

DIN EN 15443

ICS 75.160.10

Ersatz für
DIN CEN/TS 15443:2007-01**Feste Sekundärbrennstoffe –
Verfahren zur Herstellung von Laboratoriumsproben;
Deutsche Fassung EN 15443:2011**

Solid recovered fuels –
Methods for the preparation of the laboratory sample;
German version EN 15443:2011

Combustibles solides de récupération –
Méthodes de préparation des échantillons de laboratoire;
Version allemande EN 15443:2011

Gesamtumfang 41 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 15443:2011) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 343 „Feste Sekundärbrennstoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom SFS (Finnland) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-05-83 AA „Sekundärbrennstoffe“ im Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Änderungen

Gegenüber DIN CEN/TS 15443:2007-01 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Vornormcharakter aufgehoben;
- b) Verwendung von Begriffen im Zusammenhang mit Reduktion und Teilung im gesamten Dokument berichtigt;
- c) Abschnitt Präzision ergänzt;
- d) Beispiel für Probenvorbereitung von großstückigen festen Sekundärbrennstoffen im Anhang C aufgenommen;
- e) bei der Bestimmung des Formfaktors erzielte Präzisionsdaten als informativen Anhang D aufgenommen;
- f) Literaturhinweise aktualisiert und ergänzt;
- g) Inhalt redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN CEN/TS 15443: 2007-01

Deutsche Fassung

Feste Sekundärbrennstoffe — Verfahren zur Herstellung von Laboratoriumsproben

Solid recovered fuels —
Methods for the preparation of the laboratory sample

Combustibles solides de récupération —
Méthodes de préparation des échantillons de laboratoire

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 22. Januar 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	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Formelzeichen und Abkürzungen	9
5 Grundsätze einer richtigen Probenvorbereitung.....	9
6 Geräte.....	12
6.1 Geräte zur Probenteilung	12
6.1.1 Riffelteiler	12
6.1.2 Rotationsprobenteiler	12
6.1.3 Schaufeln und Probenahmeschaufeln	13
6.2 Geräte zur Reduktion der Partikelgröße.....	14
6.2.1 Grobschneidmühle oder Holzbrecher	14
6.2.2 Schneidmühle	14
6.2.3 Schredder	15
6.3 Siebe	15
6.4 Waage	15
7 Durchführung der Probenvorbereitung.....	15
7.1 Allgemeine Vorgehensweise	15
7.2 Schritt 1: Erfassen der relevanten Angaben über das zu entnehmende Material	16
7.3 Schritt 2: Erstellen eines Plans zur Probenvorbereitung	16
7.3.1 Allgemeines	16
7.3.2 Zurückhalten des (Teil-)Proben-Mindestumfangs.....	19
7.4 Schritt 3: Ausführen des Plans zur Probenvorbereitung	19
8 Verfahren der Probenteilung	20
9 Verfahren zur Reduktion von Laboratoriumsproben zu Teilproben und allgemeinen Analysenproben.....	23
9.1 Allgemeines	23
9.2 Anfängliche Probenteilung	23
9.3 Bestimmung der Ausgangsmasse.....	23
9.4 Vortrocknen.....	23
9.5 Grobzerkleinerung (Reduktion der Partikelgröße auf < 30 mm).....	24
9.6 Probenteilung von Material mit einer Partikelgröße < 30 mm	25
9.7 Reduktion der Partikelgröße von Material mit < 30 mm auf < 1 mm.....	25
9.8 Probenteilung von Material mit einer Partikelgröße < 1 mm	26
9.9 Reduktion der Partikelgröße von Material mit < 1 mm auf < 0,25 mm.....	26
10 Lagerung und Beschriftung von Teilproben.....	26
11 Prüfbericht.....	27
12 Präzision	27
Anhang A (normativ) Bestimmung des der Änderung unterworfenen Formfaktors	28
A.1 Einleitung.....	28
A.2 Durchführung.....	28
Anhang B (normativ) Bestimmung des Formfaktors	30
B.1 Einleitung.....	30
B.2 Durchführung.....	30

Anhang C (informativ) Beispiele der Probenvorbereitung 31

C.1 Einleitung 31

C.2 Beispiel 1: Pellets 31

C.3 Beispiel 2: Flusen 31

C.4 Großstückige SRF — Reduktion der Partikelgröße und Aufteilung in Teilgesamtheiten von Feldproben..... 34

Anhang D (informativ) Daten zur Präzision der Probenvorbereitung..... 36

D.1 Einleitung 36

D.2 Anwendungsbereich 36

D.3 Richtigkeit 36

D.4 Wiederhol- und Vergleichpräzision 36

D.5 Robustheit..... 37

D.5.1 Allgemeines 37

D.5.2 Art des festen Sekundärbrennstoffes 37

D.5.3 Grad der Reduktion der Partikelgröße 38

Literaturhinweise..... 39

Vorwort

Dieses Dokument (EN 15443:2011) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 343 „Feste Sekundärbrennstoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom SFS gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis September 2011, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis September 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 15443:2006.

Dieses Dokument wurde unter einem Mandat erarbeitet, das die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelszone dem CEN erteilt haben, und unterstützt grundlegende Anforderungen der EU-Richtlinien.

Diese Europäische Norm gehört zu einer Reihe von Europäischen Normen, die sich mit der Probenahme von festen Sekundärbrennstoffen befassen.

EN 15442, *Feste Sekundärbrennstoffe — Verfahren zur Probenahme*

EN 15443, *Feste Sekundärbrennstoffe — Verfahren zur Herstellung von Laboratoriumsproben*

Gegenüber CEN/TS 15443:2006 wurden im Wesentlichen folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Ergebnisse von Ringversuchen als informativen Anhang D aufgenommen;
- b) gesamtes Dokument redaktionell überarbeitet.

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

Feste Sekundärbrennstoffe (SRF) stellen eine bedeutende Quelle von erneuerbarer Energie dar. Europäische Normen werden für die Herstellung von, den Handel mit und die Verwendung von festen Sekundärbrennstoffen benötigt. Bei der Probenahme und Probenvorbereitung von festen Sekundärbrennstoffen können die folgenden Europäischen Normen angewendet werden:

EN 15442, *Feste Sekundärbrennstoffe — Verfahren zur Probenahme*;

EN 15443, *Feste Sekundärbrennstoffe — Verfahren zur Herstellung von Laboratoriumsproben*.

Diese Europäischen Normen können bei der Herstellung von und beim Handel mit festen Sekundärbrennstoffen angewendet werden. Sie sind auch für Käufer von festen Sekundärbrennstoffen, Gesetzgeber, Aufsichtsbehörden und Laboratorien von Nutzen.

Im Bild 1 sind die Zusammenhänge zwischen den wesentlichen Elementen eines Prüfprogramms dargestellt.

Die gewählte Technik der Probenvorbereitung hängt von einer Kombination verschiedener Eigenschaften des Materials und der am Probenahmeort vorherrschenden Bedingungen ab. Die bestimmenden Faktoren sind:

- die Art des festen Sekundärbrennstoffes;
- das physikalische Verhalten des jeweiligen festen Sekundärbrennstoffes;
- der (erwartete) Grad an Heterogenität (z. B. Einstoffströme, undefinierte Mischungen von Brennstoffen, definierte Mischungen von Brennstoffen).

Für die Probenvorbereitung von festen Biobrennstoffen steht prEN 14780 [1] zur Verfügung. Zur Charakterisierung von Abfällen liegt EN 15002 [2] vor.

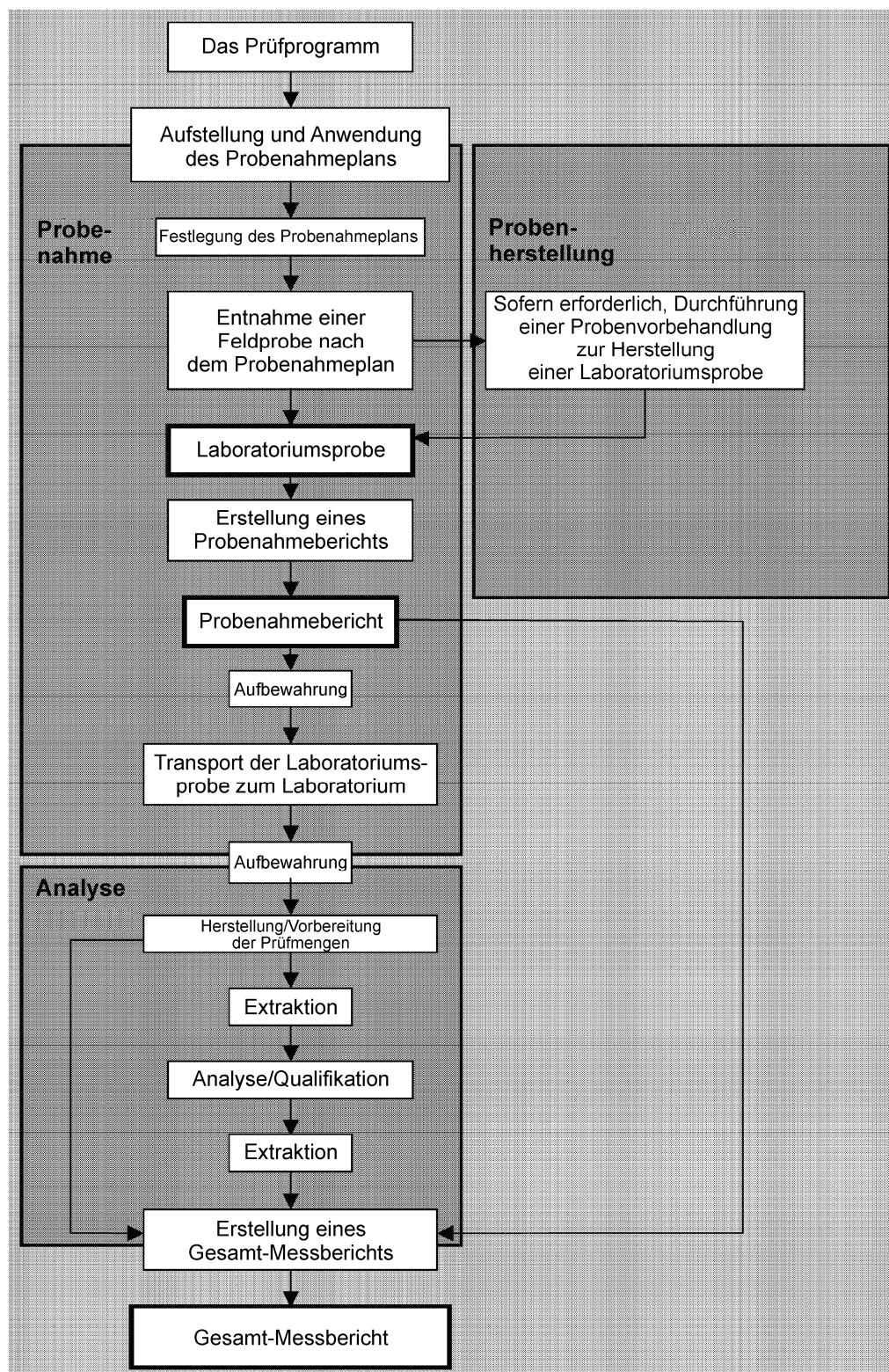


Bild 1 — Zusammenhänge zwischen den wesentlichen Elementen eines Prüfprogramms

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt Verfahren zur Reduktion von Gesamtproben zu Laboratoriumsproben und von Laboratoriumsproben zu Teilproben und allgemeinen Analysenproben fest.

Die in dieser Europäischen Norm beschriebenen Verfahren können bei der Probenvorbereitung angewendet werden, wenn an den Proben z. B. Prüfungen zur Bestimmung der Schüttdichte, der Biomasse, der mechanischen Festigkeit, der Partikelgrößenverteilung, des Wassergehaltes, des Aschegehaltes, des Ascheschmelzverhaltens, des Energieinhaltes, der chemischen Zusammensetzung und von Verunreinigungen durchzuführen sind. Die Verfahren sind nicht dafür vorgesehen, auf sehr große Proben angewendet zu werden, die zur Prüfung der Neigung zur Brückenbildung erforderlich sind.

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 15297, *Feste Biobrennstoffe — Bestimmung von Spurenelementen — As, Cd, Co, Cr, Cu, Hg, Mn, Mo, Ni, Pb, Sb, V und Zn*

EN 15357:2011, *Feste Sekundärbrennstoffe — Terminologie, Definitionen und Beschreibungen*

CEN/TS 15414-1:2010, *Feste Sekundärbrennstoffe — Bestimmung des Wassergehaltes unter Verwendung des Verfahrens der Ofentrocknung — Teil 1: Bestimmung des Gesamtgehaltes an Wasser mittels Referenzverfahren*

CEN/TS 15414-2:2010, *Feste Sekundärbrennstoffe — Bestimmung des Wassergehaltes unter Verwendung des Verfahrens der Ofentrocknung — Teil 2: Bestimmung des Gesamtgehaltes an Wasser mittels eines vereinfachten Verfahrens*

EN 15414-3, *Feste Sekundärbrennstoffe — Bestimmung des Wassergehaltes unter Verwendung des Verfahrens der Ofentrocknung — Teil 3: Wassergehalt in gewöhnlichen Analysenproben*

EN 15415-1 ¹), *Feste Sekundärbrennstoffe — Bestimmung der Partikelgrößenverteilung — Teil 1: Siebverfahren für kleine Partikel*

EN 15442:2010, *Feste Sekundärbrennstoffe — Verfahren zur Probenahme*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach EN 15357:2011 und die folgenden Begriffe.

3.1

Gesamtprobe

Probe, bestehend aus allen Einzelproben, die einer Partie oder Teilpartie entnommen wurden

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

1) In Veröffentlichung.

3.2

allgemeine Analysenprobe

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

3.3

Einzelprobe

Menge eines festen Sekundärbrennstoffes, die in einem einzigen Arbeitsgang mit dem Gerät zur Probenahme entnommen wird

3.4

Laboratoriumsprobe

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

ANMERKUNG 1 Wird die Laboratoriumsprobe durch Herstellen von Teilproben, Mischen, Zerkleinern oder Kombinationen dieser Arbeitsschritte weiterbehandelt (geteilt), entsteht die Versuchsprobe. Ist keine Vorbehandlung der Laboratoriumsprobe erforderlich, dann ist die Laboratoriumsprobe die Versuchsprobe. Eine Prüfmenge wird zur Durchführung der Prüfung oder zur Analyse aus der Versuchsprobe entnommen.

ANMERKUNG 2 Die Laboratoriumsprobe ist die Endprobe aus der Sicht der Probenahme, jedoch die Erstprobe aus der Sicht des Laboratoriums.

ANMERKUNG 3 Es können mehrere Laboratoriumsproben hergestellt und an verschiedene Laboratorien oder ein einzelnes Laboratorium geschickt werden, um dort für unterschiedliche Zwecke verwendet zu werden. Bei der Sendung an ein Laboratorium wird der Satz im Allgemeinen als eine einzige Laboratoriumsprobe betrachtet und als eine Probe dokumentiert.

3.5

Partie

festgelegte Menge eines Brennstoffes, dessen Eigenschaften zu bestimmen sind

3.6

Probe für die Bestimmung des Wassergehalts

Probe, die speziell zur Bestimmung des Gesamt-Wassergehaltes entnommen wird

3.7

nominelle Siebgröße

d_{95}

Lochgröße des Siebes, das in EN 15415-1 verwendet wird und durch das mindestens ein Massenanteil von 95 % des Materials hindurchgeht

3.8

Reduktion der Partikelgröße

Reduktion der nominellen Siebgröße einer Probe oder Teilprobe

3.9

Probe

Menge eines Brennstoffs, repräsentativ für eine größere Menge, deren Eigenschaften zu bestimmen sind

3.10

Probenteilung

Reduktion der Masse einer Probe oder Teilprobe

3.11

Teilprobe

Teilmenge einer Probe

3.12

Prüfmenge

Teilprobe einer Laboratoriumsprobe, die aus der Menge an Material besteht, die für eine einzelne Durchführung eines Prüfverfahrens erforderlich ist

4 Formelzeichen und Abkürzungen

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Formelzeichen und Abkürzungen.

α	Konstante im Gesetz der dritten Potenz
d_{95}	nominelle Siebgröße, in Millimeter
m	Masse der Probe, in Gramm
M	Massenanteil an Wasser, in Prozent
f	Formfaktor

5 Grundsätze einer richtigen Probenvorbereitung

Der Hauptzweck der Probenvorbereitung ist die Reduktion einer Probe in eine oder mehrere Prüfmengen, die im Allgemeinen kleiner sind als die Ausgangsprobe. Der wichtigste Grundsatz bei der Probenvorbereitung besteht darin, dass die Zusammensetzung der vor Ort entnommenen Probe während aller Schritte der Probenvorbereitung nicht verändert werden darf und dass mögliche Anforderungen der durchzuführenden Analysenverfahren eingehalten werden müssen. Jede Teilprobe muss für die Ausgangsprobe repräsentativ sein. Um dieses Ziel zu erreichen, muss für jedes vor der Probenvorbereitung in der Probe vorliegende Partikel die gleiche Wahrscheinlichkeit bestehen, dass es in die nach der Probenvorbereitung verbleibende Teilprobe eingeschlossen wird. Auch der Verlust an Wasser und anderen flüchtigen Bestandteilen ist auf ein Mindestmaß zu verringern, wenn diese Bestandteile analysiert werden oder die zu analysierenden Eigenschaften beeinflussen.

Bei der Probenvorbereitung werden zwei grundlegende Verfahren angewendet. Diese Verfahren sind:

- Probenteilung;
- Reduktion der Partikelgröße der Probe.

Bei körnigen Materialien wird im Allgemeinen der Grundsatz des Gesetzes der dritten Potenz angenommen und muss bei jedem Schritt der Probenteilung beachtet werden. Die Gleichung für dieses Gesetz der dritten Potenz ist in Gleichung (1) dargestellt:

$$m > \alpha \times d_{95}^3 \quad (1)$$

Dabei ist

- m die nach jedem Schritt der Probenteilung verbliebene Masse, in g;
- d_{95} die nominelle Siebgröße, in mm;
- α eine Konstante für das gesamte Verfahren der Probenvorbereitung für ein bestimmtes Material, in g/mm^3 .

Der Wert und die Einheit der Konstante α sind durch die nominelle Siebgröße d_{95} und den Probenumfang m der Probe vor der Probenvorbereitung festgelegt.

BEISPIEL

Eine Probe von 10 kg SRF-Flusen hat eine d_{95} von 50 mm. Für die Analyse ist eine Prüfmenge von 5 g erforderlich.

Das Gesetz der dritten Potenz ergibt $\alpha = 10\,000$ g, dividiert durch 50 mm in der dritten Potenz. Der Wert von α beträgt jetzt $0,08 \text{ g/mm}^3$. Das Einsetzen dieses Wertes in Gleichung (1) für einen reduzierten Probenumfang ergibt eine nominelle Siebgröße für die Partikel in der Prüfmenge von 3,97 mm (Kubikwurzel von 5,0 g, dividiert durch $0,08 \text{ g/mm}^3$). In der folgenden Tabelle sind die Zahlenwerte dargestellt.

m g	α g/mm^3	d_{95} mm
10 000	0,08	50
5	0,08	3,97

In Tabelle 1 sind die resultierenden Reduktionsfaktoren für den (Teil-)Proben-Mindestumfang dargestellt, wenn eine bestimmte Reduktion der nominellen Siebgröße ausgewählt ist und das Gesetz der dritten Potenz beachtet wird. Der Reduktionsfaktor der nominellen Siebgröße kann berechnet werden, indem die vorliegende nominelle Siebgröße durch die vorgesehene nominelle Siebgröße nach der Reduktion der Partikelgröße dividiert wird.

In Tabelle 2 sind die resultierenden Reduktionsfaktoren für die nominelle Mindestsiebgröße angeführt, wenn eine bestimmte Reduktion des (Teil-)Probenumfangs ausgewählt und das Gesetz der dritten Potenz beachtet wurde. Der Reduktionsfaktor des (Teil-)Proben-Mindestumfangs kann durch Division des vorliegenden (Teil-)Proben-Mindestumfangs durch den vorgesehenen (Teil-)Proben-Mindestumfang nach der Reduktion der Partikelgröße berechnet werden.

Gleichung (1) kann zur Berechnung der exakten Werte für jede spezielle Gegebenheit verwendet werden.

Tabelle 1 — Übliche Werte für den gewählten Reduktionsfaktor des (Teil-)Proben-Mindestumfangs

Gewählter Reduktionsfaktor der nominellen Siebgröße	Resultierender Reduktionsfaktor für den (Teil-)Proben-Mindestumfang
1,5	3,4
2	8
3	27
4	64
5	125
6	216
7	343
8	512
9	729
10	1 000
20	8 000
30	27 000

Tabelle 2 — Übliche Werte für den gewählten Reduktionsfaktor der nominellen Siebgröße

Gewählter Reduktionsfaktor des (Teil-)Proben-Mindestumfangs	Notwendiger Reduktionsfaktor der nominellen Siebgröße
2	1,3
3	1,4
4	1,6
5	1,7
10	2,2
20	2,7
50	3,7
80	4,3
100	4,6
200	5,8
500	7,9
1 000	10,0

Bei SRF sind jedoch viele Materialien keineswegs körnig. Zum Beispiel erweisen sich die Partikel bei Flusen vorwiegend als flach. Deshalb kann bei festen Sekundärbrennstoffen eine Berichtigung hinsichtlich nichtkörniger Materialien erfolgen.

Es ist darauf zu achten, dass ein Verlust an Feingut und flüchtigen Bestandteilen, wie z. B. Wasser und Quecksilber, beim Mahlen und bei anderen Arbeitsschritten vermieden wird.

Wenn für die Bestimmung des Wassergehaltes eine Teilprobe benötigt wird, muss die Probenvorbereitung nach einem Verfahren durchgeführt werden, das den Anforderungen nach CEN/TS 15414-1, CEN/TS 15414-2 oder EN 15414-3 nicht widerspricht. Es wird empfohlen, dass, wenn der Wassergehalt des Materials (im Probenahmezustand) zu bestimmen ist, eine getrennte Probe für die Bestimmung des Wassergehalts entnommen wird (da hier ein Risiko besteht, dass der Wassergehalt durch die Arbeitsschritte der Probenvorbereitung verringert wird).

Wenn eine Teilprobe für die Bestimmung des Quecksilbergehaltes erforderlich ist, muss die Probenvorbereitung nach einem Verfahren durchgeführt werden, das den Anforderungen nach EN 15297 nicht widerspricht. Es wird empfohlen, dass, wenn der Quecksilbergehalt des Materials (im Probenahmezustand) zu bestimmen ist, eine getrennte Probe für die Bestimmung des Quecksilbergehalts entnommen wird (da hier ein Risiko besteht, dass der Quecksilbergehalt durch die Arbeitsschritte der Probenvorbereitung verringert wird).

Bei Materialien, die auf den Wassergehalt und Quecksilbergehalt zu prüfen sind, muss auf jede signifikante Wärmeentwicklung und das Risiko des Verlustes an Wasser und Quecksilber geachtet werden.