Probenahmeschaufel oder einem Rohr Proben entnommen werden können, z. B.: Sägespäne, Olivensteine und Holzpellets;
- grobe oder unregelmäßig geformte aus Partikeln bestehende Materialien mit einer Partikelgröße bis etwa 200 mm, von denen mit einer Gabel oder einer Schaufel Proben entnommen werden können, z. B.: Holzhackschnitzel und Nusschalen, Waldrestholz-Hackschnitzel und Stroh;
- Materialien in Ballenform, z. B.: Stroh- oder Grasballen;
- große Stücke (Partikelgröße über 200 mm), die entweder mit der Hand oder automatisch entnommen werden;
- pflanzliche Abfälle, faserige Abfälle aus der Herstellung von natürlichem Zellstoff und aus der Herstellung von Papier aus Zellstoff, die entwässert wurden;
- Rundholz.

Möglicherweise kann diese Norm auch auf andere feste Biobrennstoffe angewendet werden. Die in dieser Europäischen Norm festgelegten Verfahren dürfen z. B. angewendet werden, wenn Proben im Hinblick auf Wasser- und Aschegehalt, Energiegehalt, Schüttdichte, Festigkeit, Partikelgrößenverteilung, Ascheschmelzverhalten und chemische Zusammensetzung zu prüfen sind. Die Verfahren sind nicht für das Herstellen der für die Prüfung der Neigung von Brückenbildung erforderlichen sehr großen Proben vorgesehen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente 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).

EN 14588:2010, *Feste Biobrennstoffe — Terminologie, Definitionen und Beschreibungen*

EN 14780, *Feste Biobrennstoffe — Probenherstellung*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach EN 14588:2010 und die folgenden Begriffe.

3.1 systematische Abweichung
systematischer Fehler, der dazu führt, dass der Mittelwert einer Reihe von Ergebnissen ständig höher oder ständig niedriger ist als die unter Anwendung eines Referenz-Probenahmeverfahrens erhaltenen Ergebnisse

3.2 Gesamtprobe
Probe, die aus allen Einzelproben besteht, die aus einer Partie oder Teilpartie entnommen wurden

ANMERKUNG Die Einzelproben können durch Teilen in ihrem Umfang reduziert werden, bevor sie zur Gesamtprobe zusammengestellt werden.

3.3

allgemeine Analysenprobe

Teilprobe einer Laboratoriumsprobe mit einer nominellen Siebgröße von 1 mm oder kleiner, die für eine Anzahl chemischer und physikalischer Analysen verwendet wird

3.4

Einzelprobe

Menge eines Brennstoffes, die in einem einzigen Arbeitsgang des Probenahmeapparates entnommen wurde

3.5

Laboratoriumsprobe

Gesamtprobe oder eine Teilprobe einer Gesamtprobe zur Verwendung in einem Laboratorium

3.6

große Halde

Halde mit einer Kapazität > 40 Tonnen

3.7

Partie

festgelegte Menge von Brennstoff, dessen Eigenschaften bestimmt werden sollen

ANMERKUNG Siehe auch Teilpartie.

3.8

Mengenreduktion

Reduktion der Masse einer Probe oder Teilprobe

3.9

nominelle Siebgröße

Lochgröße des Siebes, das beim Verfahren nach EN 15149 zur Bestimmung der Partikelgrößenverteilung fester Biobrennstoffe verwendet wird und durch das mindestens ein Massenanteil von 95 % des Siebgutes hindurchgeht

3.10

Gesamtpräzision

Grad der Übereinstimmung zwischen voneinander unabhängigen Prüfergebnissen, die unter vereinbarten Bedingungen ermittelt wurden; einschließlich Probenvorbereitung und -analyse

ANMERKUNG Eine Bestimmung kann mit einer hohen Präzision durchgeführt worden sein und die Standardabweichung einer Reihe von Bestimmungen an derselben Teilpartie kann demzufolge gering sein; derartige Ergebnisse sind jedoch nur dann exakt, wenn sie keine systematische Abweichung aufweisen.

3.11

Reduktion der Partikelgröße

Zerkleinerung

Reduktion der nominellen Siebgröße einer Probe oder Teilprobe

3.12

Probe

Menge eines Materials, die repräsentativ für eine größere Menge, deren Eigenschaften zu bestimmen sind, ist

3.13

kleine Halde

Halde mit einer Kapazität $\leq$ 40 Tonnen

3.14

Teilpartie

Teil einer Partie, für die ein Prüfergebnis gefordert wird

3.15

Teilprobe

Teilmenge einer Probe

3.16

Prüfmenge

Teilprobe einer Laboratoriumsprobe, bestehend aus der Materialmenge, die für die einmalige Durchführung eines Prüfverfahrens erforderlich ist

3.17

Versuchsprobe

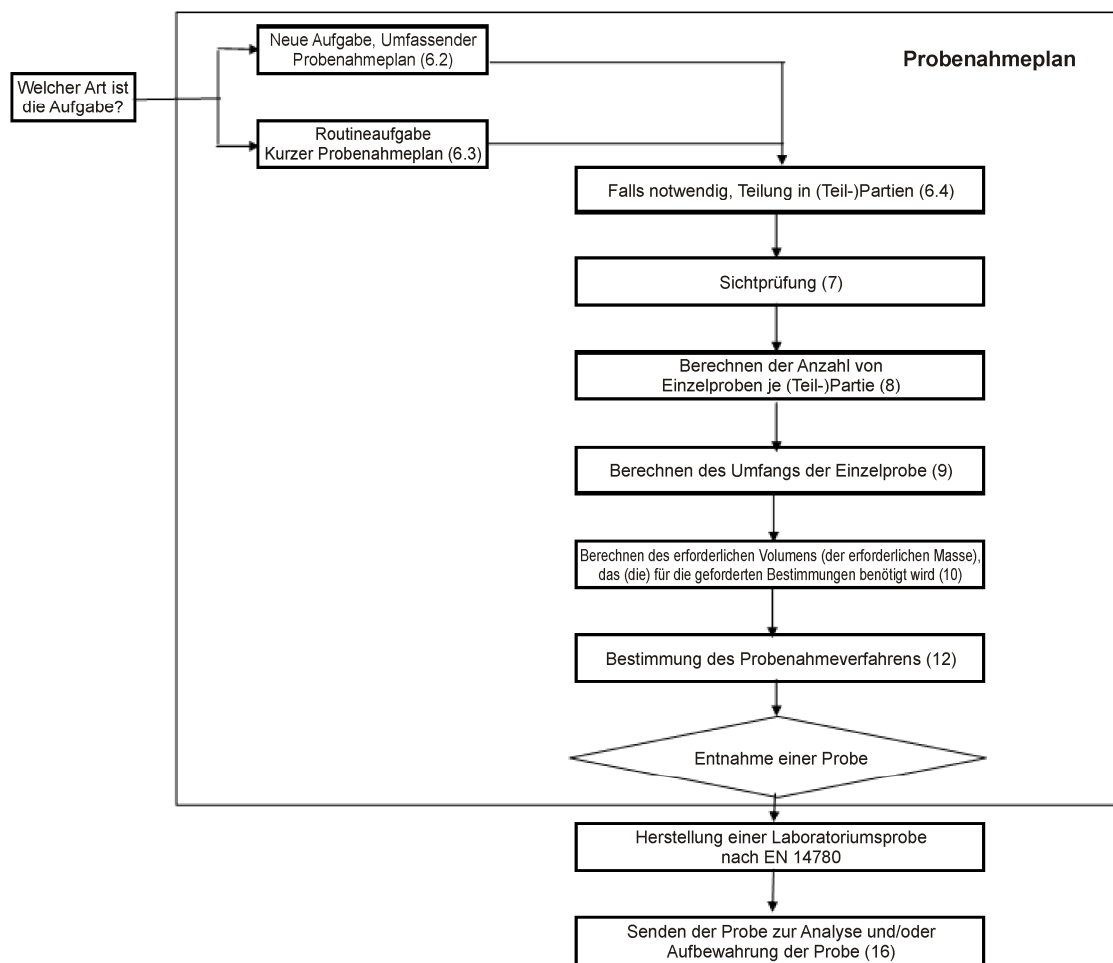
Laboratoriumsprobe nach einer vom Laboratorium durchgeführten geeigneten Vorbehandlung

4 Formelzeichen und Abkürzungen

d_{95}	nominale Siebgröße des Biobrennstoffes, in mm;
d_i	Differenz zwischen den einzelnen Elementen eines Paares;
m_{lot}	Masse der Partie oder Teilpartie, in Tonnen;
n	Anzahl der Einzelproben je (Teil-)Partie;
n_{min}	Mindestanzahl der Einzelproben je (Teil-)Partie;
n_{P}	Anzahl der Paare (zur Schätzung von V_{PT});
n_{mp}	maximale praktisch anwendbare Anzahl von Einzelproben je Teilpartie;
$N_{\text{L}}, N_{\text{SL}}$	Anzahl der Partien/Teilpartien;
P_{L}	Gesamtpräzision für die Probenahme, Probenvorbereitung und Prüfung der gesamten Biobrennstoff-Partie bei einem Vertrauensniveau von 95 %;
P_{SL}	ähnlich P_{L} , jedoch für die Teilpartie;
s	probenbezogener Schätzwert der Standardabweichung der Grundgesamtheit;
V_{SPT}	Gesamtvarianz der Ergebnisse von Parallelproben;
$Vol_{\text{increment}}$	Volumen einer Einzelprobe, in Liter;
Vol_{min}	Mindestvolumen einer Einzelprobe, in Liter;
V_{I}	Primärvarianz einer Einzelprobe;
V_{PT}	Varianz, bezogen auf Vorbereitung und Prüfung;
W	Breite eines Probenahmewerkzeuges, in mm;
x_i	Wert des analysierten Parameters.

5 Kurzbeschreibung

Der wichtigste Grundsatz einer ordnungsgemäßen Probenahme besteht darin, eine repräsentative Probe (repräsentative Proben) aus der gesamten betreffenden Partie zu erhalten. Für sämtliche Partikel in der Partie oder Teilpartie, die durch die Probe zu repräsentieren ist, sollte dieselbe Wahrscheinlichkeit bestehen, in der Probe vorhanden zu sein. Um das zu erreichen, ist ein Probenahmeplan erforderlich. Im Bild 1 sind die Maßnahmen dargestellt, die für die Entwicklung eines Probenahmeplans erforderlich sind. Ist die Probenahme wiederholt oder fortlaufend (z. B. täglich) nach demselben Probenahmeplan durchzuführen, ist ein umfassender Probenahmeplan nach 6.2 zu erstellen (dies ist nur einmal erforderlich). Für die routinemäßige Anwendung ist eine Kurzfassung des Probenahmeplanes nach 6.3 zu erstellen (gelegentlich dieselbe Art des Probenahmegegenstandes oder der Situation). Im Fall eines neuen Materials oder Lieferanten muss der bestehende Plan überprüft und aktualisiert werden, oder es ist ein neuer umfassender Probenahmeplan zu entwickeln.



ANMERKUNG Die Zahlen in Bild 1 beziehen sich auf die Abschnitte im vorliegenden Dokument.

Bild 1 — Verfahrensweise bei der Probenahme

6 Erstellung eines Stichprobenplans (Probenahmeplans)

6.1 Kurzbeschreibung

Der Probenehmer muss einen umfassenden Probenahmeplan erstellen, indem er entweder die im Anhang A enthaltenen Vordrucke kopiert oder eigene Formulare oder Unterlagen erstellt, in denen die entsprechenden aus Anhang A ausgewählten Punkte enthalten sind. Jeder Probenahmeplan muss eine eindeutige Referenznummer, einen eindeutigen Code oder eine eindeutige Bezeichnung erhalten.

6.2 Umfassender Probenahmeplan

Anhang A enthält als Modell eines Probenahmeplanes Vordrucke, die vom Probenehmer auszufüllen sind. Nach dem Ausfüllen gelten diese Vordrucke als Probenahmertzifikate.

6.3 Kurzer Probenahmeplan

Der Probenahmeplan muss folgende Schlüsselemente enthalten:

- einen Verweis auf den umfassenden Probenahmeplan (Anhang A);
- die eindeutige Nummer zur Kennzeichnung der Probe;
- Datum und Uhrzeit der Probenahme;
- Identität des Brennstoff-Lieferanten;
- Nummer zur Kennzeichnung der Partie oder Teilpartie.

Darüber hinaus ist die Aufnahme folgender Punkte zu erwägen:

- Name des Probenehmers;
- Masse oder Volumen der Teilpartie oder Partie;
- Identität des Spediteurs (Transportunternehmens);
- Angaben zur Lagerung der Partie (wie z. B. Witterungsbedingungen, Lagerung in Innenräumen oder im Freien);
- Probenahmetechnik, z. B. Schaufeln, Abstreifer, Hammer-Probenehmer, Sonde, angehaltenes Transportband usw.;
- alle weiteren Einzelheiten, die von Probe zu Probe variieren.

6.4 Teilung von Partien

Die Partie darf als Ganzes beprobt werden, was zu einer Probe führt, oder in eine Anzahl von Teilpartien geteilt werden, woraus sich eine mögliche Probe von jeder Teilpartie ergibt. Im Fall der manuellen Probenahme darf eine Partie nur dann als Ganzes beprobt werden, wenn sie höchstens 2 500 Tonnen umfasst, oder sie ist als Reihe von Teilpartien von jeweils höchstens 2 500 Tonnen zu beproben, z. B. über einen bestimmten Zeitraum versendeter oder gelieferter Brennstoff, eine Schiffsladung, eine Zugladung, eine Waggonladung oder Brennstoff, der in einem bestimmten Zeitraum, z. B. einer Schicht, produziert wurde. Eine derartige Teilung in eine Reihe von Teilpartien kann notwendig sein, damit:

- a) die geforderte Präzision erreicht werden kann (berechnet nach dem Verfahren in 8.2);
- b) die Unversehrtheit der Probe aufrechterhalten werden kann, z. B. eine systematischen Abweichung vermieden werden kann, die sich aus dem Verlust von Wasser durch Stehenlassen oder einer Änderung des Energiegehalts, verursacht durch biologische Aktivität, ergeben kann;

- c) die Probenahme von Partien über einen längeren Zeitraum, z. B. bezogen auf eine Schicht, anwenderfreundlich gestaltet werden kann;
- d) die Probenmassen unter Berücksichtigung der maximalen Tragfähigkeit handhabbar bleiben;
- e) in einer undefinierten Mischung unterschiedlicher Brennstoffe, z. B. verschiedene Arten von Biobrennstoff innerhalb einer Partie, die verschiedenen Bestandteile unterschieden werden können.

BEISPIEL Angenommen, ein Kraftwerk erhält monatlich 140 LKW-Ladungen Holzhackschnitzel von insgesamt 3 500 Tonnen. In diesem Beispiel können 4 Teilpartien erstellt werden, wobei eine Teilpartie die Menge des in einer Woche gelieferten Brennstoffes (etwa 35 LKW-Ladungen) umfassen kann.

ANMERKUNG Im Fall der mechanischen Probenahme, z. B. aus großen Lieferungen, sollten die beteiligten Parteien über den empfohlenen maximalen Umfang einer (Teil-)Partie entscheiden.

7 Sichtprüfung

Die Sichtprüfung muss zur Auswahl oder Verifizierung der Klassifizierung der festen Biobrennstoffe angewendet werden. Auf der Grundlage des Probenahmeplans muss auch die Verifizierung oder Wahl der Probenahmeausrüstung und des Probenahmeverfahrens durch Sichtprüfung erfolgen. Besteht der Biobrennstoff aus einer undefinierten Mischung sehr unterschiedlicher Materialien oder sind Verunreinigungen enthalten (wie z. B. Erde oder Metallstücke), ist dies im Probenahmertzifikat anzugeben. Wenn die Art des Biobrennstoffs oder dessen Qualität stark von der erwarteten abweichen, muss der Probenehmer dies unverzüglich dem Vertragspartner melden, um weitere Anweisungen zu erhalten.

8 Anzahl von Einzelproben

8.1 Allgemeines

Bei allen Verfahren der Probenahme, Probenvorbereitung und Analyse entstehen Fehler, und die mit derartigen Verfahren erzielten experimentellen Ergebnisse für jeden gegebenen Parameter weichen vom wahren Wert des jeweiligen Parameters ab. Da der wahre Wert nicht exakt bekannt sein kann, ist es nicht möglich, die Genauigkeit der experimentellen Ergebnisse, d. h. den Grad der Übereinstimmung mit dem wahren Wert, zu bestimmen. Es ist jedoch möglich, die Präzision der experimentellen Ergebnisse, d. h. den Grad der Übereinstimmung zwischen den Ergebnissen einer Reihe von Versuchen an demselben Brennstoff, zu schätzen.

Es ist möglich einen Stichprobenplan zu erstellen, mit dem grundsätzlich das gewünschte Maß an Präzision mit einer materialbedingten unteren Grenze erreicht werden kann.

Präzision ist der Grad der Übereinstimmung zwischen den Ergebnissen, die durch mehrmaliges Anwenden des experimentellen Verfahrens unter vorgeschriebenen Bedingungen erhalten wurden, und ein Merkmal des angewendeten Stichprobenplans und der Variabilität des beprobten Biobrennstoffs. Je kleiner die zufälligen Fehler des Plans sind, desto präziser ist der Plan. Ein allgemein anerkannter Präzisionsindex ist das Doppelte des probenbezogenen Schätzwertes der Standardabweichung der Grundgesamtheit; dieser Präzisionsindex wird in der gesamten vorliegenden Europäischen Norm angewendet.

Wenn eine große Anzahl von Parallelproben aus einer Teilpartie eines Biobrennstoffs entnommen, einzeln vorbereitet und analysiert wird, ist die Präzision einer einzelnen Beobachtung P aus Gleichung (1), wie folgt:

$$P = 2s = 2\sqrt{V_{\text{SPT}}} \quad (1)$$

Dabei ist

s der probenbezogene Schätzwert der Standardabweichung der Grundgesamtheit;

V_{SPT} die Gesamtvarianz der Ergebnisse von Parallelproben.

V_{SPT} ist dabei gegeben durch Gleichung (2):

$$V_{\text{SPT}} = \frac{V_{\text{I}}}{N_{\text{SL}} \cdot n} + \frac{V_{\text{PT}}}{N_{\text{SL}}} \quad (2)$$

Folglich ist die endgültige Gesamtpräzision P_{L} für die Gesamtmenge an Biobrennstoff:

$$P_{\text{L}} = 2 \sqrt{\frac{V_{\text{I}}}{N_{\text{SL}} \cdot n} + \frac{V_{\text{PT}}}{N_{\text{SL}}}} \quad (3)$$

Dabei ist

P_{L} die Gesamtpräzision für die Probenahme, Probenvorbereitung und Prüfung der gesamten Biobrennstoff-Partie bei einem Vertrauensniveau von 95 %;

V_{I} die Primärvarianz einer Einzelprobe;

n die Anzahl der Einzelproben je (Teil-)Partie;

N_{SL} die Anzahl der Teilpartien in der Partie;

V_{PT} die Varianz, bezogen auf Probenvorbereitung und Prüfung.

ANMERKUNG In dem Fall, dass eine Gesamtmenge eines Biobrennstoffs in Teilpartien geteilt wird, müssen sämtliche Teilpartien beprobt werden. Die Anzahl der Teilpartien kann 1 sein.

8.2 Primärvarianz einer Einzelprobe (V_{I})

Die Primärvarianz einer Einzelprobe V_{I} hängt von der Art und nominellen Siebgröße des Brennstoffs, dem Grad der Vorbehandlung und des Vermischens, dem absoluten Wert des zu bestimmenden Parameters und der Masse der entnommenen Einzelprobe ab. Im Allgemeinen ist die Varianz der Einzelprobe (V_{I}) in der Praxis für die verschiedenen Parameter (in demselben Material) unterschiedlich. Die Berechnung der Mindestanzahl von Einzelproben sollte auf den verschiedenen Anzahlen aufgrund von V_{I} , V_{PT} und P_{L} für jeden der geforderten Parameter beruhen, und der Höchstwert der Mindestanzahl von Einzelproben sollte gewählt werden (zur Berechnung der Mindestanzahl von Einzelproben, siehe auch 8.5).

Der Wert der Primärvarianz einer Einzelprobe V_{I} , der für die Mindestanzahl von Einzelproben nach Gleichung (6) oder die Präzision nach Gleichung (3) erforderlich ist, kann auf eine der folgenden Weisen erhalten werden:

- Direkte Bestimmung am zu beprobenden Biobrennstoff durch Entnahme von mindestens 30 Einzelproben, verteilt über eine gesamte Partie derselben Art Biobrennstoff, und getrennte Analyse jeder Einzelprobe auf die geforderten Parameter, vorzugsweise Aschegehalt (auf wasserfreier Bezugsbasis) und Gesamtgehalt an Wasser.

$$V_{\text{I}} = \frac{1}{n-1} \left[\sum x_i^2 - \frac{(\sum x_i)^2}{n} \right] - V_{\text{PT}} \quad (4)$$

Dabei ist

x_i der Wert des analysierten Parameters.

Hinsichtlich eines Beispiels zur Bestimmung von V_{I} , siehe E.3.

- b) Annahme von Werten für V_I von ähnlichen Materialien oder ausgehend von der Erfahrung früherer Charakterisierungen bei gleichartiger Handhabung des Brennstoffs und Probenvorbereitung. Vorzugsweise könnten die getroffenen Annahme hinterher verifiziert werden, falls möglich.
- c) Annahme von Werten für V_I , die im Anhang D für dieselbe Art von Materialien aufgeführt sind. Vorzugsweise könnten die getroffenen Annahme hinterher verifiziert werden, falls möglich.

8.3 Varianz, bezogen auf Vorbereitung und Prüfung (V_{PT})

Der Wert der Varianz bezogen auf Vorbereitung und Prüfung V_{PT} , der für die Berechnung der Mindestanzahl von Einzelproben nach Gleichung (6) oder die Präzision nach Gleichung (3) erforderlich ist, kann auf eine der folgenden Weisen erhalten werden:

- a) Direkte Bestimmung am zu beprobenden Biobrennstoff durch Herstellen von mindestens 20 Teilproben, verteilt über die gesamte Partie derselben Art Biobrennstoff. Jede Teilprobe wird in zwei Teile geteilt (die ein Paar bilden) und so vorbereitet, dass bei der ersten Stufe der Teilung Teilmengen jeder Teilprobe entnommen werden. Jede Teilmenge ist vorzubereiten und auf die interessierenden Parameter, vorzugsweise Aschegehalt (auf wasserfreier Bezugsbasis) und Gesamtgehalt an Wasser, zu analysieren. Es werden die gleichen Analyseverfahren angewendet wie bei den Routineuntersuchungen. Die Differenz zwischen den beiden Ergebnissen ist für jedes Paar zu berechnen, und die Varianz, bezogen auf Vorbereitung und Prüfung, V_{PT} , kann, wie folgt, berechnet werden:

$$V_{PT} = \frac{\sum d_i^2}{2n_p} \quad (5)$$

Dabei ist

d_i die Differenz zwischen den einzelnen Elementen eines Paares;

n_p die Anzahl von Paaren.

Hinsichtlich eines Beispiels zur Bestimmung von V_{PT} , siehe E.3.

- b) Annahme von Werten für V_{PT} von ähnlichen Materialien oder ausgehend von der Erfahrung früherer Charakterisierungen bei gleichartiger Handhabung des Brennstoffs und Probenvorbereitung. Vorzugsweise könnten die getroffenen Annahme hinterher verifiziert werden, falls möglich.
- c) Annahme von Werten für V_{PT} , die im Anhang D für dieselbe Art von Materialien aufgeführt sind. Vorzugsweise könnten die getroffenen Annahme hinterher verifiziert werden, falls möglich.

8.4 Gesamtpräzision (P_L)

Die geforderte Gesamtpräzision für jeden relevanten Parameter einer Partie sollte zwischen den betroffenen Parteien vereinbart werden. Fehlt eine derartige Vereinbarung, darf von den in den Tabellen D.1 bis D.10 von Anhang D angeführten Werten ausgegangen werden. Durch Nachverfolgen der Analysenergebnisse können Änderungen der Zusammensetzung im Zeitverlauf ermittelt werden, die ein Hinweis dafür sein können, dass V_I und V_{PT} erneut zu bewerten sind. Das kann nach 8.2 und 8.3 erfolgen.

8.5 Berechnung der Anzahl von Einzelproben je (Teil-)Partie

Die aus praktischen Gründen erforderliche Anzahl von Teilpartien ist zu bestimmen, und anschließend ist die Anzahl der Einzelproben für eine gewünschte Gesamtpräzision durch Umstellen von Gleichung (6) zu schätzen (aufgerundet):

$$n_{\min} = \frac{4V_I}{N_{\text{SL}} P_L^2 - 4V_{\text{PT}}} \quad (6)$$

Dabei ist

- N_{SL} die Anzahl der Teilpartien in der Partie, wenn die Partie nicht geteilt wird ist $N_{\text{SL}} = 1$;
- $n_{\min}$ die (Mindest-)Anzahl der Einzelproben je Teilpartie oder je Partie, wenn die Partie nicht in Teilpartien geteilt ist ($N = 1$); wenn die Berechnung $n_{\min}$ kleiner 10 ergeben hat, ist $n_{\min} = 10$ festzulegen, es sei denn, es liegt eine andere Vereinbarung vor;
- V_I die Primärvarianz einer Einzelprobe;
- P_L die Gesamtpräzision für die Probenahme, Probenvorbereitung und Prüfung der gesamten Biobrennstoff-Partie bei einem Vertrauensniveau von 95 %;
- V_{PT} die Varianz, bezogen auf Vorbereitung und Prüfung.

ANMERKUNG 1 Gleichung (3) wurde umgeschrieben, um Gleichung (6) zu erhalten.

ANMERKUNG 2 Die Parteien können eine andere Mindestanzahl von Einzelproben vereinbaren, diese kann auch kleiner 10 sein. Die Parteien sollten sich der Möglichkeit bewusst sein, dass die Entnahme von Einzelproben mit außergewöhnlichen Gehalten den endgültigen gemessenen Wert beeinflussen kann.

Beispiele, in denen diese Gleichung angewendet wird, sind in E.3 angeführt.

Ist der berechnete Wert von $n_{\min}$ eine unendliche oder negative Anzahl, weist das darauf hin, dass die Fehler bei der Vorbereitung und Prüfung derart sind, dass die geforderte Präzision mit dieser Anzahl von Teilpartien nicht erreicht werden kann. In derartigen Fällen oder wenn $n_{\min}$ für die praktische Anwendung zu groß ist, sind die Fehler der Probenvorbereitung und Prüfung zu verringern, ist eine höhere Gesamtpräzision zu vereinbaren oder die Anzahl der Teilpartien auf eine der nachstehend angeführten Weisen zu erhöhen:

- a) Es ist eine neue Anzahl von Teilpartien auszuwählen, die einer geeigneten Masse einer Teilpartie entspricht, $n_{\min}$ ist erneut nach Gleichung (6) zu berechnen, und dieser Prozess ist zu wiederholen, bis $n_{\min}$ eine praktisch anwendbare Anzahl ist;
- b) die maximale praktisch anwendbare Anzahl von Einzelproben je Teilpartie n_{mp} ist festzulegen und N_{SL} nach Gleichung (7) zu berechnen:

$$N_{\text{SL}} = \frac{4(V_I + n_{\text{mp}} V_{\text{PT}})}{n_{\text{mp}} P_L^2} \quad (7)$$

Falls notwendig, ist N_{SL} auf eine geeignete Anzahl nach oben zu korrigieren und $n_{\min}$ neu zu berechnen. Ein Berechnungsbeispiel ist in E.3 angeführt.

Wie in 8.1 bis 8.3 beschrieben, sind in den Tabellen im Anhang D Referenz- oder Standardwerte für V_I und V_{PT} für den Fall dargestellt, dass keine weiteren Angaben zur Verfügung stehen. In den Tabellen D.1 bis D.10 sind empirische Werte für V_I und V_{PT} für den Fall dargestellt, dass keine weiteren Angaben zur Verfügung stehen. Es wird empfohlen, V_I und V_{PT} für jede Art, Gruppe und/oder jeden Hersteller von Biobrennstoffen zu messen.

Die geforderte Gesamtpräzision für eine Partie sollte zwischen den betroffenen Parteien vereinbart werden. Fehlt eine derartige Vereinbarung, darf von den in den Tabellen D.1 bis D.10 angeführten Werten ausgegangen werden. Durch Nachverfolgen der Analysenergebnisse können Änderungen der Zusammensetzung im Zeitverlauf ermittelt werden, die ein Hinweis dafür sein können, dass die gemessenen V_I und V_{PT} erneut zu bewerten sind.

9 Berechnung des Umfangs der Einzelprobe

Die Einzelprobe muss folgendes Mindestvolumen aufweisen:

$$Vol_{incr} = 0,5 \quad \text{bei } d_{95} < 10 \quad (8)$$

$$Vol_{incr} = 0,05 \cdot d_{95} \quad \text{bei } d_{95} \geq 10 \quad (9)$$

Dabei ist

Vol_{incr} das Mindestvolumen der Einzelprobe, in Liter;

d_{95} die nominelle Siebgröße, in Millimeter.

Der Probenehmer muss das geeignete Probenahmewerkzeug abschätzen und aufzeichnen. Es ist darauf zu achten, dass die Proben hinreichend groß für Analysen sind.

10 Gesamtprobe — Berechnung des Volumens der Gesamtprobe

Der Probenehmer muss für die im Probenahmeplan angegebenen Bedingungen die Mindestanzahl der Einzelproben n_{min} 8.5 und das Mindestvolumen der einzelnen Einzelproben Vol_{incr} Abschnitt 9 entnehmen.

Der Probenehmer muss berücksichtigen, welche Prüfungen durchzuführen sind, und das (die) für die geforderten Bestimmungen erforderliche Volumen (Masse) berechnen (Vol_{req}). Bei der Berechnung ist besonders der Umstand zu berücksichtigen, dass bei einigen Prüfverfahren die doppelte Anzahl von Prüfmengen erforderlich ist und bei zweifelhaften Ergebnissen weiteres Material zur Verfügung stehen muss.

Das berechnete Volumen der Gesamtprobe muss so groß sein, dass für alle durchzuführenden Prüfungen ausreichend Material zur Verfügung steht, d. h. $Vol_{combined\ sample} > Vol_{req}$. Deshalb sollte das Mindestvolumen der Probe aus dem Probenahmeplan geschätzt werden. Ist das berechnete Volumen zu klein, muss der Umfang oder die Anzahl der Einzelproben erhöht werden. Wenn vor Hinzufügen zur Gesamtprobe eine Reduktion des Einzelprobenvolumens erfolgt, muss bei dieser Berechnung als Volumen Vol_{incr} das nach der Reduktion erhaltene Volumen verwendet werden. Die Mindestvolumina von Einzelproben nach Abschnitt 9 sollten verwendet werden.

Der Probenehmer muss das für die Gesamtprobe erforderliche Volumen $Vol_{combined\ sample}$ berechnen:

$$Vol_{combined\ sample} = n_{min} \cdot Vol_{incr} \quad (10)$$

Dabei ist

$Vol_{combined\ sample}$ das für die Gesamtprobe erforderliche Volumen, in Liter;

n_{min} die Mindestanzahl von Einzelproben;

Vol_{incr} das Mindestvolumen der einzelnen Einzelproben, in Liter.

Zur Aufzeichnung der Berechnungsergebnisse kann Tabelle A.1 im Anhang A verwendet werden. Im Anhang C sind die üblichen Schüttdichten von Biobrennstoffen angegeben.

11 Probenahmeausrüstung

11.1 Allgemeines

Die Ausrüstung muss dem Probenehmer die Entnahme von Einzelproben ohne systematische Abweichung ermöglichen, um eine repräsentative Probe zu erhalten.

Die Öffnung des Probenahmegerätes muss mindestens das 2,5fache der nominellen Siebgröße betragen. Das Volumen des Probenahmegerätes muss dem geforderten Mindestvolumen der Einzelprobe Vol_{incr} , wie in Abschnitt 9 beschrieben, entsprechen.

Probenahmewerkzeuge müssen robust sein und physikalischen Kräften, Abnutzung und länger andauernder Nutzung ohne Beeinträchtigung der Funktionalität widerstehen können.

Sämtliche beweglichen Teile sollten zur Überprüfung und Wartung zugänglich sein.

Es wird empfohlen, dass mechanische Probenahmeausrüstung und manuelle Probenahmeverfahren nach der Einführung auf systematische Abweichungen überprüft werden müssen und das mit einer Häufigkeit zu wiederholen, die den Folgen einer möglichen systematischen Abweichung entspricht. Die Prüfung der mechanischen Probenahmeausrüstung auf systematische Abweichungen kann nach ISO 13909-8 erfolgen und die der manuellen Probenahmeverfahren nach demselben Prinzip.

Die Wahl des Probenahmewerkzeuges muss dem Probenehmer eine sichere Entnahme des Biobrennstoffs ermöglichen.

11.2 Ausrüstung für die manuelle Probenahme

11.2.1 Probenkasten für herabfallende Ströme

Der Probenkasten muss auf der Oberseite eine quadratische oder rechteckige Öffnung aufweisen. Die Öffnung W der Oberseite des Probenkastens muss mindestens das 2,5fache der nominellen Siebgröße betragen. Die Maße der Öffnung an der Oberseite des Probenkastens müssen hinreichend groß sein, damit der Kasten den gesamten Strom durchschneidet, von dem die Proben zu entnehmen sind. Die Höhe des Probenkastens muss hinreichend groß sein um sicherzustellen, dass der Kasten bei der Entnahme der Einzelprobe noch nicht vollständig gefüllt wird. Der Probenkasten muss einen Griff oder eine sonstige Halteeinrichtung aufweisen (z. B. auf Schienen montiert), die es dem Probenehmer ermöglicht, den Kasten sicher durch den gesamten Querschnitt des herabfallenden Biobrennstoffstroms zu führen, von dem die Probe zu entnehmen ist. Ein Beispiel für einen Probenkasten ist im Bild 2 dargestellt.