

Biogas: Was steckt in den Substraten?

Richtige Probenahme von Feststoffen, Einsatzstofflagern und offenen Silos

Eine perfekte, repräsentative Probenahme und -vorbereitung ist wesentliche Voraussetzung für jede Art von Laboranalyse. Sie ist die Basis für gute Ergebnisse, da sich Fehler bei der Probenahme auf vielfache Weise im späteren Ergebnis widerspiegeln können. Darum sollte der Prozess der Beprobung von festen Proben sehr sorgfältig durchgeführt werden, denn hier passieren Fehler, die letztlich bis zu einem hundertprozentigen Fehler im Laborergebnis beitragen.

Ziel der Probenahme ist es, die energie- und wertgebenden Inhaltsstoffe möglichst zuverlässig zu erfassen und abzubilden. Dabei spielt die Homogenität der Proben fürs Labor eine zentrale Rolle. Denn mit der Kenntnis der Mess- und Laborwerte kann z. B. bei Biogasanlagen die Energieerzeugung effektiver und wirtschaftlicher betrieben werden.



Probenahme am Silo durch Einstiche von oben.

FOTO: GÜNTER HENKELMANN

Für Anlagenbetreiber

Dabei gibt es bislang für die Probenahme im Umfeld von Biogasanlagen keine einheitliche Regelung oder rechtsverbindliche Normungen. Die Probenahme kann daher durchaus vom Betreiber der Biogasanlage selbst durchgeführt werden, wenn er die vom Biogas Forum Bayern erarbeiteten Hinweise, die hier im Wesentlichen zusammengefasst sind, berücksichtigt.

Die Qualität von Laboranalysen lässt sich meist nicht an den absoluten Werten und den angegebenen Nachkommastellen im Labor bemessen, sondern an der Repräsentativität der Probe sowie der Genauigkeit, mit der die Proben vorher gezogen und verarbeitet wurden. Der Hauptanteil der Analysenfehler entsteht schon während der Probenahme (bis zu 100 % und darüber hinaus). Bei der anschließenden Probenvorbereitung,

Trocknung, Vermahlung und Homogenisierung der Proben sind Fehler von bis zu 10 % nicht auszuschließen. Nur ein geringer Teil (+/- 1 %) ergibt sich während der Analyse im Labor z. B. durch Analysen-, Wäge- und Pipettierfehler. Das zeigt, wie wichtig eine korrekte Probenahme ist.

Bei allen Analysen im Rahmen der Biogaserzeugung und der Prozessüberwachung ist darauf zu achten, dass die aus den Einsatzstoffen (Substraten) entnommenen Proben möglichst das vollständige zu beprobende Material repräsentieren.

Repräsentative Probe

Oberster Grundsatz für jede Probenahme ist, dass die entnommene Probe repräsentativ für die ganze Partie ist. Es kann dabei sinnvoll sein, je nach Fragestellung Teilpartien zu definieren, um z. B. eine Aussage über die Qualität und Verteilung der Inhaltsstoffe von besonderen Stellen zu erhalten. Verschimmelte Teile, die von der Nutzung in einer Biogasanlage schon optisch auffällig sind, sollten von der Beprobung ausgeschlossen werden.

● **Probenahmegeräte:** Die Probenahmegeräte müssen aus einem Material bestehen, das die zu beprobenden Laboranalysen nicht beeinflusst. Vorzugsweise sollten Kunststoffbehälter aus Polyethylen, Polypropylen oder anderen inerten Materialien bestehen. Aluschalen sollten beispielsweise nicht verwendet werden, wenn auf Aluminium untersucht werden soll. Benötigt werden:

● Zur Größe der Partie und zur Teilchengröße der Stoffe passende Probeschäufeln oder ein Nmin-Bohrer, Göttinger Bohrer o. ä., eine Handschaukel oder ein Spaten.

- Fass mit ca. 30 – 60 l aus Kunststoff oder eine Mörtelwanne aus Kunststoff oder eine 1,5 m²-Folie zum Mischen der Sammelprobe.
- Probenbehältnisse für die Laborprobe (möglichst aus Kunststoff), z. B. feste Kunststoffbeutel oder Weithalsflaschen aus Kunststoff.
- Etiketten zum Beschriften und ein Permanentstift oder Bleistift.

Einzelprobe und Menge

Im Grundsatz gilt: Je größer die Probenanzahl, desto robuster sind die Ergebnisse. Die Tabelle links zeigt, wie viele Einzelproben bei verschiedenen Substraten mindestens gezogen werden sollten. Die Probenmenge richtet sich nach der Art der Untersuchung, sollte aber bei z. B. zehn Einzelproben eine Sammelprobe von mindestens 10 kg (bei Heu und Stroh ca. 4 kg) ergeben. Diese Sammelprobe wird vermischt und homogenisiert und man füllt dann zwei Endproben in Kunststofftüten ab. In der Regel sollten dem Labor (nach Rücksprache) zwei Endproben von je 1 – 2 kg oder Liter geschickt werden.

Proben aus dem Silo

Werden die Proben an einem Silo genommen, so muss der Silierprozess zum Zeitpunkt der Probenahme beendet sein. Grundsätzlich empfiehlt sich jedoch nach Beendigung des Silierprozesses ein möglichst früher Untersuchungstermin, um Kenntnisse über die Qualitäten der zur Verfügung stehenden wertgebenden Inhaltsstoffe und den Energiegehalt des Substrats zu erhalten. Ebenso sind die Laborwerte für Schnittgut- und Festmistlager gerade bei einem Wechsel von Einsatzstoffen wichtig, denn sie liefern die Daten für die zu erwartende Gasausbeute und die Energiegewinnung im Blockheizkraftwerk der Biogasanlage.

● **Beprobung eines Silos von oben:** Die Probenahme an einem niedrigen Silo mit pflanzlichen Einsatzstoffen kann bei kleinen Silos von oben erfolgen und mit z. B. Probestechern durchgeführt werden. Es sollten mindestens 10 bis 20 Einzelproben gezogen werden. Die Folie wird dazu eingeschnitten, die Probe genommen und der Hohlraum wieder verfüllt und das Silo wieder luftdicht verschlossen (Klebeband).

In der Regel sind jedoch die Silos und die Silowände von Biogasanlagen zu hoch, um hier gefahrlos eine Beprobung von oben durchführen zu können. Hier wird häufig eine Beprobung an der Schnittfläche des Silos erfolgen.

● **Beprobung eines Silos an der Schnittkante:** Es sollte mindestens an zehn verschiedenen Stellen, mit Schaufel oder Bohrstock, eine Probe entnommen werden. Bei Probenahme direkt aus dem Silostock ist darauf zu achten, dass nicht von der Witterung stark beeinflusstes Rand-

Anzahl der Einzelproben verschiedener Substrate

Art und Umfang der Partie	Mindestzahl der Einzelproben
Feste Stoffe (lose) und Stoffe in Behältnissen unter 100 kg	2 - 5 Proben
Mais- und Grünfuttsilage, Rübenblätter, Heu und Stroh	10 - 20 oder mehr

Verpackung und Transport

Die empfohlene Menge der Endprobe ergibt sich aus dem Untersuchungsumfang, sollte aber etwa zweimal 1 – 2 l nicht unterschreiten. Die pflanzlichen Einsatzstoffe werden in Tüten (große Gefrierbeutel) oder auch in Weithalsflaschen (mind. 1 l Fassungsvermögen) abgefüllt. Dabei sollte bei Silagen oder pflanzlichen Einsatzstoffen die Luft aus dem Probenbeutel herausgedrückt oder mit einem Vakuumierer verschlossen werden, um Veränderungen durch Sauerstoff zu vermeiden.

Luftinfluss ist jedoch bei trockenem Material, wie z. B. Heu kein Problem. Der Beutel ist mit einem wasserfesten Stift eindeutig zu kennzeichnen. Ein Probenahmeprotokoll ist den Proben immer

beizulegen. Besonderheiten sind als Bemerkung auf den Untersuchungsauftrag zu vermerken (z. B. fauliger Geruch, farbliche Veränderungen, ...). Proben sollten nur nach Rücksprache mit dem Labor eingefroren werden. Beispielsweise führt ein Einfrieren bei vielen mikrobiologischen Untersuchungen zu falschen Ergebnissen. Der Probentransport ins Labor sollte möglichst am gleichen Tag und auf dem kürzesten Weg erfolgen. Verpackung und Transport haben so zu erfolgen, dass sich die Proben möglichst nicht verändern. Eine Transporttemperatur von +2 °C bis +4 °C (Kühlelemente und Styroporbox) ist wünschenswert, für trockenes Material aber nicht zwingend erforderlich.

Wie oft sollte man im Labor untersuchen lassen?

Wichtig ist bei allen Laboruntersuchungen, dass die Untersuchungshäufigkeit mit den Qualitätszielen des Betreibers übereinstimmt. Läuft eine Anlage ungestört und die Untersuchung dient als Routine, können einfache, wöchentliche Untersuchungen ausreichen.

Wurden die Einsatzstoffe gewechselt oder sollen Ziele der Prozessoptimierung angestrebt werden, müssen komplexere Untersuchun-

gen z. B. zu Fasergehalt, Spurenelementen, Gasausbeuten usw. die Basis von Veränderungen an der Anlage sein. Hier ist je nach Fütterung und Stoffumsatz von zwei- bis fünftägigen Untersuchungszyklen auszugehen.

Sollen Störungen beseitigt werden, sind einige schnelle und gezielte Untersuchungen an den Einsatzstoffen z. B. zu Hemm- und Störstoffen erforderlich. Hier emp-

fehlt es sich, täglich zu beproben. Nach der Prüfung des Erfolgs von Maßnahmen sollten dann in einem größeren Abstand etwa eine Woche nach Störungsbeseitigung erneut Untersuchungen durchgeführt werden. Gerade bei Störungen und gewünschten Optimierungen ist es sinnvoll, ein beratendes Labor oder eine fachkundige Firma hinzuzuziehen, um einen maximalen Erfolg zu gewährleisten.

Analysen stehen, ist eine korrekte und präzise Probenahme von außerordentlicher Bedeutung, um nicht fehlerhafte Maßnahmen zu ergreifen. Es ist daher wichtig, genau darauf zu achten, wofür man die Probenahme durchführt, ob es sich um eine Routineprobe, Störungsanalyse oder eine Optimierung handelt.

Auswahl des Labors

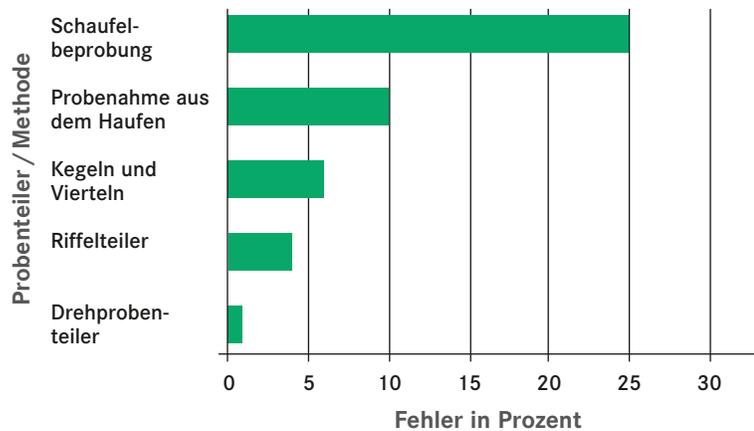
Zudem sollte das Labor mit gezielten Aufträgen zu den Fragestellungen beauftragt werden. Erkundigen Sie sich, in welcher Form und Menge die Probe ans Labor verschickt werden soll.

Achten Sie auf kurze Transportzeiten (z. B. vermeiden Sie, falls möglich, Feiertage, Brückentage usw.). Fragen Sie nach, ob das Labor im relevanten Konzentrationsbereich auch Ergebnisse liefern kann und wie hoch der Messfehler der Methode ist, um die Daten zu interpretieren. Einmalige Messungen sollten nicht als Basis für Ihre Entscheidungen verwendet werden. Beobachten Sie den Verlauf der Analyseergebnisse, über die Zeit, auf mögliche Trends, interpretieren sie die Laborergebnisse und nutzen Sie diese für Ihre Entscheidungen.

Leider gibt es für viele der zur Beurteilung von festen Einsatzstoffen wichtigen Messgrößen keine allgemein anerkannten Methoden oder DIN-Normen. Somit sind Laborwerte auch bei guter Probenahme von Labor zu Labor oft nur bedingt vergleichbar, vor allem wenn unterschiedliche Methoden zur Analyse verwendet werden. Darum sollte man möglichst bei einem Labor „seines Vertrauens“ bleiben, um gerade bei Optimierungen immer die Ergebnisse aus einer Hand zu erhalten.

Günter Henkelmann
Biogas Forum Bayern

Vergleich von Homogenisierungsmethoden



material entnommen wird und dass keine verschimmelten Einzelproben in die Sammelprobe gelangen. Wird mit einem Radlader gearbeitet, sollte vor der Beprobung mindestens eine Schicht von 30 cm abgetragen werden. Dann entnimmt man aus jeder weiteren Schaufel einige repräsentative Proben und vereinigt diese zu einer Sammelprobe. Diese Sammelproben werden vermischt und homogenisiert.

Auch hier sollten 10 – 20 Einzelproben gezogen werden. Die Einzelproben müssen durch Kegeln und Vierteln (siehe folgender Absatz) homogenisiert werden und zwei Endproben von mindestens 1 – 2 kg in Tüten oder Polyflaschen verpackt werden. Entscheidend für die Homo-

genität einer Probe ist nicht nur die Anzahl der Einzelproben, sondern vor allem auch deren Homogenität.

Homogenität

● **Homogenisierung in einem Kunststofffass:** Die gesammelten Einzelproben sollten in einem Kunststofffass (30 – 60 l), dessen Inhalt schon beim Befüllen mit der Schaufel ständig vermischt wird, durch Herumrollen des verschlossenen, nur zur Hälfte gefüllten Fasses homogenisiert werden.

● **Homogenisierung in einer Mörtelwanne:** Die in einer Mörtelwanne gesammelten Einzelproben (= Sammelprobe) werden gründlich mit einem Universal- oder Wendelrührer (Bohrmaschine) oder einer Schufel (ähnlich einer gekrümmten Unkrauthacke) durchmischt.

● **Kegeln und Vierteln:** Oder die Sammelprobe wird auf einer sauberen Plane gemischt. Dabei geht man nach der klassischen Methode der Probenteilung vor: Auf der Plane erfolgt das Vierteln der Probe, wobei immer zwei Viertel der ursprünglichen Menge entfernt werden. Der Rest wird neu gemischt und wieder geviertelt, so lange, bis die richtige Probenmenge übrig bleibt. Dieses Verfahren wird auf alle entnommenen Einzel- und Teilproben angewendet. Dies ist allerdings sehr zeitaufwendig und mühsam, doch es lohnt sich, denn die Probenteilung beeinflusst das spätere Laborergebnis ganz entscheidend.

● **Riffelteiler:** Das Verfahren kann für feineres Material, Häckselgut oder Körner durch sog. Riffelteiler vereinfacht werden. Bei diesen wird die Probenmenge durch eng beieinander liegende Auslässe (Riffel) in zwei verschiedene Aufnahmeschalen aufgeteilt. Die Hälfte aller entnommenen Einzel- und Teilproben wird jeweils entfernt und die andere Hälfte wird im gleichen Verfahren etwa mindestens 6- bis 10-mal weiter heruntergeteilt. Die Größe des Riffelkopfes sollte sich nach der Menge und nach der Teilchengröße der Probe richten.

Was will man wissen?

Die Probenahme hat den größten Einfluss auf die Laborergebnisse und damit die Steuerung und den Betrieb einer Biogasanlage. Daher ist hier größte Sorgfalt und Genauigkeit gefragt, um keine falschen Rückschlüsse auf Prozesse im Fermenter zu ziehen.

Vor allem, wenn bestimmte Fragestellungen zu Störungen oder Optimierungen (z. B. Spurennährstoffe oder auch Indikatoren für Hemmungen im System) im Vordergrund der

Leitsätze zur Probenahme

- Die Qualität des Untersuchungsergebnisses hängt in erster Linie von der Qualität der Probenahme ab.
- Die Homogenisierung ist ein wesentlicher Bestandteil der Probenahme.
- Eine „Schaufelbeprobung“ ohne weitere Homogenisierung sollte nicht stattfinden.
- Keine verschimmelten oder sonstig veränderten Randschichten zur Sammelprobe zufügen.

ANZEIGE

Heizvorführung Sehen.Erleben.Heizen



Fachvortrag und Heizen mit Holz im praktischen Betrieb:

Freitag, 19. Oktober

Wann: 16.00 Uhr Beginn
Wo: HDG Kundenzentrum
Franken / Oberpfalz
95469 Wirbenz

Samstag, 20. Oktober

Wann: 08.30 Uhr Beginn
Wo: HDG Bavaria GmbH
Stammwerk / Südbayern
84323 Massing
Nur hier mit Besichtigung
der Kesselproduktion

- Scheitholzkessel
- Hackschnitzelkessel
- Pelletkessel
- Kombikessel



Anmeldung und Informationen unter:
Tel. 08724/897-0 oder hdg-bavaria.com