

Technische Universität München
Department für Biogene Rohstoffe und Technologie der Landnutzung
Fachgebiet Technik in Pflanzenbau und Landschaftspflege

**Verfahren zur Bestimmung physikalischer
Qualitätsmerkmale und des Wassergehaltes
biogener Festbrennstoffe**

Thorsten Böhm

Vollständiger Abdruck der von der Fakultät
Wissenschaftszentrum Weihenstephan für Ernährung, Landnutzung und Umwelt
der Technischen Universität München
zur Erlangung des akademischen Grades eines

Doktors der Agrarwissenschaften (Dr. agr.)

genehmigten Dissertation.

Vorsitzender: Univ.-Prof. Dr. J. Meyer
Prüfer der Dissertation: 1. Univ.-Prof. Dr. H. Auernhammer
2. Univ.-Prof. Dr. Dr. G. Wegener
3. Univ.-Prof. Dr. M. Faulstich

Die Dissertation wurde am 15.12.2005 bei der
Technischen Universität München eingereicht und durch die Fakultät
Wissenschaftszentrum Weihenstephan für Ernährung, Landnutzung und Umwelt
am 10.06.2006 angenommen.

Für eine umweltverträglichere Nutzung unserer Rohstoffe

Danksagung

Zum Gelingen der Arbeit haben zahlreiche Menschen beigetragen, bei denen ich mich ganz herzlich bedanke.

Für die Überlassung des Themas und die Gesamtbetreuung der Arbeit danke ich Herrn Univ.-Prof. Dr. J. Schön, der das Ende der Arbeit leider nicht erleben durfte.

Ich danke Herrn Univ.-Prof. Dr. H. Auernhammer für die weitere Betreuung sowie Univ.-Prof. Dr. Dr. G. Wegener und Univ.-Prof. Dr. M. Faulstich für die Übernahme der Koreferate. Bei Herrn Univ.-Prof. Dr. J. Meyer bedanke ich mich für den Prüfungsvorsitz. Mein ganz besonderer Dank gilt Herrn Dr. H. Hartmann für viele wertvolle Anmerkungen, für die ständige Bereitschaft zur Diskussion und für die fachliche Betreuung der Arbeit.

Bedanken möchte ich mich auch bei allen Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern – auch vielen ehemaligen Kollegen – der Abteilung Technologie Nachwachsender Rohstoffe im Technologie- und Förderzentrum in Straubing sowie des Instituts für Landtechnik, Bauwesen und Umwelttechnik in Weihenstephan. Bei Herrn Dr. A. Strehler bedanke ich mich für den fachlichen Austausch und sein persönliches Engagement im Bereich der energetischen Nutzung von Biomasse. Bei der Versuchsdurchführung standen mir Herr L. Maier, Herr V. Schmid, Herr H. Link sowie die Diplomanden M. Bock und R. Kühl tatkräftig zur Seite, wofür ich Ihnen sehr dankbar bin. Dank sagen möchte ich auch Herrn Dr. H. Stanzel, Herrn G. Rödel und den Mitarbeitern der Werkstatt mit ihren Leitern Herrn K. Stadler und Herrn M. Wildgruber für die Realisierung von Versuchsaufbauten. Auch gilt mein Dank Frau H. Eismann und Frau H. Nielsen für die Erstellung zahlreicher grafischer Abbildungen. Frau S. Samson † danke ich für die Anfertigung von Serienbriefen und die Übernahme etlicher Kopierarbeiten. Herrn G. Fröhlich, Herrn R. Weinfurtner, Herrn P. Rossmann und auch Herrn M. Freiberger danke ich für Hilfestellungen rund um die elektronische Datenverarbeitung. Großer Dank gebührt ebenfalls Frau U. Maier und Herrn Dr. A. Huber.

Weiterhin möchte ich mich bei der Fachagentur Nachwachsende Rohstoffe (FNR) bedanken, welche das Forschungsvorhaben finanziert hat sowie bei Herrn Prof. Dr. M. Kaltschmitt für die Koordinierung des Projektes und seinen Einsatz für die Standardisierung biogener Festbrennstoffe.

Für die Überlassung von Messgeräten und für die Durchführung von Analysen gebührt ein Dankeschön den Firmen Haver & Boecker, ACO Automation Components, Mesa Electronic GmbH, Sartorius AG, Micromeritics GmbH, hf-sensor GmbH, Pier-Electronic GmbH, Pandis GmbH, IMKO Mikromodultechnik, Liebherr-Mischtechnik GmbH, Schaller Messtechnik, a & p instruments e.K., CEM GmbH, Ahlborn Messtechnik GmbH, Gann Mess- und Regeltechnik und Testo GmbH & Co.

Mein ganz herzlicher Dank gilt abschließend meiner Familie. Zum einen meinen Eltern, die mir den Hochschulbesuch ermöglicht und mich in allen Phasen meines Lebens voll unterstützt haben sowie meiner Frau Andrea und unseren Kindern Lars und Phillip, die wegen dieser Arbeit oft auf mich verzichten mussten.

Freising, im August 2006

Thorsten Böhm

Inhaltsverzeichnis

| | |
|---|--------------|
| Abbildungsverzeichnis | IX |
| Tabellenverzeichnis | XIV |
| Abkürzungs- und Symbolverzeichnis | XVI |
| Verzeichnis der verwendeten Einheiten..... | XVIII |
| | |
| 1 Einleitung und Problemstellung | 1 |
| 1.1 Allgemein | 1 |
| 1.2 Physikalisch-mechanische Qualitätsmerkmale..... | 3 |
| 1.3 Problemstellung | 8 |
| | |
| 2 Zielsetzung | 10 |
| | |
| 3 Verfahren zur Bestimmung des Wassergehaltes..... | 12 |
| 3.1 Geeignete Messverfahren | 12 |
| 3.1.1 Herstellerumfrage | 12 |
| 3.1.2 Messprinzipien | 13 |
| 3.1.2.1 Thermogravimetrische Verfahren | 13 |
| 3.1.2.2 Elektrische Verfahren | 18 |
| 3.1.2.3 Optische Verfahren | 23 |
| 3.1.2.4 Hygrometrische Verfahren..... | 25 |
| 3.2 Material und Methoden der Versuchsdurchführung..... | 26 |
| 3.2.1 Verwendete Brennstoffproben | 26 |
| 3.2.2 Messgeräte, Versuchsaufbau und -durchführung | 29 |
| 3.2.2.1 Trockenschrankverfahren..... | 29 |
| 3.2.2.2 Gefriertrocknung..... | 30 |
| 3.2.2.3 Infrarottrocknung | 31 |
| 3.2.2.4 Mikrowellentrocknung..... | 33 |
| 3.2.2.5 Kapazitive Verfahren | 34 |
| 3.2.2.6 Mikrowellenverfahren | 37 |
| 3.2.2.7 Time–Domain-Reflectometry-Verfahren (TDR) | 40 |
| 3.2.2.8 Leitfähigkeitsverfahren | 41 |
| 3.2.2.9 Infrarotreflektionsverfahren..... | 43 |
| 3.2.2.10 Luftfeuchte-Ausgleichsverfahren | 46 |

| | | |
|----------|---|-----------|
| 3.2.3 | Versuchspläne | 48 |
| 3.2.4 | Datenauswertung | 49 |
| 3.2.5 | Vorversuche | 51 |
| 3.2.5.1 | Temperaturkontrolle in den Trockenschränken | 51 |
| 3.2.5.2 | Ermittlung der Trocknungsdauer von Scheithölzern im Trockenschrank..... | 52 |
| 3.2.5.3 | Ermittlung der Trocknungsdauer von Holzhackschnitzeln im Trockenschrank | 53 |
| 3.2.5.4 | Ermittlung von Geräteeinstellungen für die Infrarottrockner | 54 |
| 3.3 | Ergebnisse und Diskussion..... | 57 |
| 3.3.1 | Messungen mit Holzhackschnitzeln | 57 |
| 3.3.1.1 | Korrelation mit der Referenzmethode | 59 |
| 3.3.1.2 | Sensitivitätsanalyse über den Einfluss der Schüttdichte | 61 |
| 3.3.1.3 | Simulation von Kalibriermodellen | 63 |
| 3.3.2 | Messungen mit Scheithölzern | 64 |
| 3.4 | Schlussfolgerungen | 67 |
| 4 | Verfahren zur Bestimmung der Größenverteilung | 69 |
| 4.1 | Übliche Messverfahren | 69 |
| 4.1.1 | Siebverfahren..... | 70 |
| 4.1.1.1 | Plansiebung..... | 70 |
| 4.1.1.2 | Trommelsiebung..... | 71 |
| 4.1.2 | Optische Verfahren | 72 |
| 4.1.2.1 | Bildanalyse | 72 |
| 4.1.2.2 | Lichtstreuunganalyse (Laserbeugung) | 73 |
| 4.2 | Material und Methoden der Versuchsdurchführung..... | 73 |
| 4.2.1 | Verwendete Brennstoffproben..... | 73 |
| 4.2.1.1 | Holzhackschnitzel | 73 |
| 4.2.1.2 | Standardprobe mit definierten Teilchengrößen..... | 76 |
| 4.2.2 | Messgeräte, Versuchsaufbau und -durchführung | 77 |
| 4.2.2.1 | Plansiebmaschine..... | 77 |
| 4.2.2.2 | Trommelsiebmaschine..... | 78 |
| 4.2.2.3 | Bildanalysegerät | 80 |
| 4.2.2.4 | Gegenüberstellung der methodischen Unterschiede | 83 |
| 4.2.2.5 | Vorversuche | 83 |
| 4.2.3 | Versuchsplan | 85 |
| 4.2.4 | Datenauswertung | 86 |

| | | |
|----------|---|------------|
| 4.3 | Ergebnisse und Diskussion | 91 |
| 4.3.1 | Verteilungssummenkurven | 91 |
| 4.3.2 | Medianwert und mittlere Teilchengröße | 94 |
| 4.3.3 | Wiederholbarkeit | 96 |
| 4.3.4 | Fehlgutanteil | 97 |
| 4.4 | Schlussfolgerungen | 99 |
| 5 | Verfahren zur Bestimmung der Schüttdichte | 101 |
| 5.1 | Übliche Messverfahren | 101 |
| 5.2 | Material und Methoden der Versuchsdurchführung | 103 |
| 5.2.1 | Verwendete Brennstoffproben | 103 |
| 5.2.2 | Messverfahren und Versuchsaufbau | 103 |
| 5.2.3 | Versuchsdurchführung | 105 |
| 5.2.4 | Versuchspläne | 106 |
| 5.2.5 | Datenauswertung | 108 |
| 5.3 | Ergebnisse und Diskussion | 111 |
| 5.3.1 | Einfluss der Behälterform und -größe | 111 |
| 5.3.2 | Einfluss von Erschütterungen | 113 |
| 5.3.3 | Einfluss des Wassergehaltes | 115 |
| 5.4 | Korrelation von Schüttdichte und Größenverteilung | 119 |
| 5.5 | Schlussfolgerungen | 120 |
| 6 | Verfahren zur Bestimmung der Rohdichte | 121 |
| 6.1 | Übliche Messverfahren | 121 |
| 6.1.1 | Stereometrie | 122 |
| 6.1.2 | Hydrostatische Verfahren | 123 |
| 6.1.2.1 | Auftriebsmessung | 123 |
| 6.1.2.2 | Flüssigkeitsverdrängung | 123 |
| 6.1.2.3 | Fehlerquellen hydrostatischer Verfahren | 124 |
| 6.1.3 | Feststoffverdrängung | 125 |

| | | |
|-----------|--|------------|
| 6.2 | Material und Methoden der Versuchsdurchführung..... | 125 |
| 6.2.1 | Verwendete Brennstoffproben..... | 125 |
| 6.2.2 | Messgeräte, Versuchsaufbau und -durchführung | 126 |
| 6.2.2.1 | Stereometrische Volumenbestimmung | 126 |
| 6.2.2.2 | Auftriebsmessung | 128 |
| 6.2.2.3 | Flüssigkeitsverdrängung..... | 128 |
| 6.2.2.4 | Anwendung von Netz- und Hilfsmitteln | 129 |
| 6.2.2.5 | Oberflächenversiegelung der Prüflinge..... | 130 |
| 6.2.2.6 | Bestimmung der Feststoffverdrängung..... | 131 |
| 6.2.3 | Wahl des Stichprobenumfangs | 132 |
| 6.2.4 | Versuchsplan | 133 |
| 6.2.5 | Datenauswertung (Varianzanalyse) | 135 |
| 6.2.6 | Vorversuche | 136 |
| 6.3 | Ergebnisse und Diskussion..... | 137 |
| 6.3.1 | Messungen von Pellets | 138 |
| 6.3.1.1 | Benetzungsmittel | 139 |
| 6.3.1.2 | Ultraschallbad | 141 |
| 6.3.1.3 | Imprägnierungsmittel | 142 |
| 6.3.1.4 | Stereometrische Messungen | 142 |
| 6.3.1.5 | Feststoff-Pyknometermessung | 143 |
| 6.3.1.6 | Allgemeine Beobachtungen | 144 |
| 6.3.1.7 | Mindest-Stichprobenumfang | 145 |
| 6.3.2 | Messungen von Briketts..... | 146 |
| 6.3.3 | Systematische Fehlerquellen im Tauchbad | 150 |
| 6.4 | Schlussfolgerungen | 151 |
| 7 | Einordnung der Ergebnisse im Standardisierungs- prozess | 153 |
| 8 | Zusammenfassung | 158 |
| 9 | Summary | 163 |
| 10 | Literaturverzeichnis..... | 167 |
| 11 | Anhang | 174 |

Abbildungsverzeichnis

Nr.

| | |
|---|----|
| 1: Abhängigkeit zwischen Wassergehalt und Heizwert am Beispiel eines Holzbrennstoffs [51] | 5 |
| 2: Vorgehensweise bei der Bewertung von Prüfverfahren für Qualitätsmerkmale..... | 10 |
| 3: Übersicht über die Materialfeuchtemessprinzipien (nach [81])..... | 14 |
| 4: Phasendiagramm für Wasser (nach [95])..... | 16 |
| 5: Schematische Darstellung eines kapazitiven Feuchtemessgerätes (Mess-Eimer); nach dem Transmissionsmessprinzip (Fa. Pandis, Typ FMG 3000)..... | 19 |
| 6: Logarithmus des elektrischen Widerstandes von Holz in Abhängigkeit vom Wassergehalt über und unter dem Fasersättigungspunkt FSP..... | 20 |
| 7: Reflexion, Absorption, Streuung und Transmission beim Durchtritt einer elektromagnetischen Welle durch ein dielektrisches Material | 22 |
| 8: Offene und geschlossene Mikrowellen-Feuchtemesssysteme [81]..... | 22 |
| 9: Absorptionsspektrum von Wasser im Nah-Infrarot-Bereich | 23 |
| 10: Aufbau eines Infrarot-Reflexions-Messkopfes (nach [97])..... | 24 |
| 11: Gleichgewichts-Feuchte (Sorptionisothermen) von Holz in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte und der Temperatur (nach [79])..... | 26 |
| 12: Holzfeuchte-Gleichgewichtslinien zur Ermittlung der Holzfeuchte | 26 |
| 13: Solare Bodentrocknung von Holzhackschnitzeln | 28 |
| 14: In Vergleichsmessungen geprüfte Verfahren, Hersteller und Gerätebezeichnungen für die Bestimmung des Wassergehaltes. Hersteller: siehe Anhang Tabelle A1 [5]..... | 29 |
| 15: Bestimmung des Wassergehaltes im Trockenschrank (links: Fa. Memmert, Typ ULM 700) und durch Gefriertrocknung (rechts: Fa. Christ, Typ Beta I)..... | 30 |
| 16: Bestimmung des Wassergehaltes durch Infrarottrocknung (links: Fa. Sartorius, Typ MA 30; rechts: Fa. Ultra-X, Typ 2081) | 32 |
| 17: Bestimmung des Wassergehaltes durch Mikrowellentrocknung (Fa. CEM, Typ Smart System 5) | 33 |
| 18: Bestimmung des Wassergehaltes von Holzhackschnitzeln nach dem kapazitiven Verfahren (Fa. Pandis, Typ FMG 3000;)..... | 34 |
| 19: Versuchsaufbau zur Wassergehaltsbestimmung mit kapazitiven Verfahren (Fa. Liebherr und Arnold [50])..... | 35 |
| 20: Bestimmung des Wassergehaltes mit kapazitiven Verfahren für kontinuierliche Gutströme (links: Fa. Liebherr, Typ Litronic FMS; rechts: Fa. Arnold)..... | 36 |

| | |
|---|----|
| 21: Grundkonstruktion des Einstechapplikators Moist Bio der Fa. hf-sensor..... | 38 |
| 22: Bestimmung des Wassergehaltes nach dem Mikrowellenverfahren mit einem tragbaren Einstechapplikator und einer Messsonde..... | 39 |
| 23: TRIME-GMC Bechersonde mit Impulslauf (Fa. Imko) | 40 |
| 24: Bestimmung des Wassergehaltes von Scheitholz nach dem Leitfähigkeitsverfahren mit einer Rammelektrode (Fa. Gann)..... | 43 |
| 25: Gewählte Messpunkte zur Wassergehaltsbestimmung am Holzscheit | 43 |
| 26: Versuchsaufbau zur Bestimmung des Wassergehaltes durch Simulation eines Materialflusses für ein infrarot-reflektometrisches Verfahren (Mesa) [50]..... | 44 |
| 27: Bestimmung des Wassergehaltes durch Infrarotreflektionsverfahren (Fa. Pier)..... | 45 |
| 28: Bestimmung des Wassergehaltes nach dem Luftfeuchte-Ausgleichsverfahren (Fa. Schaller)..... | 47 |
| 29: Beispiel für eine eindimensionale Kalibrierfunktion (hier: IR-reflektometrisches System "Mesa") mit Regressionsgleichung, Bestimmtheitsmaß r^2 und Standardfehler s ($n = 43$) [5]..... | 49 |
| 30: Zweidimensionale Kalibrierfunktion (Beispiel hier: kapazitive Methode "Arnold"), mit Regressionsgleichung, Bestimmtheitsmaß r^2 und Standardfehler s (4,2 % der Gesamtstreuung können hier durch die Variable $d_{(i; wf)}$ erklärt werden) [50]..... | 50 |
| 31: Beispiel für eine eindimensionale Kalibrierfunktion (hier: kapazitives System "Liebherr") mit fünf zufällig ausgewählten Wertepaaren aus drei Feuchtebereichen (Kalibrierwerte). Praxiswerte: Verteilung von 37 Messwerten um die errechnete Kalibrierfunktion..... | 51 |
| 32: Trocknungsverlauf von erntefrischem Scheitholz bei 105 °C und 80 °C. Mittlerer Scheitumfang: 34,9 cm, mittlere Scheitlänge: 32,7 cm..... | 53 |
| 33: Trocknungsdauer und gemessener Wassergehalt von lufttrockenem Feinhackgut (Fichte) bei zwei IR-Trocknern (links: Fa. Sartorius, Typ MA 30; rechts: Fa. Ultra-X, Typ UX 2081) | 56 |
| 34: Trocknungsverlauf von erntefrischem Feinhackgut (Fichte) und Rinde (Lärche) bei zwei IR-Trocknern (links: Fa. Sartorius, Typ MA 30; rechts: Fa. Ultra-X, Typ UX 2081) | 57 |
| 35: Abweichungen der Einzelmessungen des Wassergehaltes (bezogen auf die Gesamtmasse) von Holzhackschnitzeln gegenüber dem Referenzverfahren (Trockenschrank bei 105 °C)..... | 58 |
| 36: Einfluss der Schüttdichte wasserfrei $d_{(i; wf)}$ auf das Messergebnis der Verfahren mit signifikanter Schüttdichte-Wirkung (100-%-Werte in Klammern) und deren Regressionsgleichungen: Schüttdichte (bei allen 200 kg/m ³) und Anzeigewert (Arnold: 45,2, Liebherr: 648,2, Imko: 28,2, hf-sensor: 539,8); Schätzwert für Wassergehalt w_y nach Kalibrierung bei allen Verfahren: 25 % | 62 |

| | |
|---|----|
| 37: Vergleich verschiedener Schnellbestimmungsgeräte für den Wassergehalt von Scheitholz. Abweichung zum Referenzverfahren (Trockenschrank 105°C) für Scheitholz (Fichte, Buche) | 65 |
| 38: Korrelation der Wassergehalts-Messwerte (hier: Gann-Ramm-Elektrode) mit den Ergebnissen der Referenzmethode (Trockenschrank 105 °C) bei Fichten- und Buchenscheiten (jeweils 25 bzw. 30 Werte); Scheite mit einem Wassergehalt über 50 % wurden nicht berücksichtigt..... | 66 |
| 39: Verfahren zur Bestimmung der Teilchengröße und Größenverteilung von Schüttgut-Brennstoffen..... | 69 |
| 40: Schematische Darstellung der Funktionsweise von Siebeinrichtungen für die Bestimmung der Größenverteilung von Schüttgütern..... | 71 |
| 41: Bildanalyseverfahren zur Bestimmung der Teilchengrößenverteilung... .. | 72 |
| 42: Fichten-Feinhackgut G 30, hergestellt mit einem Trommelhacker (Sieb mit einem Quadratlochdurchmesser von 25 mm, niedrigste Einzugs-geschwindigkeit, Fa. Heizomat) | 75 |
| 43: Fichten-Mittelhackgut G 50, hergestellt mit einem Trommelhacker (Sieb mit einem Quadratlochdurchmesser von 58 mm, höchste Ein-zugsgeschwindigkeit, Fa. Heizomat)..... | 75 |
| 44: Fichten-Grobhackgut, hergestellt mit einem Schneckenhacker (Fa. Sasmo)..... | 75 |
| 45: Verwendete Standardprobe mit 18 Teilchenfraktionen | 77 |
| 46: Plansiebmaschine (Fa. Retsch, Typ KS1)..... | 78 |
| 47: Trommelsiebmaschine (funktionsgetreuer Nachbau eines Prototyps aus Dänemark [76])..... | 79 |
| 48: Bildrekonstruktion von feinem Buchenhackgut (im Fallen) bei Messun-gen mit einem bildanalytischen Messsystem (Haver CPA 4, Fa. Haver & Boecker)..... | 81 |
| 49: Bildanalysegerät (Fa. Haver & Boecker, Typ Haver-CPA4) | 82 |
| 50: Definition statistischer Längen und Äquivalentdurchmesser von Teil-chen in einer Projektionsebene (nach Rumpf [52, 100]) | 91 |
| 51: Verteilungssummenkurven; Ergebnisse unterschiedlicher Messverfah-ren. Beispiel hier: Fichten-Mittelhackgut (Mittelwerte aus jeweils drei bzw. zwei Wiederholungen für die Sieb- und Bildanalyseverfahren)..... | 92 |
| 52: Verteilungssummenkurven; Ergebnisse unterschiedlicher Messverfah-ren. Beispiel hier: Fichten-Grobhackgut (Mittelwerte aus jeweils drei bzw. zwei Wiederholungen für die Sieb- und Bildanalyseverfahren)..... | 93 |
| 53: Mittlere Teilchengröße von Mittelhackgut bei unterschiedlichen Be-stimmungsverfahren. BA 1: bildanalytische Klassierung nach dem Äquivalentdurchmesser. BA 2: bildanalytische Klassierung nach dem Feretschen Durchmesser..... | 95 |

| | |
|--|-----|
| 54: Tatsächliche und gemessene Medianwerte (links) und mittlere Teilchengrößen (rechts) der Standardprobe bei Verwendung für unterschiedlicher Bestimmungsverfahren (die tatsächlichen Werte wurden durch Längenmessung der Einzelteilchen ermittelt)..... | 96 |
| 55: Probenteilung nach dem Kegelfverfahren gemäß DIN 51701-3 [24]..... | 105 |
| 56: Relative Abweichungen der Schüttdichte wasserfrei $d_{(i, wf)}$, gemessen in den drei kleineren Messbehältern im Verhältnis zu den Ergebnissen des größten Behälters mit 200 l (alle Messungen mit Erschütterungen durch Aufstoßen; nur Proben bis 20 % Wassergehalt)..... | 112 |
| 57: Relative Abweichungen der Schüttdichte wasserfrei $d_{(i, wf)}$, gemessen "ohne Erschütterungen" im Vergleich zu Bestimmungen "mit Erschütterungen" (Referenzverfahren) für verschiedene Brennstoffklassen. (Wassergehalt der Proben < 20 %). Alle Messungen im 200-l-Würfel. Feinhackgut: alle Brennstoffe aus Herstellung mit Trommelhacker. Grobhackgut: Herstellung mit Schneckenhacker..... | 114 |
| 58: Relative Abweichungen der Schüttdichte wasserfrei $d_{(i, wf)}$, gemessen "ohne Erschütterungen" im Vergleich zu Bestimmungen "mit Erschütterungen" (Referenzverfahren) vom absoluten Wert der Schüttdichte wasserfrei $d_{(i, wf)}$ für Holzhackgüter (Fein- und Grobhackgut). Messungen im 200-l-Würfel. | 115 |
| 59: Auf wasserfreie Masse berechnete Schüttdichte $d_{(i, wf)}$ als Funktion des Wassergehaltes zum Messzeitpunkt sowie Schüttdichte roh $d_{(i, roh)}$ gemessen im 200-l-Würfel. Beispiel hier: Ergebnisse für Feinhackgut (Buche) mit unterschiedlichen Messbehältern bei Anwendung von Erschütterungen (3 Wiederholungen je Wertepaar)..... | 116 |
| 60: Korrekturfunktion für Schüttdichtebestimmungen (wasserfrei) von Holzhackschnitzeln in Abhängigkeit vom Wassergehalt während der Messung. Die Funktion beinhaltet alle Daten "mit Erschütterungen" mit Ausnahme der Messungen im 15-l-Behälter. Berücksichtigte Brennstoffe: Fichte und Buche, jeweils als Fein- und Grobhackgut. y Korrektur des auf wasserfreie Masse bezogenen Schüttdichte-Messwertes (in %), w Wassergehalt in %, r^2 Bestimmtheitsmaß, n Anzahl der Messungen, s Standardfehler | 118 |
| 61: Zusammenhang zwischen Medianwert (Trommelsiebung) und Schüttdichte wasserfrei $d_{(i, wf)}$, Werte mit Erschütterungen im 200-l-Würfel und Korrekturfaktor nach Gleichung (10), für zwei Brennstoffe (zum Messzeitpunkt lufttrocken, $w < 20$ %). Annahme: Teilchendichten sind aufgrund der gleichen Herkunft innerhalb des Rohstoffs identisch..... | 119 |
| 62: Methoden der Dichtebestimmung bei Feststoffen | 121 |
| 63: Verfahren zur Volumenbestimmung bei biogenen Festbrennstoffen..... | 122 |
| 64: Extrapolation der Waagenanzeige nach Eintauchen des Prüflings zum Eintauch-Zeitpunkt t_0 [46] | 124 |
| 65: Stereometrische Volumenbestimmung von Pellets; links: Bügelmess-Schraube nach DIN 863 [36]; rechts: Messaufbau zur Längenmessung von Pellets | 127 |

| | | |
|-----|--|-----|
| 66: | Volumenbestimmung von Presslingen im Wasserbad; links: Dichtebestimmungsset (Fa. Sartorius); Mitte: Messaufbau zur Volumenbestimmung von Pellets nach dem Wasserverdrängungsverfahren [7]; rechts: Messaufbau zur Volumenbestimmung von Briketts nach dem Auftriebsverfahren..... | 129 |
| 67: | Messaufbau zur Volumenbestimmung von Pellets im Ultraschallbad | 129 |
| 68: | Bestimmung der Rohdichte von Presslingen nach dem Feststoff-Verdrängungsverfahren (nach Micromeritics) [7]..... | 132 |
| 69: | Häufigkeitsverteilung der standardisierten Residuen $\hat{\epsilon}_i/s_i$ für die durchgeführten Rohdichtebestimmungen (Histogramm), $n = 2.100$, Mittelwert ist 0..... | 135 |
| 70: | Wasseraufnahme unversiegelter und mit verschiedenen Imprägnierungsmitteln versiegelter Pellets (oben) und Briketts (unten). Zum Vergleich unversiegelte Holzhackschnitzel..... | 137 |
| 71: | Relative Abweichungen der Messwerte von ihrem jeweiligen theoretischem Gesamtmittelwert für drei Pelletarten. Alle Messungen nach dem Auftriebsverfahren, außer "GeoPyc" (Feststoffverdrängung), "ohne alles (V)" (Flüssigkeitsverdrängung) und "Stereometrie". Anzahl der Messwerte je Verfahren: 150; bei den dargestellten Extremwerten (Spannweiten) handelt es sich ebenfalls um Mittelwerte aus drei Versuchsreihen [7]..... | 138 |
| 72: | Spannweiten und Mittelwerte der geprüften Messverfahren zur Rohdichtebestimmung bei Pellet 3 (lang). Anzahl der Messwerte je Verfahren: 50..... | 141 |
| 73: | Abhängigkeit der Schätzgenauigkeit bzw. des maximalen relativen Fehlers vom Stichprobenumfang bei verschiedenen Verfahren der Rohdichtebestimmung für zwei ausgewählte Pelletarten | 146 |
| 74: | Spannweiten und Mittelwerte der geprüften Messverfahren zur Rohdichtebestimmung (hier: Beispiel für Brikett 3, Vollzylinder)..... | 148 |

Tabellenverzeichnis

Nr.

| | |
|--|----|
| 1: Physikalisch-mechanische Qualitätsmerkmale von Biomassebrennstoffen und ihre Bedeutung [49] | 4 |
| 2: Anforderungen an die Größenverteilung von Holzhackgut nach ÖNORM M7133 [93]..... | 6 |
| 3: Typische Schüttdichten biogener Festbrennstoffe mit einem Wassergehalt von 15 % (nach [68], ergänzt)..... | 7 |
| 4: Kenndaten der im Versuch verwendeten Hackgut-Proben..... | 27 |
| 5: Wassergehalte und Stückzahlen der im Versuch verwendeten Scheitholz-Proben | 28 |
| 6: Übersicht über die geprüften Messgeräte bei Scheithölzern | 42 |
| 7: Versuchsplan zur (Schnell-)Bestimmung der Wassergehaltes von Holzhackgut | 48 |
| 8: Versuchsplan zur Schnellbestimmung der Wassergehaltes von Scheitholz..... | 49 |
| 9: Statistische Kennzahlen aus der Regressionsanalyse für Holzhackgut | 60 |
| 10: Statistische Kennzahlen aus praxisnahen Simulationen einer datenreduzierten Kalibrierung | 64 |
| 11: Statistische Kennzahlen aus der Regressionsanalyse für Scheitholz | 65 |
| 12: Merkmale und Herkunft der geprüften Holzhackschnitzel | 74 |
| 13: Spezifische Materialeigenschaften der Standardprobe, welche die Bestimmung der Größenverteilung beeinflussen [52] | 76 |
| 14: Kenndaten und Einstellungsparameter der Plansiebmaschine, Fa. Retsch, Typ KS1 | 78 |
| 15: Kenndaten und Einstellungsparameter der Trommelsiebmaschine | 80 |
| 16: Kenndaten des bildanalytischen Korngrößenanalysesystems Haver-CPA4, Fa. Haver & Boecker (nach [59])..... | 82 |
| 17: Vergleich der drei an der Untersuchung beteiligten Verfahren zur Bestimmung der Teilchengrößenverteilung | 83 |
| 18: Ergebnisse zum Einfluss des Neigungswinkels der Siebtrommel und der Aufgabezeit der Probe auf die Wiederholbarkeit bei der Trommelsiebung..... | 84 |
| 19: Versuchsplan zum Einfluss der Siebdauer bei der Plansiebung | 84 |
| 20: Versuchsplan zur Bestimmung der Größenverteilung von Holzhackgut (Wassergehalt der Proben < 20 %) | 85 |
| 21: Trenngrenzen und Fehlgutzuordnungen bei der verwendeten Standardprobe..... | 89 |

| | |
|---|-----|
| 22: Medianwerte aller geprüften Brennstoffe und deren relative Abweichungen zu Messungen in einem Rotationssieb | 94 |
| 23: Mittlere Variationskoeffizienten der Medianwerte in den unterschiedlichen Hackgutklassen (Fein-, Mittel-, Grobhackgut) bei der Bestimmung mit verschiedenen Verfahren | 97 |
| 24: Fehlgutanteile der Standardprobe bei Anwendung der geprüften Messverfahren (Werte gerundet) | 98 |
| 25: Prüfvorschriften verschiedener nationaler Normen und Standards zur Schüttdichtebestimmung von Festbrennstoffen [1, 25, 112] | 102 |
| 26: Kenndaten der für Schüttdichtebestimmungen verwendeten Messbehälter..... | 104 |
| 27: Versuchsplan zur Untersuchung des Einflusses von Behältergröße bzw. -form und Erschütterungen auf das Ergebnis der Schüttdichtebestimmung (Wassergehalt der Proben < 20 %) | 107 |
| 28: Versuchsplan zur Untersuchung des Wassergehaltseinflusses (w) auf das Ergebnis der wasserfreien Schüttdichte $d_{(i, wf)}$ [53]..... | 108 |
| 29: Signifikante Unterschiede (Signifikanzniveau $\alpha = 0,05$) nach Wilcoxon-Rangsummentest (U-Test, hier Mann-Whitney-Teststatistik) von Behälterform und Behältergröße auf das Messergebnis für unterschiedliche Brennstoffarten (alle Messungen mit Erschütterungen durch Aufstoßen; nur Proben bis 20 % Wassergehalt; Anzahl der Werte siehe Abbildung 56)..... | 113 |
| 30: Kennzahlen aus Regressionsanalysen. Geprüft wurden Zusammenhänge von Wassergehalt w und Schüttdichte wasserfrei $d_{(i, wf)}$ bei unterschiedlichen Bestimmungsmethoden mit sechs Hackschnitzelproben..... | 117 |
| 31: Übersicht über die geprüften Brennstoffarten | 126 |
| 32: Versuchsplan zum Verfahrensvergleich Rohdichtebestimmung | 134 |
| 33: Mittelwerte und "homogene Untergruppen" aus einer zweifaktoriellen Varianzanalyse für drei Pelletarten (nach Tamhane-Tests, Signifikanzniveau: 5 %, $n = 2.100$) | 139 |
| 34: Ergebnisse der Rohdichtebestimmungen für Pellets | 140 |
| 35: Mindest-Stichprobenumfang bei ausgewählten Messverfahren am Beispiel dreier unterschiedlicher Pelletarten. Berechnung nach Gleichung (16); Signifikanzniveau $\alpha = 5$ %; Annahme der Normalverteilung nach Kolmogorov-Smirnov-Test in 14 von 15 Fällen gerechtfertigt; Korrekturfaktor für n nach SHIFFLER und ADAMS [104] berücksichtigt..... | 145 |
| 36: Vergleich der Rohdichtebestimmungsverfahren für Briketts | 147 |
| 37: Mindest-Stichprobenumfang bei ausgewählten Messverfahren am Beispiel dreier unterschiedlicher Brikettarten. Berechnung nach Gleichung (16); Signifikanzniveau $\alpha = 5$ %; Annahme der Normalverteilung nach Kolmogorov-Smirnov-Test in 6 von 9 Fällen gerechtfertigt; Korrekturfaktor für n nach SHIFFLER und ADAMS [104] berücksichtigt | 150 |

Abkürzungs- und Symbolverzeichnis

| | |
|------------------|--|
| \emptyset | Durchschnitt |
| \times | multipliziert mit |
| α | Signifikanzniveau |
| β_v | Volumenschwindmaß |
| ϵ_r | Dielektrizitätskonstante |
| ρ_o | Darr(-Roh)dichte bezogen auf die Trockenmasse |
| ρ_u | Rohdichte bezogen auf die Frischmasse |
| ρ_w | Dichte des Tauchmediums |
| A | Auftrieb im Wasser |
| ASAE | American Society of Agricultural Engineers |
| BA | Bildanalyse |
| BSI | British Standards Institution |
| CCD | Charge Coupled Device (ladungsgekoppeltes Bauelement) |
| CEN | Europäisches Komitee für Normung |
| CO ₂ | Kohlendioxid |
| $d_{(i; wf)}$ | Schüttdichte wasserfrei, bezogen auf die Trockenmasse |
| DFLRI | Danish Centre for Forest Landscape and Planning |
| DIN | Deutsches Institut für Normung |
| EEG | Erneuerbare-Energien-Gesetz |
| EPROM | Erasable and Programmable Read Only Memory |
| EU | Europäische Union |
| FNR | Bundesfachagentur für Nachwachsende Rohstoffe |
| FSP | Fasersättigungspunkt |
| H ₀ | Nullhypothese |
| H ₁ | Alternativhypothese |
| HCN | Blausäure |
| HP | Holzpressling (Größengruppe) |
| $H_u (wf)$ | Heizwert bezogen auf die Trockenmasse |
| H_u | Heizwert |
| IR | Infrarot |
| ISO | International Organization for Standardization |
| LCD | Liquid Crystal Display (Flüssigkristallanzeige) |
| LED | Light Emitting Diodes |
| LWF | Bayerische Landesanstalt für Wald- und Forstwirtschaft |
| mbar | Millibar |
| n | Anzahl |
| N ₂ O | Distickstoffmonoxid |
| NEN | Netherlands Standardization Institute |
| NO _x | Stickstoffoxide |
| p | P-Wert |
| PCDD/F | polychlorierte Dibenzofurane |
| PE | Polyethylen |
| PVA | Pelletverband Austria |
| PVC | Polyvinylchlorid |
| PVD | Pelletverband Deutschland |
| $Q_r(x)$ | Verteilungssummenkurve |
| r ² | Bestimmtheitsmaß |
| RRSB | Rosin, Rammler, Sperling, Bennett (Autoren) |

| | |
|-------------|--|
| s | Standardfehler |
| SFS | Finnish Standards Association |
| SIS | Swedish Standards Institute |
| SPSS | Statistical Package for the Social Sciences |
| S_v | Spezifische Oberfläche |
| TC | Technical Committee |
| TDR | Time Domain Reflectometry |
| TFZ | Technologie- und Förderzentrum im Kompetenzzentrum für Nachwachsende Rohstoffe |
| TG | Trenngrenze |
| TLL | Thüringer Landesanstalt für Landwirtschaft |
| u | Feuchtegehalt bezogen auf die Trockenmasse |
| V | Flüssigkeitsverdrängung |
| w | Wassergehalt bezogen auf die Frischmasse |
| WG | Working group |
| x_{50} | Medianwert einer Summenhäufigkeitsfunktion |
| \bar{x}_r | Mittlere Teilchengröße |

Verzeichnis der verwendeten Einheiten

| | |
|-------------------|------------------------|
| % | Prozent |
| ‰ | Promille |
| ° | Grad |
| °C | Grad Celsius |
| µm | Mikrometer |
| bar | Bar |
| cm | Zentimeter |
| cm ² | Quadratcentimeter |
| cm ³ | Kubikcentimeter |
| g | Gramm |
| GHz | Gigahertz |
| h | Stunde |
| Hz | Hertz |
| K | Kelvin |
| kg | Kilogramm |
| kHz | Kilohertz |
| kW | Kilowatt |
| l | Liter |
| m | Meter |
| m ³ | Kubikmeter |
| mbar | Millibar |
| mg | Milligramm |
| Min. | Minute |
| min ⁻¹ | Umdrehungen pro Minute |
| MJ | Megajoule |
| ml | Milliliter |
| mm | Millimeter |
| MW | Megawatt |
| nm | Nanometer |
| Sek. | Sekunde |
| V | Volt |
| VAC | Volt Wechselstrom |
| VDC | Volt Gleichstrom |
| W | Watt |

1 Einleitung und Problemstellung

1.1 Allgemein

Zunehmende Emissionen von Treibhausgasen, Verknappung fossiler Energieressourcen bei weltweit wachsendem Verbrauch und steigende Energiepreise haben viele Industriestaaten veranlasst, eine Steigerung des Anteils erneuerbarer und insbesondere biogener Energieträger an der Energieproduktion anzustreben. Nach der Selbstverpflichtung mehrerer europäischer Länder, die Klimaschutzziele der Konferenzen von Kyoto und Berlin zu erreichen, strebt die Europäische Kommission bis zum Jahr 2010 eine Verdopplung der regenerativen Energienutzung verglichen mit dem Stand im Jahr 1995 an [42]. Die Gewinnung von Energie aus Biomasse (Stoffe aus organischer Herkunft) soll sich verdreifachen und somit zum Gesamtanteil der Nutzung von regenerativen Energien mindestens zwei Drittel beitragen. Auch die Bundesregierung verabschiedete im Jahr 2000 ein Nationales Klimaschutzprogramm [10], wonach der Anteil der Erneuerbaren Energien bei der Stromerzeugung bis zum Jahr 2010 auf 10 % und bei der gesamten Primärenergiebilanz auf 4 % steigen soll.

Einer der Wege zum Erreichen dieser Ziele ist die Erleichterung und Ausweitung des Handels, der Verbreitung, des Verkaufs sowie der Akzeptanz biogener Energieträger. Dabei ist allerdings zu beachten, dass die energetische Nutzung von biogenen Brennstoffen auch Schwierigkeiten und Nachteile mit sich bringt. Beispielsweise existiert eine große Variabilität an Brennstoffarten, Herkunft und Qualitäten mit vielfältigen Aufbereitungsformen, was zu großen Unsicherheiten bei der Spezifikation und Kennzeichnung der Brennstoffe führt. Zudem sind energetische Umwandlungsprozesse immer mit der Bildung von Schadstoffen im Abgas oder in den Verbrennungsrückständen verbunden, welche in erster Linie von den chemisch-stofflichen Eigenschaften der Brennstoffe abhängig sind. Inhaltsstoffe wie Chlor beeinflussen Emissionen von Organochlorverbindungen (z. B. PCDD/F), Stickstoffgehalte im Brennstoff beeinträchtigen in entscheidendem Maße den Ausstoß von NO_x , HCN und N_2O . Kalium, Magnesium, Calcium und Phosphor wirken sich auf das Ascheerweichungsverhalten, die Ascheeinbindung von Schadstoffen und letztlich auf die Ascheverwertung aus. Brenntechnische Kenngrößen wie der Aschegehalt bestimmen maßgeblich Partikel- und vor allem Staubemissionen [51].

Folglich ist das Wissen über die chemisch-stoffliche Qualität des Brennstoffs von großer Bedeutung. Allerdings lässt sich diese nur schwer gezielt beeinflussen (z. B. durch die Wahl der Kulturart, des Erntetermins, der Feldverweilzeit oder durch Düngemaßnahmen), da sie aufgrund von komplexen Wechselwirkungen hauptsächlich während der Wachstumsphase ausgeprägt wird [4, 48]. Dagegen kennzeichnet die physikalisch-mechanische Qualität die augenblickliche Zustandsform des Brennstoffs und ist während der Bereitstellungsphase relativ leicht veränderbar, denn durch Ernteverfahren, Aufbereitung bzw. Trocknung lassen sich diese Qualitätsmerkmale an die jeweiligen Bedürfnisse von Lagerung, Transport und Konversionsverfahren anpassen. Somit existiert für physikalisch-mechanische Brennstoffeigenschaften eine große Qualitätsvielfalt mit unterschiedlichen Größenordnungen.

Aufgrund der Bedeutsamkeit und Variabilität der Brennstoffqualität kann deren genaue Kenntnis, wie bei vielen anderen – z. B. fossilen – Brennstoffen, dem Handel wesentlich mehr Sicherheit geben. Normierte Energieträger mit genau definierten Eigenschaften und Klassifizierungssysteme mit Prüfungen einzelner Qualitätsmerkmale und anschließender Zertifizierung der Brennstoffe sollen deren Verbreitung vereinfachen und den Handel durchschaubar machen. Einheitliche standardisierte Prüfverfahren zur Bestimmung der Qualitätsparameter ermöglichen in der Praxis eine internationale Vergleichbarkeit biogener Brennstoffe. Auch für Forschungszwecke wird die Gegenüberstellung wissenschaftlicher Ergebnisse erleichtert. Zudem vereinheitlichen und rechtfertigen zielsichere Brennstoffbewertungssysteme mit genau definierten Prüfmethode die Preisfindung im (internationalen) Handel, denkbar auch in bilateralen Qualitätssicherungssystemen. So z. B. ist die Schüttdichte die Schlüsselgröße für volumenabhängige Lieferpreise, während bei Entlohnungssystemen nach der Trockenmasse die Schnellbestimmung des Wassergehaltes die Wertfeststellung beschleunigt. Die Kenntnis von vergleichbaren Qualitätsmerkmalen ist außerdem die Basis für Vertragsgestaltungen zwischen Handelspartnern. Schließlich kann die Implementierung normierter und somit auch rechtlich belastbarer Prüfmethode bei juristischen Auseinandersetzungen hilfreich sein.

Bislang liegen lediglich für Holzhackgut und Presslinge aus naturbelassenem Holz nationale Definitionen von Anforderungen und Klasseneinteilungen vor [27, 92, 93, 94]. Zunehmende qualitative Ansprüche an den Brennstoff mit stärkeren Differenzierungen und strengeren Grenzwerten bei der energetischen Umwandlung kennzeichnen die Entwicklung der Normung in den letzten Jahren. So wurde vor 1998 Holzhackgut gemäß ÖNORM M7133 [93] nach Aschegehalten $< 5\%$ und $< 1\%$ eingestuft, während mittlerweile die Klassen mit $< 2\%$ und

< 0,5 % definiert sind. Auch Presslinge unterliegen seit einer Neuauflage der ÖNORM M7135 [94] im Jahr 2000 strengeren Anforderungen. Demnach dürfen normgerechte Pellets maximal einen Wassergehalt von 10 % (früher 12 %) aufweisen und die Rohdichte muss bei mindestens 1,12 g/cm³ (früher 1,0 g/cm³) liegen. In Deutschland gilt seit 1996 eine Neuauflage der DIN 51 731 [27], nach der Anwendungsbereiche erweitert und Gruppeneinteilungen für die Maße von Holzbriketts und –pellets eingeführt worden sind. Seit 2002 kombiniert das Zertifizierungsprogramm DINplus die Anforderungen der DIN 51 731 [27] und der ÖNORM M7135 [94], wonach für die einzelne Kenngröße immer die jeweils strengere Anforderung Anwendung findet. Beim Vergleich der in österreichischer und deutscher Norm geforderten Prüfverfahren stellt sich allerdings heraus, dass diese für einzelne Qualitätsparameter nicht immer einheitlich sind. So soll z. B. nach DIN 51 731 [27] der Wassergehalt durch das XyloI-Verfahren ermittelt werden, während ÖNORM M7135 [94] die Anwendung der Trockenschrankmethode fordert. Auch die Veraschungstemperatur bei der Bestimmung des Aschegehaltes ist in beiden Normen unterschiedlich (550 bzw. 815 °C). Zur Bestimmung der Rohdichte wird zwar in beiden Normen auf DIN 52 182 [29] verwiesen, allerdings ist dort das geforderte Verdrängungsverfahren nur sehr ungenau beschrieben.

Um diese Diskrepanzen in Zukunft zu vermeiden, werden international standardisierte Brennstoffe und einheitliche Prüfmethoden für Qualitätsparameter angestrebt. Die Europäische Kommission hat daher die Einrichtung eines internationalen Normungsgremiums für Biomassebrennstoffe (CEN TC 335, "Standardisation of Solid Biofuels") veranlasst, dessen Aufgabenbereich in fünf Working Groups aufgeteilt worden ist. Die Working Group 4 ("Physical / mechanical tests") beschäftigt sich dabei mit der Ausarbeitung Technischer Standards für Verfahren zur Bestimmung physikalisch-mechanischer Brennstoffeigenschaften. Wissenschaftlich belastbare Messerfahrungen mit biogenen Festbrennstoffen, welche die Auswahl von bestimmten Messprinzipien oder –verfahren rechtfertigen, liegen allerdings bislang noch nicht ausreichend vor.

1.2 Physikalisch-mechanische Qualitätsmerkmale

Im Unterschied zu chemisch-stofflichen Merkmalen (z. B. Elementgehalte, Heizwert, Aschegehalt oder Ascheerweichungsverhalten) sind physikalisch-mechanische Qualitätsparameter häufig schon äußerlich abschätzbar. Sie werden durch die Kenngrößen Wassergehalt, Größenverteilung der Brennstoffteilchen, Feinanteil, Schütt- bzw. Lagerdichte, Roh- bzw. Teilchendichte, Abriebfe-

stigkeit und Brückenbildungsneigung beschrieben (Tabelle 1). Die meisten dieser Merkmale stehen in hohem Maße in Wechselwirkung zueinander. So hat die Größenverteilung von Hackgut Auswirkungen auf die Brückenbildungsneigung und aus einer hohen Rohdichte ergibt sich meist ein großer Schüttdichtewert.

Tabelle 1: Physikalisch-mechanische Qualitätsmerkmale von Biomassebrennstoffen und ihre Bedeutung [49]

| Qualitätsmerkmal | Wichtigste Auswirkung |
|------------------------------|---|
| Wassergehalt | Heizwert (im Rohzustand), Lagerfähigkeit (Pilzwachstum bzw. Lagerverluste), Selbstentzündung, Brennstoffmasse, Verbrennungstemperatur |
| Größenverteilung/-Feinanteil | Störungen in Förderelementen, Rieselfähigkeit, Brückenbildungsneigung, Belüftungs- u. Trocknungseigenschaften, Staubentwicklung |
| Schütt- bzw. Lagerdichte | Lager- und Transportaufwendungen, Leistung der Förder-elemente, Vorratsbehältergröße usw. |
| Rohdichte (Teilchendichte) | Schütt- und Lagerdichte, pneumatische Fördereigenschaften, Brenneigenschaften (spezifische Wärmeleitfähigkeit, Entgasungsrate usw.) |
| Abriebfestigkeit | Feinanteil (Staubentwicklung, Entmischung) |
| Brückenbildungsneigung | Rieselfähigkeit, Störungen bei Umschlagprozessen |

Im Rahmen des vorliegenden Arbeitsschwerpunktes wurden Bestimmungsmethoden für die Parameter Wassergehalt, Größenverteilung, Schütt- und Rohdichte untersucht. Dagegen wurden Methodenerprobungen für die Messung der Abriebfestigkeit von Presslingen nicht durchgeführt, da dieser Parameter als Qualitätsmerkmal erst in jüngster Vergangenheit durch den rasch wachsenden Holzpelletmarkt diskutiert wird. Auch auf die Prüfung von Methoden zur Bestimmung der Brückenbildungsneigung wurde verzichtet. Zwar ist dieser Parameter in der betrieblichen Praxis bei Umschlags- und automatischen Beschickungsprozessen eine wichtige physikalische Eigenschaft, aufgrund des hohen messtechnischen Aufwandes ([90]) wird allerdings eine Abschätzung der Brückenbildungsneigung mit Hilfe anderer, zum Teil ohnehin gemessener Brennstoffparameter wie Wassergehalt, Größenverteilung und Schüttdichte angestrebt. Die Bestimmung von chemisch-stofflichen Eigenschaften erfolgt in den meisten Fällen relativ zuverlässig anhand von Analysemethoden aus verwandten Bereichen und wird daher ebenfalls nicht behandelt.

Die Bedeutung der in dieser Arbeit untersuchten Bestimmungsgrößen werden im Folgenden separat beschrieben. Eine Zusammenfassung über die wichtigsten Auswirkungen physikalisch-mechanischer Qualitätsmerkmale gibt Tabelle 1.

Wassergehalt. Der Wassergehalt ist eine wesentliche Einflussgröße und bestimmt den Heizwert biogener Festbrennstoffe (im Rohzustand). Er ist somit die maßgebliche Größe für die Wertfeststellung der Biomasse (z. B. der Lieferpreise). Da wasserfreie Biomasse in der Natur nicht vorkommt, müssen stets mehr oder weniger große Mengen Feuchte während der thermochemischen Umwandlung verdunsten. Die hierfür verwendete Wärme wird dem energetischen Prozess entnommen und mindert die Nettoenergieausbeute (falls keine Nutzung der Kondensationswärme im Abgas erfolgt). Aus diesem Grund besteht eine klare Abhängigkeit zwischen Heizwert H_u und Wassergehalt W , die sich durch die Gerade in Abbildung 1 [51] beschreiben lässt. Im Falle einer Rückkondensation des Wasserdampfes im Abgas kann die Energieausbeute auch höher sein als hier dargestellt.

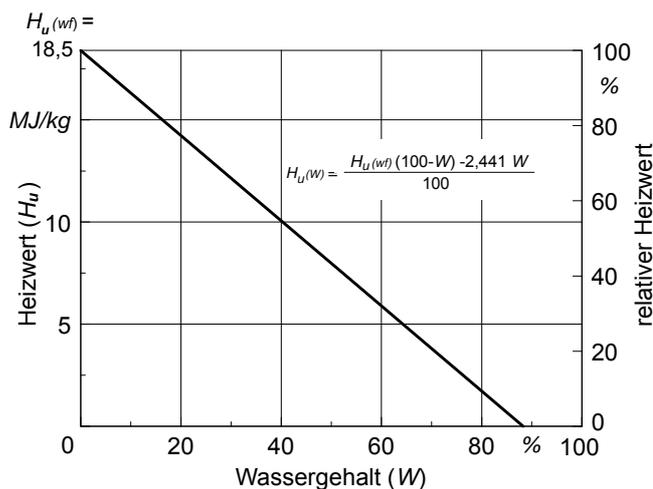


Abb. 1: Abhängigkeit zwischen Wassergehalt und Heizwert am Beispiel eines Holzbrennstoffs [51]

Neben dem Heizwert beeinflusst der Wassergehalt auch die Lagerfähigkeit. Wassergehalte über 16 % können zu biologischen Ab- oder Umbauprozessen führen, die mit Masseverlusten verbunden sind. Durch mykologische und bakterielle Aktivitäten treten außerdem Veränderungen in der Zusammensetzung des Brennstoffs auf. So kommt es infolge von Pilzwachstum gelegentlich zu einem Anstieg des Ligningehalts.

Auch der Aschegehalt erhöht sich tendenziell, da die anorganische Masse gleichbleibend ist.

Hinzu kommt die Brandgefahr, die bei feuchten Brennstoffen vor allem auf Selbsterwärmung zurückzuführen ist. Infolge von Respirations-, Pyrolyse- und Hydrolysevorgängen können im Brennstofflager Temperaturen bis über 100 °C und sogar Selbstentzündungen auftreten. Zu solchen Risiken kommt es vor allem bei der Einlagerung von feuchten Heuballen oder fein zerkleinertem Holz sowie Sägemehl oder Rinde, da die entstehende Wärme aufgrund der einge-

schränkten natürlichen Konvektion und der geringen Wärmeleitung nicht ausreichend abgeführt werden kann.

Je nach Art der Biomasse, dem Erntezeitpunkt und der Aufbereitung schwanken die Wassergehalte der Brennstoffe erheblich (ca. zwischen 10 und 65 %, bezogen auf die Frischmasse). Abhängig von der Baumart, dem Alter sowie dem Erntezeitpunkt beträgt der Wassergehalt bei waldfrischem Holz zwischen 40 und 60 %. Wird das Holz getrocknet oder gelagert, stellen sich – je nach Jahreszeit – im Gleichgewichtszustand Wassergehalte zwischen 12 und 18 % ein ("lufttrockenes" Holz). Halmgutartige Brennstoffe und Körner werden in der Regel bei maximal 16 % Wassergehalt eingelagert. Normierte Holzpresslinge dürfen nach DIN 51 731 [27] einen Wassergehalt von höchstens 12 % aufweisen [51, 68].

Größenverteilung. Vor allem bei der Brennstoffbereitstellung hat die Verteilung der Teilchengrößen von Schüttgütern vielfältige technische Auswirkungen. Die Auslegung und Betriebssicherheit mechanischer Entnahme-, Förder- und Beschickungsanlagen hängt im Wesentlichen von den Abmessungen der zu transportierenden Teilchen ab. Insbesondere große, lange und dünne Teilchen können Förderaggregate blockieren, schädigen oder die Durchsatzleistung vermindern. Nach ÖNORM M7133 [93] werden deshalb sowohl die Einhaltung maximaler Anteile einzelner Größenklassen als auch zulässige Maximalgrößen für einzelne Teilchen gefordert (Tabelle 2). Eine Klassifizierung nur nach Nennlängen (z. B. 30, 50 bzw. 100 mm) oder mittleren Teilchendurchmessern wäre nicht ausreichend.

Auch bei der Belüftung und Trocknung beeinflusst die Größenverteilung maßgeblich den Luftdurchtrittswiderstand und somit die Trocknungsgeschwindigkeit. Liegen hohe Anteile kleiner Teilchen im Brennstoff vor, können – z. B. während des Transports – Vibrationen und Erschütterungen Entmischungen hervorrufen, wodurch die Homogenität des Brennstoffs sinkt [68].

Tabelle 2: Anforderungen an die Größenverteilung von Holzhackgut nach ÖNORM M7133 [93]

| Hackgut- klasse | Zulässige Massenanteile und jeweilige Bandbreite für Teilchengröße (nach Siebanalyse) | | | | Zulässige Extremwerte für Teilchen | |
|--------------------|---|---------------|-----------|----------|------------------------------------|----------------|
| | max. 20 % | 60-100 % | max. 20 % | max. 4 % | maximaler Querschnitt | maximale Länge |
| G 30 | > 16 mm | 16 - 2,8 mm | < 2,8 mm | < 1 mm | 3 cm ² | 8,5 cm |
| G 50 | > 31,5 mm | 31,5 - 5,6 mm | < 5,6 mm | < 1 mm | 5 cm ² | 12 cm |
| G 100 | > 63 mm | 63 - 11,2 mm | < 11,2 mm | < 1 mm | 10 cm ² | 25 cm |

Schüttdichte (Lagerdichte). Die Schüttdichte ist eine wichtige Kenngröße des Brennstoffs, sowohl für die Berechnung von Lager- und Transportkapazitäten als auch für die Konstruktion von Förder-, Dosiereinrichtungen und Brennräumen. Zudem ist die Schüttdichte die Schlüsselgröße für volumenabhängige Lieferpreise und außerdem kann anhand der Schüttdichte der Energieinhalt eines gegebenen Brennstoffvolumens abgeleitet werden.

Gemäß DIN 51 705 [25] ist die Schüttdichte definiert als der Quotient aus der Masse des in einen Behälter gefüllten Brennstoffs und dem Volumen des Behälters. Hohlräume zwischen den Teilchen werden bei der Berechnung nicht vom Füllvolumen des Behälters abgezogen. Für einen Vergleich unterschiedlicher Brennstoffarten sind Schüttdichteangaben auf einen einheitlichen Wassergehalt zu beziehen. Dazu wird häufig die Schüttdichte wasserfrei (bezogen auf die Trockenmasse) angegeben, oder die Werte werden auf einen praxisnahen Bezugswassergehalt (für holzartige Brennstoffe z. B. 15 %) umgerechnet. Quellung und Schwindung, welche unterhalb des Fasersättigungsbereiches (je nach Holzart zwischen 18 und 26 % Wassergehalt [115]) auftreten, werden dabei aus praktischen Gründen nicht berücksichtigt. Aufgrund von stark unterschiedlichen Materialeigenschaften streuen die Schüttdichten von Biobrennstoffen in einem weiten Bereich. Übliche Werte gibt Tabelle 3.

Tabelle 3: Typische Schüttdichten biogener Festbrennstoffe mit einem Wassergehalt von 15 % (nach [68], ergänzt)

| Holzbrennstoffe | | Schüttdichte (kg/m ³) | Halmgutbrennstoffe | | Schüttdichte (kg/m ³) |
|-----------------|-----------|--------------------------------------|--------------------|------------------|--------------------------------------|
| Hackgut | Weichholz | 195 | Häckselgut | Stroh | 65 |
| | Hartholz | 260 | | Miscanthus | 70 |
| Rinde | Nadelholz | 205 | | Getreideganz- | 150 |
| | Laubholz | 320 | | pflanzen | |
| Sägemehl | | 170 | Getreidekörner | 760 | |
| Hobelspane | | 90 | Pellets | 590 ^a | |
| Pellets | | 650 ^a | | | |

^a eigene Messungen bei einem Wassergehalt von 8 %

Rohdichte (Teilchendichte). Die Roh- oder Teilchendichte eines Brennstoffs ist vor allem ein Qualitätsmerkmal für Presslinge (Pellets und Briketts) [27]. Sie beschreibt die eigentliche Materialdichte (d. h. ohne Berücksichtigung der Hohlräume zwischen den Teilchen) und beeinflusst die Schüttdichte, Festigkeitseigenschaften sowie Ernte- und Transportkosten (je Energieeinheit). Auch einige feuerungstechnisch relevante Parameter wie z. B. spezifische Wärmeleitfähig-

keit und Entgasungsrate sowie Eigenschaften bei der pneumatischen Förderung und Beschickung werden durch die Rohdichte bestimmt.

Nach DIN 1306 [21] und DIN 52 182 [29] errechnet sich die Rohdichte aus dem Quotienten von Masse und Volumen (einschließlich Porenvolumen). Als zentraler Begriff der Holzkunde ist die Rohdichte das am häufigsten untersuchte Qualitätsmerkmal und für die meisten Holzarten bekannt [43, 47, 77, 92, 115]. Nur bei hochverdichteten Presslingen können die Rohdichten im Herstellungsprozess beeinflusst werden. Daher wird bei Pellets und Briketts der Dichtewert als Bewertungskriterium für die Güte des Herstellungsverfahrens herangezogen. So soll anhand der Rohdichte sowohl auf die Härte der Presslinge, als auch auf die Abriebfestigkeit und den Feinanteil geschlossen werden. Normgerechte Holzpresslinge müssen nach DIN 51 731 [27] eine Rohdichte von 1,0 bis 1,4 g/cm³ aufweisen, wobei der Wassergehalt von maximal 12 % zur Brennstoffmasse zählt.

1.3 Problemstellung

Für die Bestimmung der einzelnen Kenngrößen sind in der Praxis zuverlässige, vergleichbare, zeit- und kostensparende Methoden erforderlich. Zwar werden in Standards und Normen teilweise Methoden zur Prüfung festgelegt, allerdings sind diese häufig nicht an die große Variabilität von Biomasse angepasst. Viele der beschriebenen Bestimmungs- und Prüfmethoden sind nicht ausdrücklich für biogene Festbrennstoffe vorgesehen, sondern stellen Adaptionen aus verwandten Bereichen dar (z. B. aus der Kohlewirtschaft oder Futtermittelindustrie). Ihre Übertragung auf Biomasse ist aufgrund besonderer Brennstoffmerkmale nicht immer unproblematisch. Daher ergeben sich bei der Bewertung der Brennstoffe und schließlich bei der Vergabe von Zertifizierungen große Unsicherheiten. Da sich für jeden untersuchten Qualitätsparameter individuelle Problemstellungen ergeben, werden diese im Folgenden blockweise erläutert.

Bestimmung des Wassergehaltes. Der Wassergehalt ist eines der wichtigsten Qualitätsmerkmale biogener Festbrennstoffe. Energieausbeute, Lagerfähigkeit und Lieferpreise hängen davon ab, sodass in der Praxis eine möglichst genaue Bestimmung dieses Parameters wünschenswert ist. Die Bestimmung nach der Trockenschrankmethode [26] ist zwar weit verbreitet, aber für viele Praxisfälle zu zeitaufwändig. Holzhackschnitzel, beispielsweise, müssen bis zur Massenkonzanz 36 bis 48 Stunden trocknen, eine Zeitersparnis ist also nur durch Verwendung von Schnellbestimmungsmethoden möglich. In jüngster Zeit wurden

hierfür vielversprechende technische Lösungen entwickelt und teilweise auch speziell für Biomasse zur Einsatzreife in Labor- und Vor-Ort-Anwendungen gebracht.

Bestimmung der Größenverteilung. Die Partikelgrößenverteilung spielt oft eine Schlüsselrolle bei der energetischen Umwandlung von Biobrennstoffen. Dennoch erfolgt die Bestimmung dieses Parameters noch äußerst selten, da die Bereitstellung reproduzierbarer und vergleichbarer Daten eine schwierige messtechnische Aufgabe darstellt. Dies ist nicht nur auf uneinheitliche internationale Prüfverfahren zurückzuführen, sondern auch auf ein vielfältiges Angebot unterschiedlicher Messsysteme und -geräte. Zudem treten bei den Messergebnissen häufig verfahrensbedingte Unterschiede mit signifikanten Einflüssen auf.

Bestimmung der Schüttdichte. Die Bestimmung dieses Parameters erscheint zunächst einfach. Bei einer näheren Betrachtung ist das Messergebnis allerdings von mehreren miteinander in Wechselwirkung stehenden Faktoren abhängig, durch die es bei den Messungen zu starken Abweichungen kommen kann. Hierzu zählen z. B. der Wassergehalt, die Teilchendichte, die Form und Größenverteilung der Teilchen oder die Brückenbildungsneigung des Materials. Auch methodische Unterschiede bei der Bestimmung führen zu Messwertabweichungen, verursacht z. B. durch die Wahl der Form und Größe des Messbehälters oder durch die Ausübung von Erschütterungen (Aufstoßen) auf den mit Material gefüllten Behälter.

Bestimmung der Rohdichte. Gemäß DIN 51 731 [27] und ÖNORM M7135 [94] werden für die Rohdichte von Holzpresslingen genaue Anforderungen formuliert. Zur Bestimmung der Rohdichte erfolgt in beiden Normen ein Verweis auf DIN 52 182 [29]. Demnach kann die Volumenbestimmung bei regelmäßigen Körpern anhand der Abmessungen (stereometrisch) erfolgen, bei unregelmäßigen Körpern (wie z. B. Pellets) soll jedoch das Verdrängungsverfahren angewendet werden, wobei der Prüfling auf "geeignete" Weise oberflächenversiegelt werden muss. Genauere Angaben über die Art der zu verwendenden Imprägnierungsmittel oder zur Durchführung der Messungen (Vorbehandlung, Probenumfang, Messtechnik etc.) bzw. zur Berechnung der Ergebnisse werden jedoch nicht gemacht.

2 Zielsetzung

Ziel dieser Arbeit ist es, geeignete Messprinzipien und -verfahren zur (Schnell-) Bestimmung der Qualitätsparameter Wassergehalt, Größenverteilung, Schütt- und Rohdichte auf ihre Anwendbarkeit an biogenen Festbrennstoffen zu prüfen und zu bewerten. Abbildung 2 veranschaulicht die Zusammenhänge von Stoff- und Informationsströmen. Aufgrund der speziellen Fragestellungen sind Stoff- und Informationsflüsse eng verknüpft und können nicht getrennt voneinander betrachtet werden. So fließt z. B. das Messgut mit seinen spezifischen Qualitätsmerkmalen zwar als Stoffstrom in den Messvorgang ein, die daraus gewonnenen Ergebnisse bzw. Erkenntnisse werden aber als Informationen ausgewertet und schließlich bewertet.

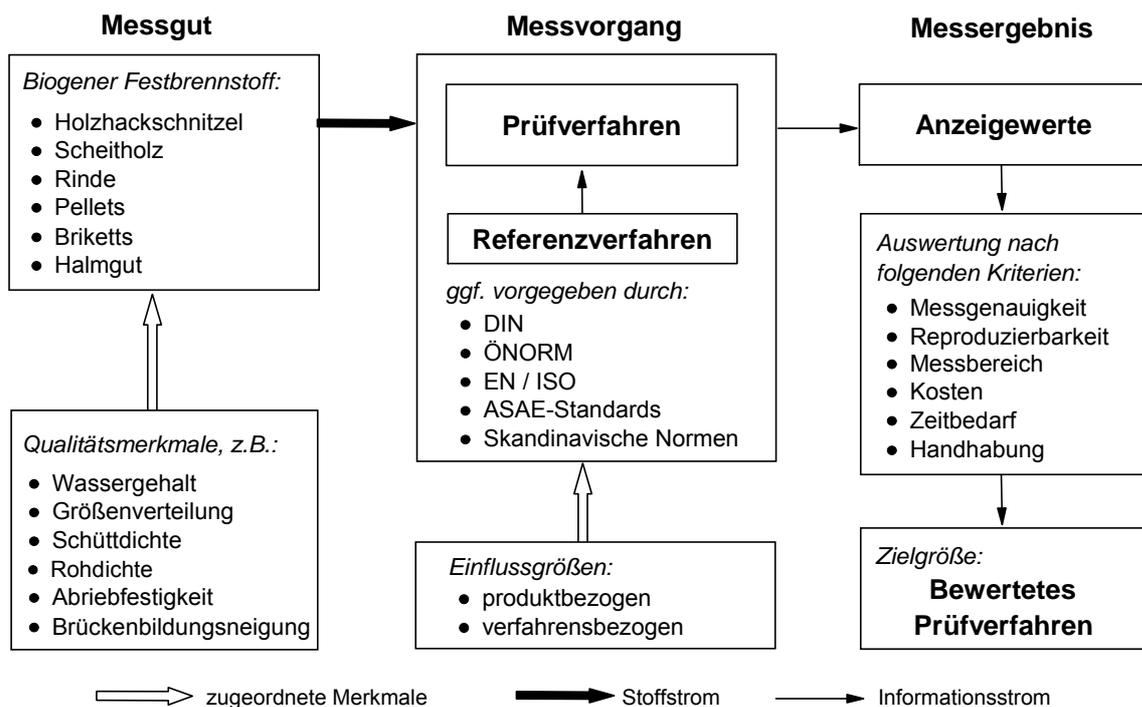


Abb. 2: Vorgehensweise bei der Bewertung von Prüfverfahren für Qualitätsmerkmale

Nach Umfragen bei Messgeräte-Herstellern und Prüflabors sowie Auswertungen von Erfahrungsberichten aus der Praxis, Literaturrecherchen und auf Basis von bereits bestehenden Referenzverfahren oder Normen aus verwandten Bereichen werden geeignete Prüfverfahren für nähere Betrachtungen ausgewählt. Ferner wird – unter Verwendung verschiedener Brennstoffarten – die Wirksamkeit produkt- und verfahrensbezogener Einflussgrößen untersucht. Anhand von

Vergleichsmessungen werden Messgenauigkeit und Wiederholbarkeit der geprüften Verfahren durch mathematische und statistische Auswertungsroutinen festgestellt. Dazu werden die Kenndaten repräsentativer Teilproben mit den geprüften Verfahren ermittelt und verglichen. Systematische Messwertabweichungen und messtechnische Unsicherheiten werden auf diese Weise quantifiziert. Gleichzeitig werden die wichtigsten Methodenkenndaten wie Messbereich und Kosten der Geräte sowie Zeitbedarf und Handhabung der Messung erfasst. Diese Vorgehensweise ist für alle untersuchten Qualitätsmerkmale einheitlich.

Während bei den Parametern Größenverteilung, Schütt- und Rohdichte die Suche nach einem Referenzverfahren im Vordergrund steht, gilt es bei der Wassergehaltsbestimmung messtechnische Erleichterungen durch Schnellbestimmungsverfahren und geeignete Kalibrierungsmethoden zu finden. Die Trockenschrankmethode ist aufgrund zahlreicher positiver Erfahrungen in der Praxis der Wassergehaltsbestimmung etabliert (Kapitel 3.1.2.1) und wird daher auch in dieser Arbeit als Referenzverfahren angewendet. Zur Bewertung der Bestimmungsverfahren für die Qualitätsmerkmale Größenverteilung, Schütt- und Rohdichte werden vor allem Messwertunterschiede zwischen den geprüften Prinzipien, Verfahren oder Varianten quantitativ bestimmt sowie die Wiederholbarkeit der Messergebnisse beurteilt. Außerdem sollen für diese Brennstoffeigenschaften belastbare Messerfahrungen für die Festlegung von zukünftig einheitlichen Prüfmethoden, Standards und Normen gewonnen werden und in derzeitige internationale Normungsaktivitäten einfließen.

Im Vergleich zu chemischen Analysen ist für die hier untersuchten physikalisch-mechanischen Brennstoffeigenschaften eine relativ schnelle Bestimmung wünschenswert, zumal die Größenordnungen häufig bereits durch den bloßen Augenschein ersichtlich sind. Auch deshalb werden die ausgewählten Parameter in dieser Arbeit gemeinsam bearbeitet. Allerdings weichen die physikalischen Grundlagen der Bestimmungsmethodik, die Versuchsaufbauten, die Versuchsdurchführung und die abschließende Bewertung der Prüfparameter stark voneinander ab. Aus diesem Grund werden im Folgenden die geprüften Verfahren zur Bestimmung der untersuchten Qualitätsparameter separat und blockweise abgehandelt. Dort finden sich auch die jeweiligen Kapitel zum Stand der Messtechnik.

3 Verfahren zur Bestimmung des Wassergehaltes

3.1 Geeignete Messverfahren

Aufgrund der Vielfalt der physikalisch-technischen Prinzipien für die Wassergehaltsbestimmung sind die am Markt angebotenen und in der Praxis je nach Probenmaterial und Verwendungszweck eingesetzten Methoden und Messgeräte sehr zahlreich. Man unterscheidet direkte Verfahren, bei denen der Wassergehalt einer Probe auf thermischem oder chemisch-analytischem Wege und indirekte Verfahren, bei denen der Wassergehalt häufig über Schätzungen (nach Messgerätkalibrierung unter Bezugnahme auf ein Referenzverfahren) bestimmt wird. Bei den letztgenannten Gruppen erfolgt die Messung zumeist ohne Zerstörung oder Veränderung des Messgutes.

Nicht jedes Verfahren eignet sich generell für jedes Material (Brennstoff), was die Systemauswahl einschränkt. Im Hinblick auf die Fragestellung der vorliegenden Arbeit wurden die zu beurteilenden Messsysteme unter dem Aspekt ausgewählt, den Wassergehalt möglichst schnell und kostengünstig zu bestimmen.

3.1.1 Herstellerumfrage

Für die Identifikation geeigneter Messverfahren und Geräte wurde eine Marktrecherche durchgeführt. Hierzu wurden insgesamt 45 Unternehmen ausgewählt und angeschrieben. Ihre Aktivität im Bereich der Wassergehaltsbestimmung wurde durch Internetrecherchen oder Messekataloge bekannt. Dank der Kooperationsbereitschaft vieler Firmen wurden für die Erprobung insgesamt 18 unterschiedliche Messgeräte (mit zehn verschiedenen Messverfahren) von 16 Herstellern zur Verfügung gestellt. Die Firmen leisteten zugleich auch beratende Unterstützung. Im Anhang gibt Tabelle A1 eine Gesamtübersicht über Herstelleradressen (alphabetisch geordnet), eingesetzte Messprinzipien, Messbereiche der Geräte, Dauer einer Messung je Messwert und Beschaffungspreise.

3.1.2 Messprinzipien

Zur Bestimmung des Wassergehaltes stehen verschiedene physikalische oder chemische Methoden zur Verfügung. Grundsätzlich können diese in acht Hauptgruppen eingeteilt werden, die thermogravimetrischen und analytischen Verfahren (beide "direkte Messverfahren") und die "indirekten Messverfahren", zu denen elektrische, radiometrische, optische, thermische, hygrometrische und akustische Verfahren gezählt werden (Abb. 3).

Einige dieser Methoden sind technisch oder wirtschaftlich ungeeignet bzw. sind als Schnellbestimmungsmethode im Handel nicht erhältlich. Durch die Umfrage (Kapitel 3.1.1) konnten z. B. für Messungen an Schüttgütern wie Holzhackschnitzel insgesamt 13 Systeme und Messgeräte für Versuchsmessungen identifiziert und ausgewählt werden (Abb. 14 in Kapitel 3.2.1). Einige der Schnellbestimmungssysteme waren sofort einsetzbar, während andere erst für Holzhackschnitzel kalibriert werden mussten. Die ausgewählten Verfahren und Messprinzipien werden im Folgenden relativ ausführlich beschrieben, da ein grundlegendes Verständnis für deren Funktionsweise die Basis für eine spätere Ergebnisinterpretation ist.

3.1.2.1 Thermogravimetrische Verfahren

Bei thermogravimetrischen Verfahren wird die Massendifferenz zwischen der Probe im Rohzustand und der getrockneten Probe ermittelt. Bei diesen Methoden ist das Ende des Trocknungsprozesses erreicht, sobald keine Massenänderung innerhalb einer gewählten Zeitspanne auftritt.

Trockenschrankverfahren. Für Wassergehaltsbestimmungen wird diese Methode am häufigsten angewendet. Zudem dient sie bei vielen Verfahrensvergleichen als Referenzmethode [8, 9, 38, 40, 64, 65, 66, 78, 80, 99, 106] und wird auch für die Anwendung an fester Biomasse in zahlreichen Normen beschrieben [1, 11, 12, 26, 92, 94, 111]. Es wird dabei die Masse einer Probe vor und nach der Trocknung ermittelt und anschließend der Wassergehalt anhand Gleichung (1), Seite 15, errechnet.

Bei einer Temperatur von (106 ± 2) °C ist die Trocknung im Trockenschrank beendet, sobald der Massenverlust innerhalb von 30 Minuten geringer ist als 0,05 % (DIN 51 718 [26]). Niedrigere Temperaturen (z. B. 80 °C) erfordern längere Trocknungszeiten, die durch Vorversuche ermittelt werden müssen.

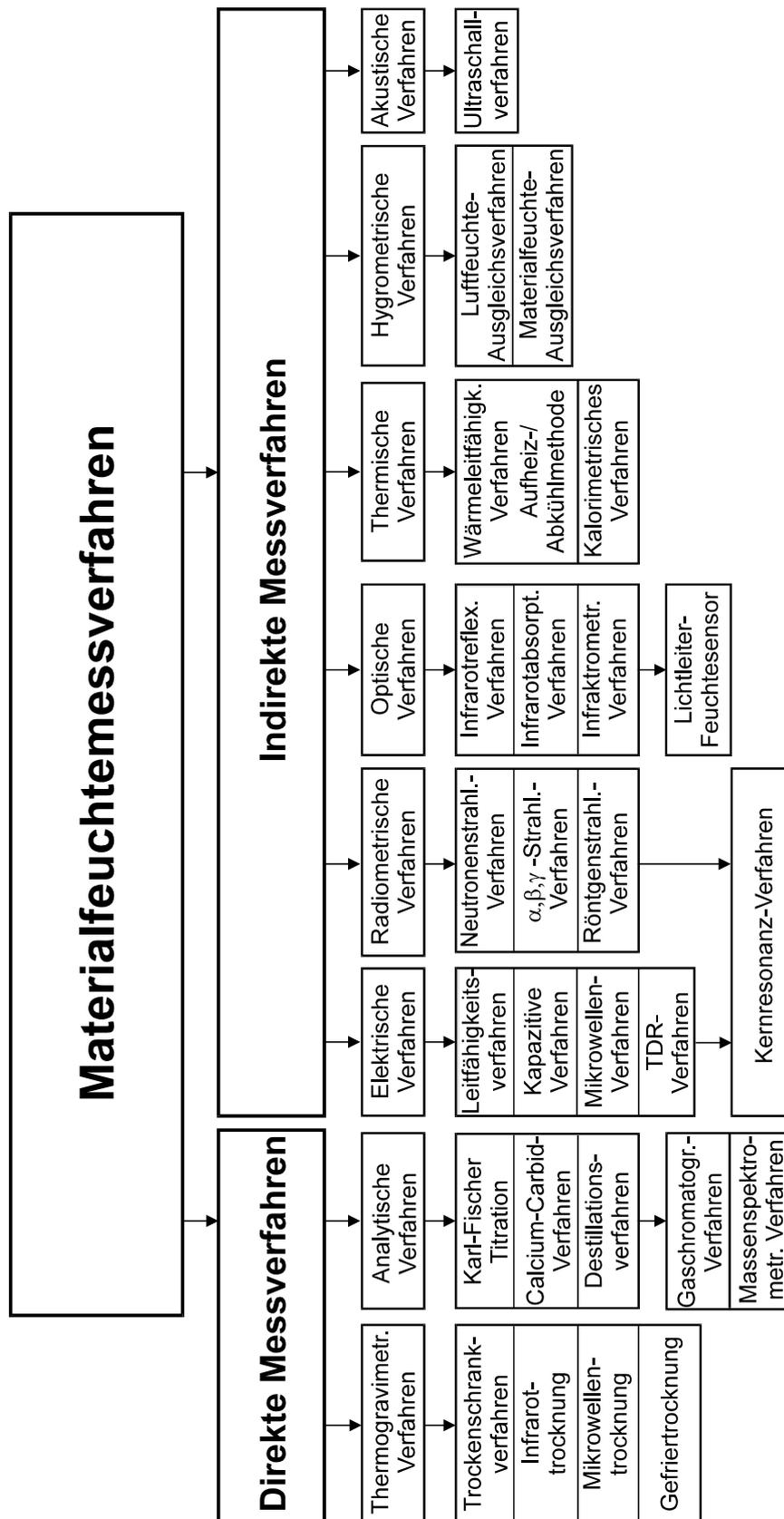


Abb. 3: Übersicht über die Materialfeuchtemessprinzipien (nach [81])

$$w = \frac{m_E - m_R}{m_E} \cdot 100 \quad (1)$$

Dabei ist

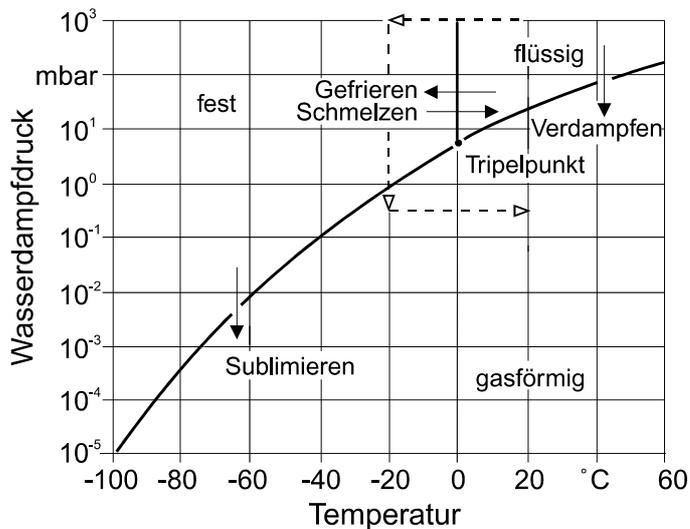
- w : Gesamtwassergehalt in Prozent
 m_E : Einwaage an Probengut in Gramm
 m_R : Rückwaage an Probengut in Gramm

Bei höheren Trocknungstemperaturen (z. B. 130 °C) kommt es zu zusätzlichen Freisetzungen flüchtiger Bestandteile wie z. B. Öle, Fette, (Mono-)Terpene oder Harze. Aus diesem Grund wird der gemessene Wassergehalt oft zu hoch eingeschätzt. Eine quantitative Abschätzung des Anteils flüchtiger Bestandteile am gemessenen Wassergehalt kann anhand deren Gehalte und der jeweiligen Siedepunkte erfolgen. Bereits bei 60 °C können leicht flüchtige Verbindungen aus dem Probenmaterial entweichen. Vor allem Nadelholzrinde und Kiefernholz erweisen sich aufgrund von hohen Gehalten an etherischen Ölen als problematisch [43, 115]. Deshalb sind gemäß DIN 52 183 [30] Hölzer mit einem hohen Anteil an flüchtigen Bestandteile bei Temperaturen bis maximal 50 °C zu trocknen. Die Technische Spezifikation gemäß CEN/TS 14774-2 [12] für feste Biobrennstoffe schreibt eine Temperaturbegrenzung nicht vor, sondern empfiehlt stattdessen eine Begrenzung der Trocknungszeit auf 24 h.

Gefriertrocknung. Substanzverluste durch Entgasung sind bei der Gefriertrocknung kaum zu erwarten, da das Wasser bei sehr niedrigen Temperaturen ausgetrieben wird. Das Wasser wird während des Trocknungsprozesses hauptsächlich durch Sublimation extrahiert [95]. Der Trocknungsvorgang ist daher nur mit einem geringen Verlust an flüchtigen Bestandteilen verbunden. Nach dem Tieffrieren (-20 °C) wird die Probe in eine Vakuumkammer eingebracht, wo der Wasserdampfdruck durch eine Vakuumpumpe drastisch reduziert ist (z. B. 0,12 bar). In diesem Unterdruck erfolgt anschließend die Trocknung der Probe bei Raumtemperatur, was in der Regel mehrere Tage dauert.

Dabei wird der direkte Übergang des Wassers vom festen in den gasförmigen Zustand, die "Sublimation" genutzt. Ein Phasenübergang fest-gasförmig ist möglich, wenn die Proben im gefrorenen Zustand einer Druckabsenkung ausgesetzt werden. In Abbildung 4 werden die Zusammenhänge der Phasenübergänge von Wasser in die Aggregatzustände flüssig, fest und gasförmig in Abhängigkeit von der Temperatur und dem Wasserdampfdruck veranschaulicht. Am Tripelpunkt (6,1 mbar) können alle drei Zustände gleichzeitig auftreten. Nur bei einem niedrigeren Dampfdruck geht das Wasser vom gefrorenen Zustand direkt in die

Gasphase über. Grundsätzlich läuft die Gefriertrocknung in 3 Phasen ab: Einfrieren, Haupttrocknung, Nachtrocknung (für Trockenmassebestimmungen).



---▷ Zustand des Wassers in den Proben

Abb. 4: Phasendiagramm für Wasser (nach [95])

Für die in dieser Arbeit durchgeführten Versuche markieren die gestrichelten Pfeile in Abbildung 4 die Zustände des Wassers im Probenmaterial. Die Proben wurden zunächst beim Atmosphärendruck der Umgebungsluft (etwa 1 bar) auf -20 °C eingefroren (oberer horizontaler gestrichelter Pfeil). Beim *Einfrieren* muss die Probe so weit abgekühlt werden, dass das Wasser

vollständig auskristallisieren kann oder Zonen von kristallinem Eis sich mit amorphen Zonen abwechseln. Im Idealfall liegt nach Beendigung des Gefriervorgangs ein Gerüst aus Eiskristallen und hoch konzentrierter Lösung vor. Die gelösten Stoffe werden in den meisten Fällen nicht in die Eiskristalle eingebaut.

Nach dem Einfrieren wird das Probenmaterial in die Vakuumkammer der Gefriertrocknungsanlage bei einem Atmosphärendruck von 0,12 mbar (vertikaler gestrichelter Pfeil) und einer Raumtemperatur von 20 °C eingebracht. In der Praxis kann diese Wärmezufuhr häufig durch temperierbare Stellflächen für die Proben kontrolliert werden. Die Probentemperatur nähert sich bei gleichbleibendem Druck langsam der Raumtemperatur (unterer horizontaler gestrichelter Pfeil), wodurch eine Vergrößerung der Dampfdruckdifferenz zwischen Probenmaterial und Dampfcurve entsteht. Diese Phase wird als *Haupttrocknung* bezeichnet. Dabei beginnt sich eine Phasen- oder Sublimationsgrenze (Eis-Wasserdampf) durch die Probe zu bewegen. Der Wasserdampf, der an dieser Phasengrenze sublimiert, wird dabei im Wesentlichen durch die vorher mit Eis gefüllten Poren aus dem Teilcheninneren an die Umgebungsluft transportiert und an einer Absorptionseinrichtung abgeführt.

In der *Nachtrocknungsphase* wird das Wasser ausgetrieben, welches mit der Festsubstanz in so starker Wechselwirkung steht, dass es nicht mehr als Eis kristallisiert. Dieses Wasser kann entweder an der Oberfläche der Kristalle in einem kristallinen Produkt gebunden oder in einem amorphen Produkt hoher

Viskosität eingebettet sein. Eine Desorption des absorbierten Wassers wird entweder durch eine weitere Druckabsenkung (z. B. auf 0,001 mbar) oder eine ausreichend lange Haupttrocknung erzielt [74, 95].

Infrarottrocknung. Sehr viel schneller als die bereits beschriebenen Methoden arbeiten dagegen Infrarottrockner. Eine relativ kleine Probenmenge (Maximum: 12 bis 60 g, je nach Gerätetyp) wird unter einem Infrarotstrahler auf einer Waage platziert. An der Oberfläche der Probe werden Teile der Strahlung absorbiert und in Hitze umgewandelt. Die Aufheizung des Probenmaterials wird durch Strahler verbessert, die vor allem Wellenlängen aussenden, bei denen Wasser ein Absorptionsmaximum besitzt (z. B. bei 1.940, 2.950 oder 3.500 nm). Die Eindringtiefe der Strahlung ist abhängig vom Absorptions- und Reflexionsvermögen sowie von der Farbe und Oberflächenstruktureigenschaften der Probe. Die Hitze wird in den Teilchen durch Wärmeleitung von der Oberfläche in tiefere Schichten übertragen. Im Verlauf der Trocknung heizt sich die Probe durch Wärmeabsorption, Wasserverlust und schlechte Wärmeleitung auf. Dadurch können Zersetzungen der Probe und Ausgasungen flüchtiger Nicht-Wasser Bestandteile auftreten. Ein wichtiges Kriterium für die Messgenauigkeit ist die Wahl des Abschaltzeitpunktes. Die Trocknungsdauer kann häufig sowohl durch einen Zeitraum vorgegeben oder anhand des Trocknungsverlaufes vom Gerät selbst bestimmt (Vollautomatik) werden. Bei vollautomatischer Einstellung beendet der Trockner die Messung, sobald das Wägesystem keine relevanten Massenveränderungen in Relation zur bisherigen Massenabnahme pro Zeiteinheit feststellt. Dabei wird der Effekt genutzt, dass mit fortschreitender Trocknungsdauer der Massenverlust pro Zeiteinheit stetig abnimmt und schließlich gegen Null tendiert [102]. Nach Beendigung der Messung wird der Wassergehalt anhand des Masseverlustes berechnet.

Die Einwaagemenge wird durch das Volumen der Probenschale begrenzt. Es ist darauf zu achten, dass eine möglichst dünne Materialschichtung eingewogen wird, da übereinanderliegende Teilchen oder unregelmäßige Verteilungen auf der Probenschale zu ungleichmäßiger Aufheizung des Materials oder zu Verkrustungen auf der Probenoberfläche führen können. Unvollständige Trocknungen, verlängerte Trocknungszeiten oder verstärkter Wärmeeuftrieb (Kamineffekt) wären die Folge [81, 82]. Bei Holzhackschnitzeln dauert eine derartige Probentrocknung zwischen 7 und 48 Minuten.

Mikrowellentrocknung. Noch schnellere Trocknungszeiten werden bei der Mikrowellentrocknung erreicht (zwischen 2 und 20 Minuten, abhängig vom Wassergehalt). Wie bei der Infrarottrocknung wird die Probe auf einer Waagschale lie-

gend getrocknet. Im Gegensatz zur Trockenschrankmethode, bei der dem Probenut die Wärmeenergie von außen zugeführt wird, entsteht bei der Mikrowellentrocknung die Wärme im Teilcheninneren und zwar dort, wo die Feuchte am größten ist. Die Hitze wird durch Polaritätsänderungen eines Mikrowellenfeldes erzeugt. Dadurch wird intermolekulare Reibung zwischen den Wassermolekülen induziert (aufgrund von Dipolrotation und Ionenleitung). So entsteht von innen nach außen ein Hitze- und Wärmegradient. Das erhitzte Wasser diffundiert an die Partikeloberfläche, wo es verdampft und über ein Ventilationssystem aus dem Probenraum abgeführt wird. Besonders wichtig ist die Homogenität des Mikrowellenfeldes und eine gleichmäßige Energieverteilung. Ist dies nicht gegeben, können unregelmäßige Erwärmungen der Probe und lokale Überhitzungen auftreten, was zu Verbrennungen bzw. Zersetzungen führt. In der Praxis wird versucht, derartige Störeffekte durch rotierende Probenteller, einstellbare Mikrowellenleistungen oder Temperaturfühler zu vermeiden.

Die Behörde für internationale Postkommunikation hat für die Benutzung von Mikrowellengeräten eine Frequenz von 2,45 GHz freigegeben, welche für alle Mikrowellengeräte verbindlich ist. Haushaltsübliche Geräte kommen allerdings aufgrund inhomogener Mikrowellenfelder für eine Wassergehaltsbestimmung nicht in Frage [82, 103].

3.1.2.2 Elektrische Verfahren

Im Gegensatz zu den thermogravimetrischen Verfahren führen die elektrischen und alle weiteren nachfolgend erläuterten Messverfahren nicht zu einer Veränderung oder Zerstörung der Probe; die Ergebnisse liegen innerhalb von Sekunden oder nach nur wenigen Minuten vor. Die hier untersuchten Verfahren werden nachfolgend vorgestellt.

Kapazitive Verfahren. Grundlage der kapazitiven Verfahren sind nicht leitende (dielektrische) Eigenschaften – physikalisch ausgedrückt als Dielektrizitätskonstante – des Messgutes im Vergleich zu Wasser. Die Dielektrizitätskonstante von Wasser ($\epsilon_r = 78,2$) ist, verglichen mit Konstanten anderer Materialien wie Holz ($\epsilon_r = 1,5 - 3,0$), sehr hoch. Durch den großen Unterschied dieser beiden Dielektrizitätskonstanten können selbst geringe Wasseranteile im Messgut nachgewiesen werden. Wassergehaltsunterschiede im Messgut werden durch Kapazitätsänderungen an einem Kondensator bestimmt [81]. Sender und Empfänger (hier: die Kondensatorplatten) sind dabei so ausgerichtet, dass sich ein elektrisches Feld (bis 0,3 GHz) im Probenmaterial ausbreitet. Die Messgrößen

können durch Reflexion oder Transmission bestimmt werden (Abb. 8). Bei Reflexionsmessungen sind Wellensender und –empfänger häufig im gleichen Sensor untergebracht. Wird der Kondensator mit Energie versorgt, durchdringen bogenförmige Feldlinien das Material und der Kondensator verändert seine Kapazität, unter anderem in Abhängigkeit vom Wassergehalt. Je feuchter das Messgut, desto geringer ist der dielektrische Verlustwiderstand am Kondensator [86].

Die Dielektrizitätskonstante von Stoffen wird stark von Dipoleigenschaften und anderen Polarisierungseffekten des Wassers beeinflusst [55]. Wenn Wasser chemisch oder physikalisch an einen Feststoff gebunden ist, sind dessen dielektrische Eigenschaften und Polarisierungseffekte stark unterschiedlich. Es können verschiedene Formen der Polarisierung auftreten, welche entsprechend der Beschaffenheit des Stoffes zur Gesamtpolarisation und somit zur Beeinflussung der Dielektrizitätskonstante beitragen.

Außerdem können sich auch noch andere Stör- bzw. Einflussgrößen auf das Ergebnis einer kapazitiven Messung auswirken, hierzu zählen [81]:

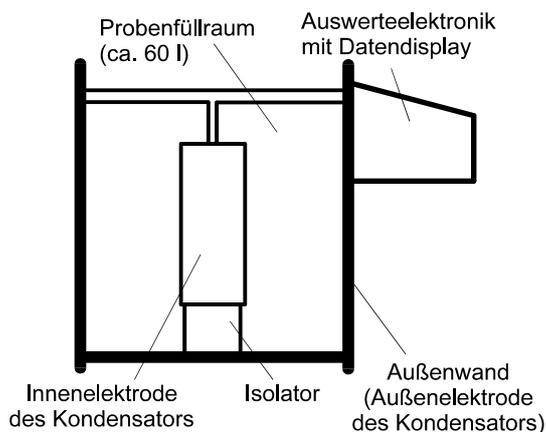


Abb. 5: Schematische Darstellung eines kapazitiven Feuchtemessgerätes (Mess-Eimer); nach dem Transmissionsmessprinzip (Fa. Pandis, Typ FMG 3000)

- Messfrequenz
- Temperatur
- Schüttdichte
- Körnung
- Ionenleitfähigkeit
- Schichtdicke
- Maxwell-Wagner Effekt (Polarisationseffekt an Grenzschichten)

Bei hohen Temperaturschwankungen (zwischen 20 und 30 K) können die Sensoren mit einer Temperaturkompensation ausgestattet werden. Geringere Unterschiede (zwischen 5 und 10 K) führen lediglich zu einer Verfälschung des Messergebnisses um ein bis zwei zehntel Prozentpunkte (Auskunft Fa. Arnold).

Schüttdichte, Körnung und Schichtdicke des Probenmaterials sind während der Messung möglichst konstant zu halten. Ein Beispiel für ein derartiges Messprinzip ist in Abbildung 5 dargestellt.

Leitfähigkeitsverfahren. Die Wassergehalte von stückigen Brennstoffen (Scheitholz) können sehr schnell durch Messungen der elektrischen Leitfähigkeit näherungsweise bestimmt werden. Dabei wird der Effekt ausgenutzt, dass der elektrische Widerstand von Holz mit steigendem Wassergehalt zwischen dem Darrzustand bis zum Fasersättigungsbereich (ca. 18 bis 26 % Wassergehalt [115]) etwa um den Faktor 10^6 sinkt [40] (Abb. 6). Dieser rechnerische Zusammenhang wird anhand von holzartspezifischen Widerstandskennlinien in einen Wassergehaltswert umgerechnet.

STAMM [107] nutzte die Wechselbeziehungen zwischen Wassergehalt und dem elektrischen Widerstand im Jahr 1927 zum ersten Mal. Seitdem sind zu diesem Thema zahlreiche wissenschaftliche Untersuchungen [8, 20, 39, 40, 44, 56, 64, 65, 66, 78, 91, 99, 108, 110] durchgeführt und eine Vielzahl unterschiedlicher Messgeräte (z. B. in [58, 61]) entwickelt worden. Da sich die Veränderung der Leitfähigkeit im Holz nicht bei allen Holzarten identisch verhält, besitzen manche Geräte einen Holzsortenwahlschalter. Die jeweilige Gruppe, der eine Holzart zugeordnet ist, kann Tabellen entnommen werden. Außerdem nimmt der elektrische Widerstand des Holzes bei gleichbleibendem Wassergehalt mit steigender Temperatur ab. Die Temperaturabhängigkeit des Widerstandes ist dabei nicht linear, sondern vergrößert sich mit steigenden Wassergehalten. Zur Erhöhung der Messgenauigkeit sind daher Geräte mit automatischer Temperaturkompensation vorzuziehen.

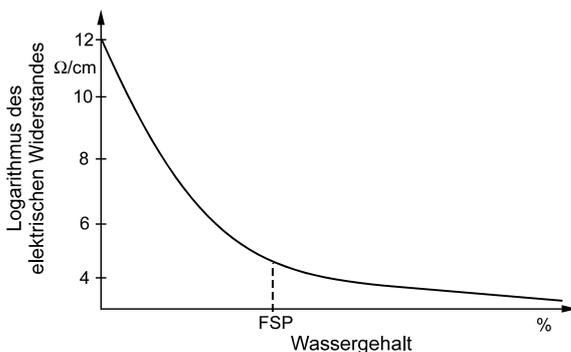


Abb. 6: Logarithmus des elektrischen Widerstandes von Holz in Abhängigkeit vom Wassergehalt über und unter dem Fasersättigungspunkt FSP (nach [105])

Bei Wassergehalten über dem Fasersättigungspunkt besteht allerdings kaum noch ein Zusammenhang zwischen dem Wassergehalt und dem elektrischen Widerstand. Dies ist unter anderem darauf zurückzuführen, dass mit zunehmender Feuchte das Wasser nicht nur in den Zellwänden, sondern auch in den Lumina der Zellen zu finden ist. Durch den unterschiedlichen Elektrolytgehalt in den Poren verschiedener

Holzarten und selbst innerhalb einer Probe kann es zu starken Schwankungen der Leitfähigkeit kommen. Zudem sinkt der elektrische Widerstand vom Fasersättigungspunkt bis etwa 66 % Wassergehalt lediglich um den Faktor 50 (Abb. 6). Die Empfindlichkeit der Messungen wird dadurch im Vergleich zu nied-

rigeren Wassergehalten stark reduziert. Außerdem ergaben Untersuchungen, dass sich der elektrische Widerstand bei hohen Feuchten nach dem Anlegen der Spannung mit zunehmender Messdauer erheblich verändern kann [105, 108].

Mikrowellenverfahren. Bei diesem Verfahren wird elektromagnetische Strahlung von der Probe entweder absorbiert oder reflektiert, wobei unter anderem eine Abhängigkeit zum Wassergehalt besteht. Im Ergebnis verändern sich Leitungs- und Ausbreitungsgrößen der Wellen, welche anhand von Transmissions- oder Reflexionsfaktoren gemessen werden. Dielektrische Eigenschaften des Messmaterials und feuchteabhängige Strahlungsdämpfungen gehen gleichermaßen in die Messwertbildung ein. Dies führt, im Vergleich zu einer rein dielektrischen Messung, zu einer Verstärkung von Wechselwirkungen zwischen den beiden Größen [83].

Infolge der hohen Wellenfrequenz (0,3 – 20 GHz) wird der Einfluss anderer elektrisch leitfähiger Bestandteile (vor allem Salze) minimiert. Ferner werden hohe Empfindlichkeiten und geringe Einschwingzeiten erreicht. Im Vergleich zu kapazitiven Messsystemen ist allerdings mit größeren elektromagnetischen Störeinflüssen der Umgebung zu rechnen. Außerdem ist die Absorption der Messwellen im Mikrowellenbereich offensichtlich nicht linear und geht für große Feuchten in die Sättigung, was bei niederfrequenten Messwellen (kapazitive Verfahren) nicht der Fall ist [72]. Abbildung 7 veranschaulicht Reflexion, Absorption, Streuung und Transmission beim Durchgang elektromagnetischer Strahlung durch einen Partikel. Eine schematische Darstellung geschlossener und offener Messsysteme in Form von Transmissions- und Reflexionsmessungen wird in Abbildung 8 [81] gezeigt.

Time-Domain-Reflectometry-Verfahren (TDR-Verfahren). Diese Methode ist ein aus der Radartechnik hervorgegangenes Messverfahren, welches sich bereits erfolgreich in der Bodenfeuchtebestimmung etabliert hat. Elektrische Messverfahren können auch auf einer Messung der Ausbreitungsgeschwindigkeit elektromagnetischer Strahlung innerhalb einer Probe basieren; dieses Prinzip wird beim Time-Domain-Reflectometry-Verfahren (Zeitbereichsreflektometrie-Verfahren) angewendet. Materialien mit hohen Dielektrizitätskonstanten (wie Wasser) führen zu einer erhöhten Abbremsung der Ausbreitungsgeschwindigkeit. Diese Abbremsung wird gemessen, wodurch Rückschlüsse auf den Wassergehalt möglich sind. Grundlage für die Anwendung des Verfahrens in nicht magnetischen Materialien bildet Gleichung (2).

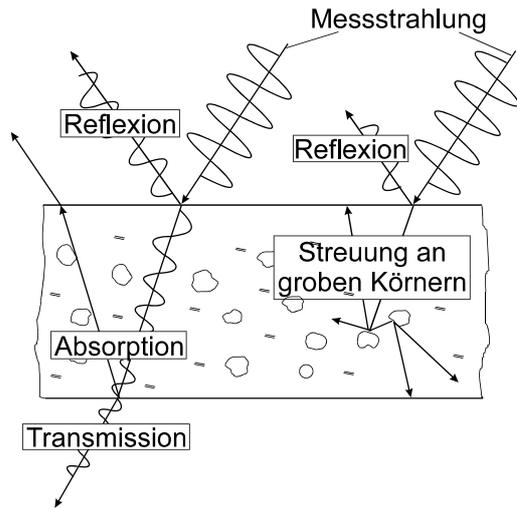


Abb. 7: Reflexion, Absorption, Streuung und Transmission beim Durchtritt einer elektromagnetischen Welle durch ein dielektrisches Material (nach [81])

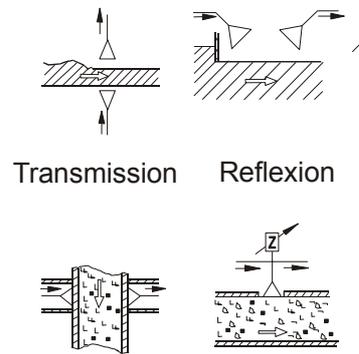


Abb. 8: Offene und geschlossene Mikrowellen-Feuchtemesssysteme [81]

$$c = \frac{c_0}{\sqrt{\epsilon_r}} \tag{2}$$

Dabei ist

- c Geschwindigkeit der elektromagnetischen Welle
- c_0 Lichtgeschwindigkeit
- ϵ_r Relative Dielektrizitätskonstante des Materials

Demnach ist bei einer hohen Dielektrizitätskonstante des Materials (hoher Wassergehalt) die Ausbreitungsgeschwindigkeit der Welle langsamer als bei niedrigem Wassergehalt. Dabei wird ein hochfrequenter Spannungsimpuls erzeugt, der an einem metallischen Leiter entlang läuft und um diesen herum ein elektromagnetisches Feld aufbaut. Am Ende des Leiters wird der Impuls reflektiert und läuft zu seiner Quelle zurück. Die Laufzeit des Impulses, von der Aussendung bis zum Empfang, wird im Messgerät registriert und anhand der bekannten Länge des Leiters kann die Ausbreitungsgeschwindigkeit berechnet werden. Schwierigkeiten bereiten die extrem kurzen Laufzeiten der Impulse (im Nanosekundenbereich), weshalb spezielle elektronische Steuerungen notwendig sind [57, 62, 84].

3.1.2.3 Optische Verfahren

Die aus den optischen Verfahren für die Versuche ausgewählte infrarot-reflektometrische Methode nutzt den Effekt, dass die Probe beim Auftreffen von Licht elektromagnetische Energie absorbiert. Für Messzwecke muss dieses Licht aus einzelnen, klar definierten Wellenlängen bestehen (monochromatisches Licht). Die Absorption von Licht dieser bestimmten Wellenlänge wird als Maß für den Wassergehalt verwendet. Dabei gibt es zwei Arten von Strahlen: Mess- und Referenzstrahlen mit jeweils unterschiedlichen Wellenlängen. Als Messstrahlen werden Wellenlängen bevorzugt, bei denen freies Wasser ein Absorptionsmaximum (z. B. bei 1.450 oder 1.940 nm, Abb. 9) besitzt. Als Referenzstrahlen werden dagegen Wellenlängen benutzt, welche vom Wasser oder anderen Probenbestandteilen kaum aufgenommen werden. Aufgrund der großen Absorptionsunterschiede zwischen Mess- und Referenzstrahlen wird die Empfindlichkeit des Messsystems erhöht. Die gewünschten Wellenlängen werden durch Rotation eines mit optischen Filtern ausgestatteten Rades von einer möglichst breitbandigen Lichtquelle erzeugt.

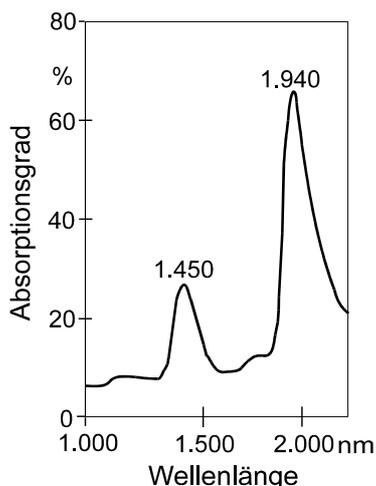


Abb. 9: Absorptionsspektrum von Wasser im Nah-Infrarot-Bereich

Anhand des Energiegehaltes der von der Probe reflektierten Mess- und Referenzstrahlen (M und R, Abb. 10) errechnet das Messinstrument einen Quotienten, wodurch wechselnde Einflussfaktoren auf die Messbedingungen eliminiert oder zumindest reduziert werden können (wie z. B. Entfernung der Probe zur Lichtquelle, Trübungen im Strahlengang oder Farbveränderungen der Probe). Für Messungen niedriger Wassergehalte (bis ca. 10 %) werden in der Regel Messwellen mit einer Wellenlänge von 1.940 nm eingesetzt, da gerade hier die Absorptionsunterschiede zu den Referenzwellen besonders groß sind. Für höhere Wassergehalte (ab ca. 25 %) ist die Absorptionsintensität bei 1.940 nm allerdings so groß, dass vom Messgut beinahe keine Strahlung mehr reflektiert wird und daher Wellenlängen mit niedrigeren Absorptionsgraden (in der Regel 1.450 nm) angewendet werden.

Bei der Auswahl der Referenzwellenlänge muss ferner darauf geachtet werden, dass andere Inhaltsstoffe hier keine Absorptionsbanden haben, denn die Reflexion der Referenzstrahlen soll möglichst groß sein. Das von der Probe reflektierte Licht wird im Messkopf über einen Hohlspiegel auf einem Detektor gesammelt, der die reflektierte Ener-

gie in elektrische Signale umwandelt. Diese werden codiert und im Prozessor elektronisch weiterverarbeitet (Abb. 10).

Eines der hier geprüften IR-Messgeräte ("Mesa") war mit einem zusätzlichen Korrekturstrahl (R_{int} , M_{int} , Abb. 10) ausgestattet. Dieser Korrekturstrahl folgt dem üblichen Strahlengang im Messkopf, ohne diesen zu verlassen, wodurch Korrekturfaktoren für Drifterscheinungen im Messkopf generiert werden (verursacht z. B. durch Alterung der Lichtquelle, Empfindlichkeitsänderungen des Detektors, Temperaturveränderungen) [97]. Anders als beim kapazitiven Messverfahren findet beim IR-Reflexionsverfahren keine Durchdringungsmessung statt, sondern es wird lediglich die Partikeloberfläche abgetastet. Die Dichte des Probenmaterials ist hierfür nicht relevant.

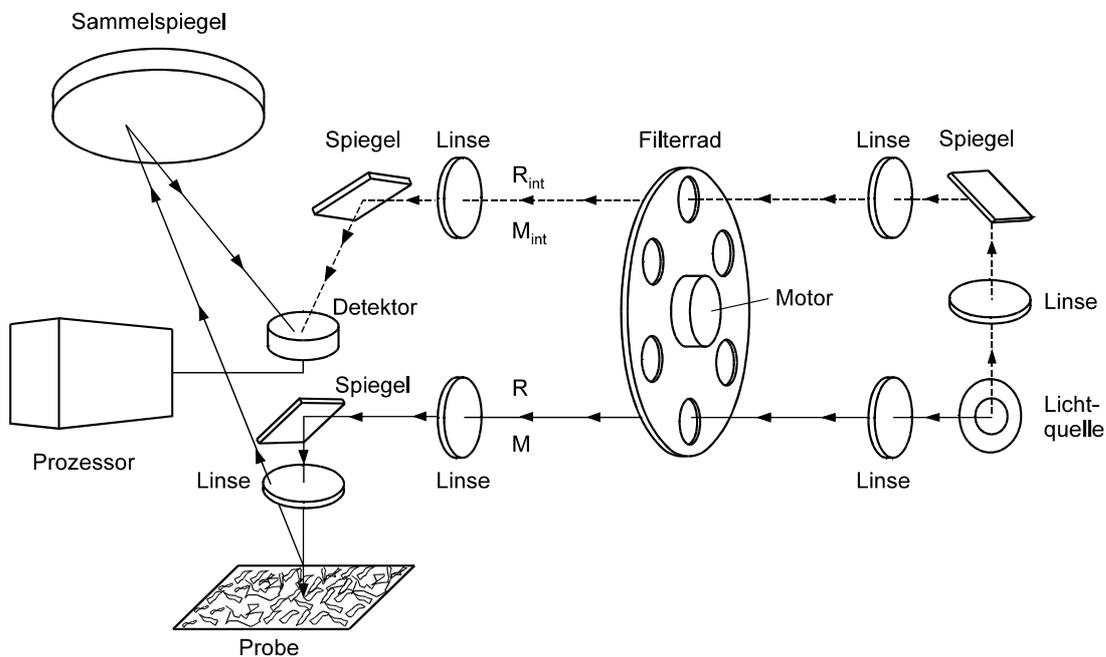


Abb. 10: Aufbau eines Infrarot-Reflexions-Messkopfes (nach [97])

3.1.2.4 Hygrometrische Verfahren

Das hier geprüfte Luftfeuchte-Ausgleichsverfahren beruht auf den Eigenschaften des Holzes, Wasser aus der Atmosphäre aufzunehmen oder abzugeben (hygroskopische Eigenschaften). In einem luftdichten Behälter (hier: 364 cm³) stellt sich nach einer gewissen Zeit (ca. 15 bis 20 Minuten) ein Feuchtegleichgewicht zwischen der Probe und der Umgebungsluft ein. Dies ist erreicht, wenn der Wasserdampfdruck der Atmosphäre und der Materialoberfläche gleich ist.

In einer Messeinrichtung für Biomasse ist die Ausgleichsfeuchte vor allem eine Funktion der Probenfeuchte und der Temperatur, welche auf die Sorptionsisothermen (Feuchte-Gleichgewichtslinien) des jeweiligen Materials zurückgeht. Die gleichzeitige Bestimmung der Luftfeuchte und der Temperatur erlaubt daher Rückschlüsse auf den Wassergehalt, wobei entweder Diagramme oder mathematische Funktionen herangezogen werden. Abbildung 11 zeigt z. B. Sorptionsisothermen von Holz für verschiedene Temperaturen (Hystereseerscheinungen sind hier nicht berücksichtigt). Bei größeren Luftfeuchten sind demnach auch höhere Materialfeuchten zu erwarten.

Darüber hinaus können Sorptionsisothermen die relative Luftfeuchte als Funktion der Temperatur mit der Materialfeuchte als Variable beschreiben, wie in Abbildung 12 dargestellt. Anhand dieser Holzfeuchte-Gleichgewichtslinien nach LOUGHBOROUGH [88], KEYLWERTH [70] und EISENMANN [41] kann in einem luftdichten Behälter unter Kenntnis von Temperatur und relativer Luftfeuchte der Wassergehalt eines darin befindlichen Materials geschätzt werden. Nach Abbildung 12 hat Holz z. B. bei 20 °C und einer relativen Luftfeuchte der Umgebungsluft von 82 % einen Feuchtegehalt von 17 %, das entspricht einem Wassergehalt von 14,5 %.

Der Messbereich der hygrometrischen Bestimmung ist allerdings auf Holzfeuchten bis ca. 24 % (ca. 19 % Wassergehalt) beschränkt. Gemäß Abbildung 12 herrscht bei einem Wassergehalt von 24 % und einer Temperatur von 10 °C im Behälter eine relative Ausgleichs-Luftfeuchte von 94 %. Da sich feuchte Luft nahe der Sättigungsgrenze nicht stabil verhält, schwanken die Anzeigewerte der Messgeräte in diesem Bereich so stark, dass eine eindeutige Messung nicht mehr möglich ist [81]. Vorteilhaft ist andererseits eine dichteunabhängige Messung des Wassergehaltes. Der Messbehälter sollte allerdings mit möglichst viel Probenmaterial gefüllt werden, da sich bei einem geringeren Luftvolumen schneller ein Feuchtegleichgewicht zwischen Material und Luft einstellt.

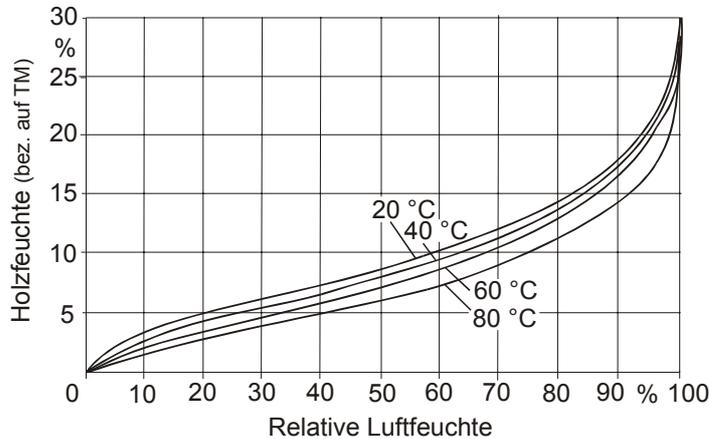


Abb. 11: Gleichgewichts-Feuchte (Sorptionisothermen) von Holz in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte und der Temperatur (nach [79])

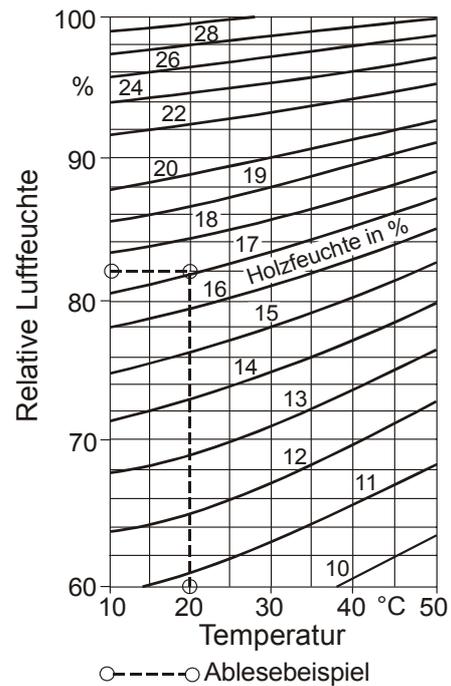


Abb. 12: Holzfeuchte-Gleichgewichtslinien zur Ermittlung der Holzfeuchte (nach [41, 70, 88])

3.2 Material und Methoden der Versuchsdurchführung

3.2.1 Verwendete Brennstoffproben

Holz hackschnitzel. Es wurden die Wassergehalte von 43 Hackschnitzelproben aus Buchen- (12), Fichten- (21) und Pappelholz (10) bestimmt (Tabelle 4). Um eine hohe Variabilität an Brennstoffeigenschaften (Wassergehalt, Teilchengröße, Größenverteilung, Nadel- oder Reisiganteil) zu erhalten, wurden die Proben an verschiedenen Standorten bei unterschiedlichen Trocknungsstufen gesammelt und mit verschiedenen Hackertypen und -einstellungen zerkleinert. Durch Bodentrocknung (Abb. 13) wurden mehrere Wassergehaltsabstufungen erzeugt, worauf eine luftdichte, kühle und lichtgeschützte Lagerung in Plastiksäcken von mindestens einer Woche erfolgte. Dadurch wurde eine gleichmäßige Feuchteverteilung über alle Probenteilchen erreicht und v.a. bei feuchten Proben Wasserverluste durch Kondensation an der Sackinnenseite reduziert.

Tabelle 4: Kenndaten der im Versuch verwendeten Hackgut-Proben

| Nr. | Holzart | Aufbereitung | | | Reisig | | Nadeln | | Wassergehalt | | |
|-------|---------|--------------|--------|------|--------|------|--------|------|------------------|-----------------|-----------------|
| | | fein | mittel | grob | ja | nein | ja | nein | w_t trocken | w_m mittel | w_f feucht |
| 1a | Buche | | x | | x | | | x | | | x |
| 1b | Buche | | x | | x | | | x | x | | |
| 1c | Buche | | x | | x | | | x | | x | |
| 1d | Buche | | x | | x | | | x | | x | |
| 1e | Buche | | x | | x | | | x | | x | |
| 2a | Buche | x | | | x | | | x | | | x |
| 2b | Buche | x | | | x | | | x | x | | |
| 2c | Buche | x | | | x | | | x | | x | |
| 2d | Buche | x | | | x | | | x | | x | |
| 2e | Buche | x | | | x | | | x | | x | |
| 3a | Fichte | x | | | x | | x | | | | x |
| 3b | Fichte | x | | | x | | x | | x | | |
| 3c | Fichte | x | | | x | | x | | | x | |
| 3d | Fichte | x | | | x | | x | | | x | |
| 3e | Fichte | x | | | x | | x | | | x | |
| 4a | Fichte | x | | | x | | x | | | | x |
| 4b | Fichte | x | | | x | | x | | x | | |
| 4c | Fichte | x | | | x | | x | | | x | |
| 4d | Fichte | x | | | x | | x | | | x | |
| 4e | Fichte | x | | | x | | x | | | x | |
| 5a | Fichte | | x | | | x | | x | | | x |
| 5b | Fichte | | x | | | x | | x | x | | |
| 5c | Fichte | | x | | | x | | x | | x | |
| 5d | Fichte | | x | | | x | | x | | x | |
| 5e | Fichte | | x | | | x | | x | | x | |
| 6a/b | Fichte | | | x | | x | | x | x | | |
| 7a/b | Fichte | | | x | x | | x | | x | | |
| 8a | Fichte | | | x | x | | x | | | | x |
| 8b | Fichte | | | x | x | | x | | | x | |
| 9a/b | Pappel | | | x | x | | | x | x | | |
| 10a/b | Fichte | | x | | | x | | x | x | | |
| 11a/b | Buche | | x | | | x | | x | x | | |
| 12a/b | Buche | x | | | | x | | x | x | | |
| 13a/b | Fichte | x | | | | x | | x | x | | |
| 14a | Pappel | x | | | | x | | x | | | x |
| 14b | Pappel | x | | | | x | | x | | x | |
| 14c | Pappel | x | | | | x | | x | x | | |
| 14d | Pappel | x | | | | x | | x | | x | |
| 14e | Pappel | x | | | | x | | x | | x | |
| 15a | Pappel | | x | | | x | | x | | | x |
| 15b | Pappel | | x | | | x | | x | | x | |
| 15c | Pappel | | x | | | x | | x | x | | |
| 15d | Pappel | | x | | | x | | x | | x | |



Abb. 13: Solare Bodentrocknung von Holzhackschnitzeln

Scheitholz. Die Versuche zur Schnellbestimmung des Wassergehaltes von Scheithölzern wurden mit sieben Holzproben, vier Fichten- und drei Buchenproben bestehend aus jeweils neun oder zehn Scheiten, durchgeführt. Die Proben lagen in drei Wassergehaltsabstufungen (lufttrocken, mitteltrocken und erntefrisch) vor. Die längsseitig geviertelten Meterstücke wurden auf typische Scheitholzängen zwischen 30 bis 35 cm geschnitten und deren Umfang (Mittelwert 33,5 cm) und Länge (Mittelwert 32,2 cm) bestimmt. Die Wassergehaltsbestimmungen wurden – je nach Messbereich der Geräte – an 45 bis 65 Scheiten vorgenommen. Alle geprüften Messgeräte bestimmen den Wassergehalt der Prüflinge zerstörungsfrei; Messungen mit den einzelnen Messgeräten konnten somit an identischem Probenmaterial durchgeführt werden.

Tabelle 5: Wassergehalte und Stückzahlen der im Versuch verwendeten Scheitholzproben

| Proben-Nr. | Holzart | Anzahl Scheite | Wassergehalt | | |
|------------|---------|----------------|---------------|--------------|--------------|
| | | | w_t trocken | w_m mittel | w_f feucht |
| 1 | Buche | 10 | | | x |
| 2 | Buche | 9 | | x | |
| 3 | Buche | 10 | x | | |
| 4 | Fichte | 9 | | | x |
| 5 | Fichte | 9 | | x | |
| 6 | Fichte | 9 | x | | |
| 7 | Fichte | 9 | x | | |

3.2.2 Messgeräte, Versuchsaufbau und -durchführung

Bei der Versuchsdurchführung wurden die im vorangehenden Kapitel beschriebenen Messverfahren und Gerätetypen eingesetzt. Messungen nach dem Leitfähigkeitsverfahren sind vor allem für größer dimensionierte Holzstücke geeignet und wurden daher nur an Scheithölzern durchgeführt. Zu den Schnellbestimmungsverfahren zählen die Geräte von Schaller, hf-sensor, Imko und Pandis (für Einzelprobenbestimmung von Hackgut), Ahlborn, Gann und Testo (für Scheithölzer) sowie Liebherr, Arnold, Mesa und Pier (Bestimmung von fließenden Gütern), während alle thermogravimetrischen Geräte den Wassergehalt mit einer gewissen Zeitverzögerung angeben. Die Herstelleradressen sind im Anhang in Tabelle A1 nachzulesen. Eine Übersicht über die ausgewählten Messverfahren gibt Abbildung 14.

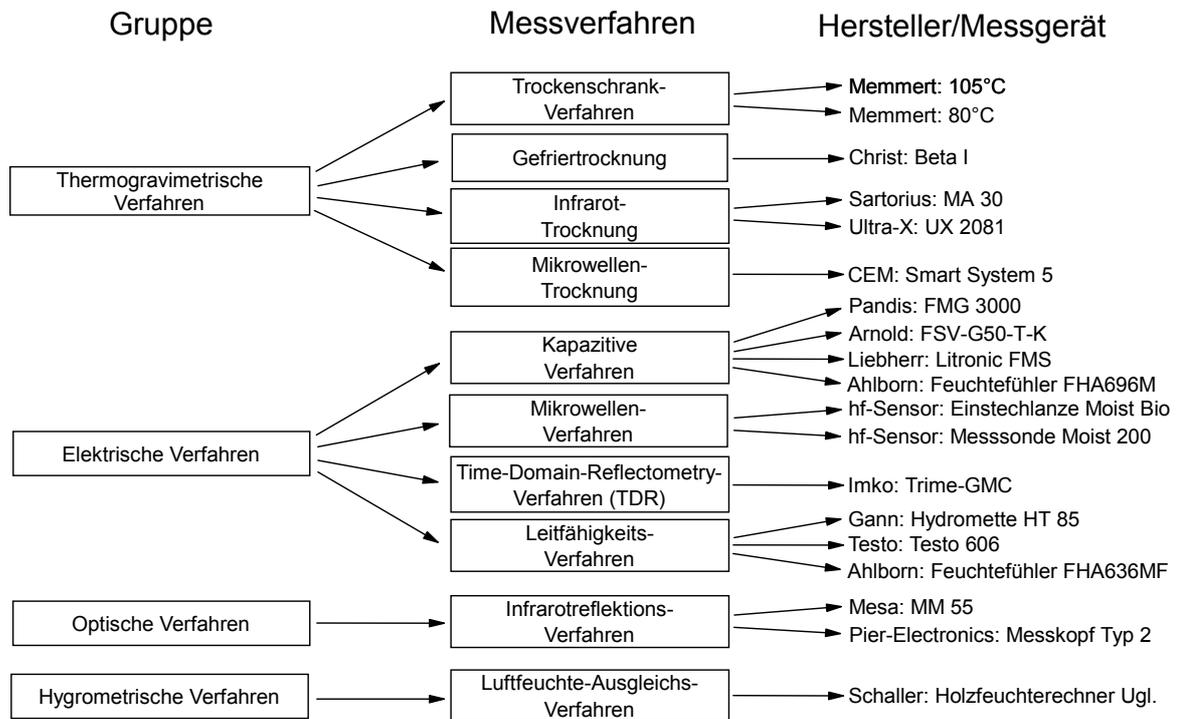


Abb. 14: In Vergleichsmessungen geprüfte Verfahren, Hersteller und Gerätebezeichnungen für die Bestimmung des Wassergehaltes. Hersteller: siehe Anhang Tabelle A1 [5]

3.2.2.1 Trockenschrankverfahren

Schüttfähige Proben wurden bei 80 und 105 °C getrocknet, während die Wassergehalte von Scheithölzern nur bei 105 °C bestimmt wurden. Die Trocknung

erfolgte in drei Trockenschränken der Fa. Memmert vom Typ UL 40, UL 80 und ULM 700 (Abb. 15, links). Der Wassergehalt einer Probe wurde durch Bildung des gewichteten Mittels aus fünf Wiederholungen berechnet. Zur Trocknung wurden Aluminium-Schalen mit den Abmessungen $195 \times 70 \times 55$ mm (Scheit-holz: $270 \times 210 \times 45$ mm) zu einem Drittel gefüllt. Für die Ein- und Rückwaage wurde eine digitale Analysewaage der Fa. Mettler (Typ PE 6000, Anzeigenge-nauigkeit 0,1 g) verwendet. Die Berechnung des Wassergehaltes einer Probe aus dem Mittel der fünf Teilproben erfolgte anhand Gleichung (3):

$$w_G = \frac{\sum_{n=1}^{n=5} (m_E - m_R)_n}{\sum_{n=1}^{n=5} (m_E - m_T)_n} \cdot 100 \quad (3)$$

Dabei ist

| | |
|-------|---------------------------------------|
| w_G | Gesamtwassergehalt in Prozent |
| m_E | Einwaage an Probengut in Gramm |
| m_R | Rückwaage an Probengut in Gramm |
| m_T | Einwaage des Probenbehälters in Gramm |



Abb. 15: Bestimmung des Wassergehaltes im Trockenschrank (links: Fa. Memmert, Typ ULM 700) und durch Gefriertrocknung (rechts: Fa. Christ, Typ Beta I)

3.2.2.2 Gefriertrocknung

Nach dem Gefriertrocknungsverfahren wurden die Wassergehalte von 12 Hack-schnitzelproben (Fichte 7, Buche 3, Pappel 2) bestimmt. Die Masse des zu trocknenden Probenmaterials wurde vor und nach der Trocknung bestimmt; der Wassergehalt errechnet sich nach Gleichung (1), Seite 15. Zur Trocknung wur-

de das Probenmaterial in Leichtmetallschalen (155 × 205 × 28 mm) gelegt; die Schichthöhe war etwa 15 bis 20 mm. Die Probenmasse betrug zwischen 160 und 390 g Frischmasse, je nach Wassergehalt und Holzart. Die gefüllten Probenschalen wurden in einer halbhermetischen Gefrierkammer der Fa. Viessmann (Typ GA 200 SC) bei –20 °C für mindestens 24 Stunden eingefroren. Anschließend wurden die gefrorenen Proben in ein Gefriertrocknungsgerät der Fa. Christ (Typ Beta I, Abb. 15, rechts) eingebracht; dort trockneten sie sieben Tage bei Raumtemperatur (20 °C) und einem Atmosphärendruck von 0,12 mbar. Schließlich wurde das Gewicht der verbliebenen Trockenmasse ermittelt. Zur Abschätzung des bei der Trockenschrankmethode entweichenden Anteils an Nicht-Wasser-Verbindungen wurden die gefriergetrockneten Proben nochmals in einen Trockenschrank bei 105 °C gelegt. Nach mindestens 48 Stunden wurde eine weitere Rückwaage durchgeführt.

3.2.2.3 Infrarottrocknung

Sartorius. Bei dem Feuchtebestimmer MA 30 der Fa. Sartorius (Abb. 16, links) sind die Funktionseinheiten Waage, Trocknung und Auswertung in einem Gerät zusammengefasst. Das Gerät besitzt als Heizquelle zwei Infrarot-Dunkelstrahler mit je 180 W Leistung und ist durch seine kompakte Größe (217 × 283 × 165 mm) und geringe Masse (ca. 5,5 kg) leicht transportierbar. Während der Messung überwacht ein Temperatursensor die Erwärmung der Umgebungsluft und regelt gleichzeitig die Leistung der Dunkelstrahler. Das Probengut wird auf einer Einwegschaale aus Aluminium (95 mm Durchmesser, 6 mm Randhöhe, Masse ca. 2,5 g) eingewogen. Nach Beendigung der Messung können am Gerät der Massenverlust, die relative und absolute Trockenmasse, der Wassergehalt und die Messdauer abgelesen werden. Außerdem ist während der Trocknung eine kontinuierliche Erfassung der Messwerte möglich.

Zur Erreichung einer möglichst schnellen, aber trotzdem schonenden Trocknung wurde anhand von Vorversuchen eine Trocknungstemperatur gewählt und die Zuverlässigkeit der Abschaltautomatik überprüft (Kapitel 3.2.5.4). Aufgrund der kleinen Probenschalen konnten, je nach Wassergehalt und Holzart, lediglich Einwaagen zwischen 6 und 12 g Frischmasse bei einer Messdauer von 7 bis 48 Minuten bestimmt werden. Die Wassergehalte und die Messdauer wurde in mindestens zwei Wiederholungen bestimmt. Bei Proben mit geringen Trocknungszeiten wurden drei Wiederholungen durchgeführt.

Ultra-X. Die Waagschalen ($245 \times 110 \times 20$ mm) sind bei diesem Gerät im Vergleich zum Feuchtebestimmer der Fa. Sartorius relativ groß und somit können auch umfangreichere Probe eingewogen werden. Das Gerät (Typ 2081; Abb. 16, rechts) hat zwei Strahler mit einer Leistung von je 250 W; die Leistung kann über einen Drehknopf in 1-%-Schritten von 0 bis 100 % variiert werden. Bei voller Leistung stellt sich laut Herstellerangaben auf der Probenschale eine Temperatur von ca. $160\text{ }^{\circ}\text{C}$ ein. Der Feuchtebestimmer der Fa. Ultra-X besitzt keinen vollautomatischen Abschaltmechanismus. Die Abschaltautomatik wird daher auf die spezifischen Eigenschaften des Messgutes abgestimmt. Dabei werden der Abfragebeginn (1/2, 1, 2 oder 3 Minuten nach Beginn der Messung), das Abfrageintervall (10, 20, 45 oder 70 Sekunden) und der Massenverlust (4, 8, 16 oder 32 mg) eingestellt. Die gewählte Einstellungskombination wurde nach Empfehlungen des Herstellers mit Hilfe eines Trocknungsverlaufdiagramms überprüft (Kapitel 3.2.5.4).

Die Wassergehaltsbestimmungen erfolgten nach analoger Vorgehensweise zum bereits beschriebenen Sartorius-IR-Trockner. Je nach Wassergehalt und Materialart wurden Probenmengen zwischen 20 und 60 g eingewogen mit Messzeiten zwischen vier und vierzig Minuten. Am Ende jeder Messung ertönt ein akustisches Signal, so konnte die Messdauer mit einer Stoppuhr bestimmt werden.

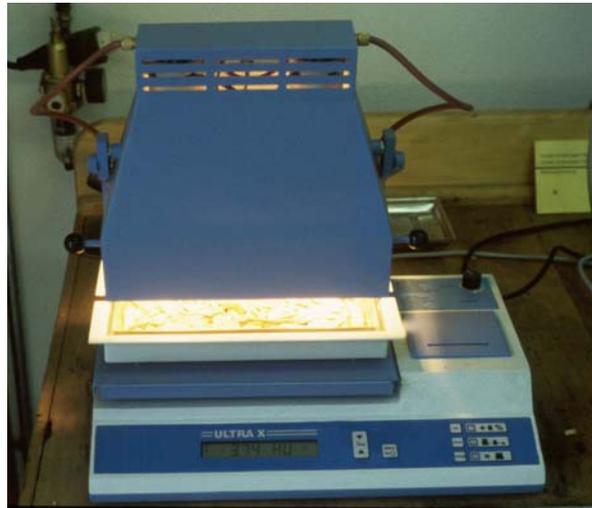


Abb. 16: Bestimmung des Wassergehaltes durch Infrarottrocknung (links: Fa. Sartorius, Typ MA 30; rechts: Fa. Ultra-X, Typ 2081)

3.2.2.4 Mikrowellentrocknung

Auch im Mikrowellentrockner der Fa. CEM, Typ Smart System 5 (300 W) sind Trocknungs- und Wiegeeinrichtung sowie die Auswerteelektronik in einem Gerät vereinigt (Abb. 17). Die hohe Masse (25 kg) und die Größe (559 × 591 × 368 mm) schränken dessen Einsatz als mobiles Messgerät ein. Es kann der Wasser- und Trockenmassegehalt von Flüssigkeiten, Feststoffen und Schlämmen zwischen 1 und 99,9 % Wassergehalt mit einer 0,01-%igen Auflösung bestimmt werden.



Abb. 17: Bestimmung des Wassergehaltes durch Mikrowellentrocknung (Fa. CEM, Typ Smart System 5)

Ein Probenträger aus Glasfaser (100 × 100 × 20 mm) wird zusammen mit dem Messgut auf einen Probenteller in die Mikrowellenkammer gelegt. Zu Beginn jeder Messung muss die jeweilige Trocknungstemperatur (Solltemperatur) eingestellt werden. Um während der Trocknung Überhitzungen zu vermeiden, erfolgt eine ständige Überwachung der Probentemperatur (Isttemperatur) mittels eines Infrarotsensors. Die Temperaturdaten werden an einen Mikroprozessor weitergegeben;

dieser passt die Energiezufuhr anhand der gemessenen Isttemperatur an die eingestellte Solltemperatur an. Für die Aktivierung des Abschaltmechanismus muss eine Festlegung von Parametern erfolgen, denn ähnlich wie bei der Infrarottrocknung soll die Messung dann beendet werden, sobald der Steigungsbetrag der Trocknungsverlaufskurve zurückgeht. Zur Gewährleistung der Betriebssicherheit befindet sich außerdem im Probenraum ein Flammendetektor. Eine menügesteuerte Software erlaubt die Speicherung von 100 Parameterkombinationen, z. B. für Geräteleistung, Massenkonstanz, maximale Trocknungszeit und Probentemperatur, sowie von 300 Messwerten.

Die Wassergehaltsbestimmungen von acht Hackgutproben (vier mal Fichte, zwei mal Buche, zwei mal Pappel) wurden im Labor der Fa. CEM durchgeführt. Bei der Trocknung sehr feuchter Fichte bestand trotz niedrigerer Temperatureinstellungen Brandgefahr; eine Fortführung der Versuche wurde daher aus Sicherheitsgründen unterlassen. Mit den übrigen Proben wurden jeweils fünf Wiederholungen durchgeführt. Die Einwaage betrug zwischen 3 und 13 g. Zur Ge-

währleistung eines sicheren Trocknungsverlaufes (Brandgefahr) bei gleichzeitig kurzen Trocknungszeiten wurden die Trocknungstemperaturen zwischen 105 und 130 °C variiert. Betrug die Massenabnahme innerhalb von vier Sekunden weniger als 0,3 mg, wurde die Messung automatisch beendet. Für die Trocknung der Proben bei Temperaturen zwischen 105 und 115 °C wurde der Abschaltmechanismus aktiviert, sobald die Massenänderung um weniger als 0,2 mg in vier Sekunden differierte. Aufgrund der unterschiedlichen Temperatureinstellungen und Wassergehalte schwankte die Trocknungsdauer zwischen 2 und 20 Minuten.

3.2.2.5 Kapazitive Verfahren

Pandis. Dieses Messgerät (Typ FMG 3000) wurde unter anderem auch von der Fa. Pandis speziell für die Schnellbestimmung des Wassergehalts von Holzhackschnitzeln entwickelt. Der Messbehälter fasst etwa 60 l (Abb. 18) und ist für Proben mit einer Größenverteilung, die den Anforderungen für Holzhackgut G 50 (Mittelhackgut) nach ÖNORM M7133 [93] entsprechen, kalibriert. Das Gerät misst bei einer Frequenz von 0,035 GHz in einem Messbereich von 0 bis



Abb. 18: Bestimmung des Wassergehaltes von Holzhackschnitzeln nach dem kapazitiven Verfahren (Fa. Pandis, Typ FMG 3000;)

55 % Wassergehalt. Die Innenelektrode des Kondensators ist isoliert in der Mitte des Gerätes angeordnet, als Außenelektrode dient der Blechmantel des Gefäßes (Abb. 5, Seite 19). Das Probenmaterial wird von der elektromagnetischen Strahlung komplett durchdrungen (Transmissionsmessung). Nach Drücken einer Taste erscheint der Wassergehalt des Messgutes ohne Verzögerung auf dem LCD-Display.

Beim Befüllen des Eimers sollte auf eine gleichmäßige Verdichtung der Hackschnitzel geachtet werden, da unregelmäßige Hohlräume die Messung beeinflussen. Der Behälter wurde etwa bis zur Hälfte mit Probenmaterial gefüllt und zweimal aufgestoßen. Anschließend wurde der Eimer bis zu einem Querverbinder kurz unter dem Behälterrund weiter befüllt und nochmals aufgestoßen.

Nach dem Schließen des Messbehälters mit einem Deckel begann die Wassergehaltsmessung. Für jede Probe wurden drei Wiederholungen durchgeführt. Falls das Messgerät bei den ersten zwei Wiederholungen eine Überschreitung des Messbereichs angezeigt hat (Anzeige: ">55 %"), wurde auf die dritte Wiederholung verzichtet. Die einzelnen Messungen dauerten etwa ein bis zwei Minuten. Messungen an Proben mit einem Volumen unter 60 l (6 von 43) wurden unterlassen.

Liebherr. Das Feuchtemesssystem Litronic FMS (Abb. 20, links) der Fa. Liebherr besteht aus einer Auswerteeinheit und einem Feuchtesensor. Gewöhnlich kommt es bei der Prozessoptimierung und -kontrolle in einem kontinuierlichen Gutstrom zum Einsatz. Die elektronischen Bauteile des Sensors sind in einem zylinderförmigen Edelstahlgehäuse (Durchmesser: 98 mm, Höhe: 57 mm) untergebracht und werden in Messrichtung von einem Keramikschild geschützt. Der Sensor kann im Verfahrensablauf mit Hilfe eines verschiebbaren Spannflansches integriert werden. Die Messwertübertragung erfolgt digital über eine RS485-Schnittstelle; der Messbereich wird mit 0 bis 100 % Wassergehalt angegeben. Je nach Materialart kann die Sensorstrahlung kugelförmig zwischen 20 und 100 mm in das Probenmaterial eindringen. Dabei werden pro Sekunde bis zu 33 Messsignale an die *Auswerteeinheit* (330 × 220 × 199 mm) weitergegeben. Dort können die Messdaten abgelesen und weiterverarbeitet sowie technische Kennwerte wie z. B. Kalibrier- oder Sensordaten eingelesen, abgerufen oder verändert werden. Die Stromversorgung erfolgt über 24 VDC, kann optional auch auf 230 VAC umgerüstet werden.

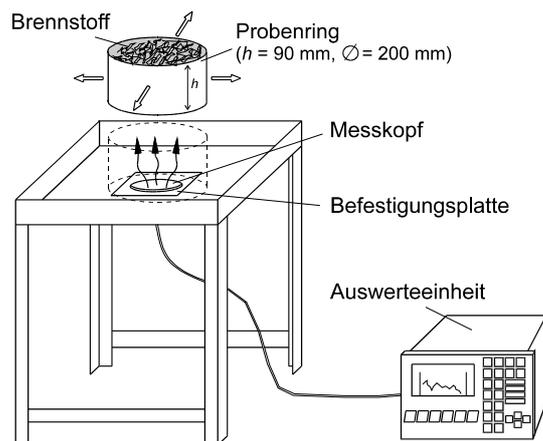


Abb. 19: Versuchsaufbau zur Wassergehaltsbestimmung mit kapazitiven Verfahren (Fa. Liebherr und Arnold [50])

Fließvorgänge von Schüttgütern sind im Labor nur mit erheblichem Aufwand zu erzeugen. Zu deren Simulation wurde daher ein spezieller Versuchsaufbau angefertigt, welcher auch als stationäre Messeinrichtung im Labor eingesetzt werden kann. Der Sensor wurde mit Hilfe eines Spannflansches bündig in einer Tischoberfläche eingefasst, so kann sich das Messfeld oberhalb des Tisches ausbreiten (Abb. 19 und Abb. 20, links). Der Brennstoff wurde in einen liegenden Metallring (Höhe: 90 mm, Durchmesser: 200 mm) eingefüllt und während der

Messung in langsamen, spiralförmigen Bewegungen direkt über den Messkopf geschoben.

Für die Versuchsdurchführung wurde an der Auswerteeinheit eine "Chargenmessung mit einem Sensor" gewählt, bei der die Messwerte auf einer dimensionslosen Skala von 0 bis 4.000 ausgegeben werden. Die Messwertaufnahme erfolgte innerhalb von 25 Sekunden bei etwa 30 Einzelmessungen pro Sekunde in sechs Wiederholungen. Für die Aufnahme der Messdaten wurden je Probe etwa sechs Minuten benötigt.

Arnold. Messprinzip, Konstruktion des Sensorgehäuses und Vorgehensweise bei der Versuchsdurchführung entsprechen dem vorher beschriebenen Liebherr-System. Die Messfrequenz des Sensors (Typ FSV-G50-T-K-U) beträgt 0,027 GHz, wobei das elektrische Feld je nach Beschaffenheit des Brennstoffes bis zu 100 mm in das Material eindringen kann. Zur Messung der Materialtemperatur befindet sich im Sensor ein Temperaturfühler, der das Messergebnis korrigiert (Temperaturkompensation), sowie eine Justageeinrichtung als Signalverstärkung. Beide sind über eine abgedichtete Deckelschraube zugänglich.

Die Kapazitätsänderung des Kondensators wird in Form eines Einheitssignals (0-10 VDC) am Auswertegerät (Typ FMG 1-GBMD-DIG-UU) angezeigt und erscheint an einem LED-Display auf einer Skala von 0 bis 100 (Abb. 20, rechts). Kalibriert wird das System mit zwei digitalen Abgleichpotentiometern, an denen Messbereichsanfang (Anzeige 0) und -ende (Anzeige 100) eingestellt werden. Zunächst wurde trockenes Pappelhackgut ($w = 7\%$) auf den Sensor gelegt und der Nullpunkt bzw. Messbereichsanfang am Potentiometer abgeglichen; das Messbereichsende wurde anhand von feuchtem Pappelhackgut ($w = 56\%$) ermittelt. Da bei dieser Einstellung die Signalverstärkung der Feuchtemesssonde nicht ausreichte, mussten an der Sonde zwei weitere Potentiometer abgestimmt werden (Anleitung siehe [2]).



Abb. 20: Bestimmung des Wassergehaltes mit kapazitiven Verfahren für kontinuierliche Gutströme (links: Fa. Liebherr, Typ Litronic FMS; rechts: Fa. Arnold)

Analog zum Liebherr-System wurde während der Messung der mit Probenmaterial gefüllte Messring spiralförmig über den Sensor geschoben. Für eine Wassergehaltsbestimmung wurde der Messring dreimal mit Probenmaterial befüllt und je Füllung zehn Anzeigewerte notiert, so setzt sich jeder Messwert als Mittelwert aus 30 Einzelwerten zusammen. Mit Hilfe eines Protokollanten dauerte die Messung einer Probe etwa zwei Minuten.

3.2.2.6 Mikrowellenverfahren

hf-sensor. Es wurden zwei Reflexionsmessköpfe mit einer Sendefrequenz von 2,45 GHz geprüft. Zum einen der Einstechapplikator Moist Bio (Abb. 21) mit etwa 0,5 m Länge, zum anderen die Messsonde Moist 200 mit einer runden Auflagefläche. Wellensender und -empfänger sind bei beiden Geräten im Messkopf vereint.

Zur Signalanzeige und -auswertung wurde ein *Handgerät (Handheld)* verwendet, welches für beide Messköpfe kompatibel und durch seine Größe (195 × 95 × 40 mm) sowie geringe Masse (500 g) flexibel einsetzbar ist. Die Stromversorgung erfolgt über vier 1,5-V-Akkus oder über einen Netzstecker, der auch zum Aufladen der Akkus verwendet werden kann. Mehrere Menüebenen ermöglichen das Ausführen gewisser Spezialfunktionen. So können Kalibrierungen für bis zu 100 Materialarten pro Messkopf und 250 Messwerte gespeichert werden. Außerdem ist es möglich, Messfelder (Messwerte werden in Spalten gemessen und hintereinander abgelegt) sowie Mittelwerte aus bis zu 15 Einzelmessungen zu bilden.

Bei der *Einstechsonde Moist Bio* (Abb. 21 und Abb. 22, links) befindet sich der Großteil der Messelektronik in einem als Handgriff ausgebildeten Gehäuse. Am Ende des 500 mm langen Trägerrohrs ist der elektrisch wirksame Applikator, umgeben von einer spitz zulaufenden Schützhülle, aufgesetzt. Das Trägerrohr (20 mm Durchmesser) besteht aus rostfreiem Stahl und gewährleistet die zum Einstechen benötigte mechanische Stabilität. Die Mikrowellenbauelemente sind im vorderen Bereich platziert und bauen, je nach Materialart, ein ellipsenförmiges Messfeld mit einer Reichweite von 50 bis 100 cm auf [84]. Aufgrund der weiten Wellenausbreitung in alle Richtungen ist die Einstechsonde vor allem für Messungen an großen Probemengen (z. B. Aufschüttung einer LKW-Ladung) geeignet. Für Bestimmungen von einem Probenumfang mit ca. 100 l (wie im vorliegenden Versuch) müssen die Ergebnisse jedoch vorsichtig interpretiert werden. Da sich die Messwellen auch über das Probengut hinaus ausbreiten,

wird die Messung sehr wahrscheinlich auch durch elektromagnetische Störungen der Umgebung beeinflusst. Bei der Versuchsdurchführung wurde daher immer auf konstante Messbedingungen geachtet (z. B. Positionierung des Messbehälters im Raum, Loslassen der Einstechlanze während der Messung).

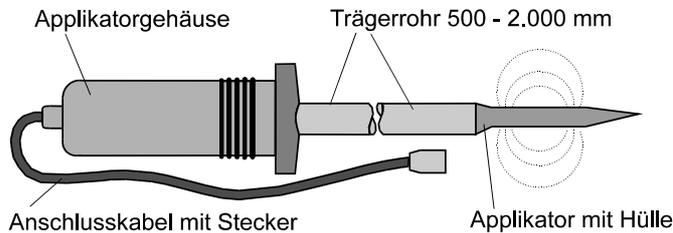


Abb. 21: Grundkonstruktion des Einstechapplikators Moist Bio der Fa. hf-sensor

Die *Messsonde Moist 200* (Abb. 22, rechts) ist ebenfalls tragbar und arbeitet nach demselben Prinzip wie der bereits beschriebene Einstechapplikator. Anstelle eines Trägerrohrs befindet sich am Applikatorgehäuse eine flache und runde

Auflagefläche mit einem Durchmesser von 50 mm. Von dieser tellerförmigen Auflagefläche breiten sich die Messwellen in einem Winkel von etwa 60 bis 70 ° aus. Das dabei entstehende Messfeld beschreibt eine Ellipse mit einer Länge von etwa 30 cm und hat ein Wirkungsvolumen von ca. 10 bis 15 l.

Bei der Versuchsdurchführung wurden mit beiden Messköpfen an zehn Messpunkten (Einstechen oder Anlegen des Messkopfes an verschiedenen Punkten) 15 Einzelmessungen (ohne nochmaliges Einstechen oder Anlegen) vorgenommen. Somit konnte jeder Endwert einer Probe durch arithmetische Mittelung aus 150 Einzelwerten errechnet werden. Die Ergebnisse wurden auf einer dimensionslosen Skala von 0 bis 4.000 erfasst. Im Folgenden wird die Vorgehensweise bei der Versuchsdurchführung für beide Messköpfe beschrieben:

Einstechapplikator Moist Bio:

- Einfüllen des Probenmaterials (ca. 70-120 l) in einen konischen Plastikeimer mit folgenden Abmessungen: 510 mm am Boden, 590 mm in 350 mm Höhe, 660 mm in 820 mm Höhe (Behälterrand).
- Bildung eines kreisförmigen Messfeldes mit einem Durchmesser von etwa 20 cm. Zehn Messpunkte werden in mittlerer Höhe der Probenaufschüttung (ca. 20 cm) ausgewählt. An jedem Messpunkt werden 15 Einzelwerte gemessen.
- Elliptische Ausbreitung der Mikrowellen im Probenmaterial, horizontal beträgt der Radius mindestens 17 cm, vertikal ca. 20 cm.

Messsonde Moist 200:

- Einfüllen des Probenmaterials in einen durchsichtigen Kunststoff sack (80 l Fassungsvermögen). Nach zweimaligem Aufstoßen hatten die Säcke einen Durchmesser von ca. 35 bis 40 cm und eine Höhe von ca. 45 bis 50 cm.
- Anlegen des Sensors auf die Oberfläche des gefüllten Kunststoff sackes in mittlerer Höhe. (ohne Absetzen des Sensors) bei gleichmäßigem Anpressdruck.
- Erneutes Anlegen des Sensors in etwa 10 cm horizontalem Abstand vom vorigen Messpunkt und Durchführung von 15 Einzelmessungen. Nach Erfassung von 10 unterschiedlichen Messpunkten mit jeweils 15 Einzelmessungen wird aus allen Werten das arithmetische Mittel gebildet.
- Elliptische Ausbreitung der Mikrowellen im Probenmaterial, die Eindringtiefe beträgt horizontal mindestens 35 cm mit einem vertikalen Radius von mindestens 20 cm.

Jeder Einzelwert wird sofort auf dem Display des Handgerätes angezeigt, so kann eine Probe bei dieser Vorgehensweise innerhalb von etwa drei Minuten vermessen werden. Da die Probenmenge einen entscheidenden Einfluss auf das Messergebnis haben kann, wurden Messungen mit der Einstechlanze an Proben mit einem zu geringen Volumen (6 von 43) unterlassen.



Abb. 22: Bestimmung des Wassergehaltes nach dem Mikrowellenverfahren mit einem tragbaren Einstechapplikator (links) und einer Messsonde (rechts)

3.2.2.7 Time–Domain-Reflectometry-Verfahren (TDR)

Imko. Bestimmungen nach dem TDR-Verfahren wurden mit einem in einen Handkoffer integrierten Messgerät (445 × 295 × 180 mm, 6 kg) der Fa. Imko vom Typ TRIME-GMC durchgeführt. Das Probenmaterial wird in eine zylinderförmige Bechersonde mit einem Volumen von 464 cm³ gegeben. Zum Befüllen und Entleeren kann die Sonde aus dem Gerät entnommen werden. Entsprechend Abbildung 23 läuft an den Innenwänden des Bechergehäuses ein hochfrequenter Impuls (1 GHz) an einem Leiter entlang. Dieser baut ein konzentrisches elektromagnetisches Feld im Messgut auf und wird am oberen Rand des Zylinders vollständig reflektiert. Der Impuls kehrt nach der Reflektion zu seiner Quelle am unteren Ende des Zylinders zurück, wo dessen Laufzeit gemessen wird [63].



Abb. 23: TRIME-GMC Bechersonde mit Impulslauf (Fa. Imko)

Eine im Gerät integrierte Waage misst die Masse der Probe und bestimmt anhand des Behältervolumens die Schüttdichte der Probe. Aus Impulslaufzeit und Schüttdichte wird der Wassergehalt der Probe errechnet; das Ergebnis (inklusive Schüttdichte in g/cm³) kann innerhalb von ca. fünfzehn Sekunden auf dem LCD abgelesen werden. Die Stromversorgung erfolgt entweder über einen Akku oder einen Netzanschluss. Ist der Akku voll aufgeladen, können etwa 200 Messungen durchgeführt werden. Die Datenverarbeitung kann am PC über eine RS232/V24 Schnittstelle erfolgen. Zur Speicherung messgutspezifischer Kalibrierungen verwendet man auswechselbare EPROM-Stecker, diese werden vor der Messung am Gerät angeschlossen. Zur Befüllung der Bechersonde kann an deren oberen Rand eine Auffangrinne befestigt werden.

Für eine exakte Massenmessung wurde ein waagerechter (Justierung mittels einer im Gerät integrierten Libelle) und erschütterungsfreier Standort gewählt.

Vor Versuchsbeginn erfolgte täglich die Kalibrierung der Waage mit einem 500-g-Gewicht. Die Leermasse der Bechersonde wurde vor jeder Messung austariert. Um beim Befüllen der Sonde eine möglichst gleichmäßige Fülldicke zu erhalten, kann diese in einen Rüttler eingesetzt werden. Die Sonde wurde zunächst bis zur Hälfte gefüllt, in den Rüttler eingebracht und zehnmals aufgestoßen. Anschließend wurde die Sonde bis über den Becherrand hinaus befüllt und der Vorgang wiederholt. Daraufhin konnte das überstehende Material abgestrichen werden. Zur Datenaufbereitung wurde eine bereits bestehende Kalibrierung für "großes Granulat" verwendet, welche dem Gerät durch einen EPROM-Kalibrierstecker vorgegeben wurde. Wie bei anderen unkalibrierten Systemen wurden die Messwerte einer dimensionslosen Skala zugeordnet.

Jede Probe wurde mit drei verschiedenen Sondenfüllungen gemessen, wobei für jede Füllung (ohne Neufüllung) wiederum drei Messwerte bestimmt wurden. Jeder Proben-Endwert ist somit das arithmetische Mittel aus neun Einzelwerten (Zeitbedarf ca. 15 Minuten je Probe). Die im Gerät vermessene Probenmenge wurde vollständig, ohne weitere Probenteilung, zur Wassergehaltsbestimmung im Trockenschrank bei 105 °C (Referenzmethode) übernommen.

3.2.2.8 Leitfähigkeitsverfahren

Das Leitfähigkeitsverfahren wird vor allem bei der Schnellbestimmung des Wassergehaltes von Scheithölzern angewendet. Zwei Elektroden werden durch einen kräftigen Hieb in das Probenmaterial eingestochen. Die geprüfte Ramm-Elektrode ("Gann", Abb. 24) musste durch zusätzliches Klopfen mit einem integrierten Gewicht tiefer in den Scheit getrieben werden und ist aufgrund der größeren Eindringtiefe besonders für voluminöse Einzelproben geeignet. Der kapazitive Feuchtegeber ("Ahlborn-kapazitiv") dagegen wurde lediglich an den Scheit angelegt. Insgesamt wurden fünf Geräte bzw. Elektroden von drei verschiedenen Herstellern geprüft ("Ahlborn - kapazitiv", "Ahlborn - Leitfähigkeit", "Testo - elektrischer Widerstand", "Gann - Einschlag-Elektrode" und "Gann - Ramm-Elektrode"). Eine Zusammenstellung der im Versuch geprüften Messgeräte und deren Messbereiche gibt Tabelle 6. Da alle Prüfgeräte die Holzfeuchte (bezogen auf die Trockenmasse) anzeigen, wurden die Messwerte anhand Gleichung (4) auf den Wassergehalt (d. h. bezogen auf die Frischmasse) umgerechnet.

$$w = \frac{100 \cdot u}{100 + u} \quad (4)$$

Dabei ist

w : Wassergehalt in Prozent

u : Holzfeuchte in Prozent

Tabelle 6: Übersicht über die geprüften Messgeräte bei Scheithölzern

| Hersteller | Typ | Bezeichnung im Versuch | Messbereich ^a (%) | Elektrodenlänge (mm) | Messverfahren |
|-------------|--|---------------------------------|------------------------------|----------------------|---------------------------|
| Fa. Ahlborn | Almemo 2290-2 mit Sonde FH A696-MF | Ahlborn – kapazitiv | 0–33 | -- | kapazitiv |
| Fa. Ahlborn | Almemo 2290-2 mit Elektrode FH A636-MF | Ahlborn – Leitfähigkeit | 7–23 | 50 | elektrische Leitfähigkeit |
| Fa. Gann | Hydromette HT 85 T mit Elektrode M 20 | Gann – Einschlag-Elektrode | 4-50 | 23 | elektrische Leitfähigkeit |
| Fa. Gann | Hydromette HT 85 T mit Elektrode M 18 | Gann – Ramm-Elektrode | 4–50 | 60 | elektrische Leitfähigkeit |
| Fa. Testo | testo 606 | Testo – elektrischer Widerstand | 6–31 | 8 | elektrische Leitfähigkeit |

^a Wassergehalt nach Herstellerangaben

An jedem Scheit erfolgten fünf Messungen an verschiedenen Punkten, aus denen anschließend der Mittelwert gebildet wurde. In Abbildung 25 sind die gewählten Messpunkte am Scheit schematisch dargestellt. Nach den Messungen wurde der Wassergehalt des vollständigen Scheites gemäß Trockenschrankmethode bei 105 °C (Referenzverfahren) über einer Trocknungsdauer von mindestens vier Tagen bestimmt. Diese Mindesttrocknungsdauer war in Vorversuchen ermittelt worden (Kapitel 3.2.5.2).

Nebenversuche. Zur Einschätzung methodischer Fehlerquellen wurden zwei Einflussgrößen näher untersucht. Erstens wurde der Einfluss der *Scheitdicke bzw. des Scheitumfangs* und zweitens die Wirkung des *Ablesezeitpunkts* nachdem Einschlagen der Elektroden auf das Messergebnis geprüft.

Für die Bestimmung des Einflusses von Scheitdicke bzw. -umfang wurden zunächst die Wassergehalte von 20 Scheiten (längsseitig gevierteltes Stammholz, mittlerer Umfang: 32,1 cm), jeweils zehn Buchen- und zehn Fichtenscheite (vier lufttrocken, drei mitteltrocken, drei erntefrisch), an sechs Messpunkten mit allen fünf Messgeräten bestimmt ($n = 20 \times 6 = 120$). Anschließend wurden dieselben

Scheite längsseitig halbiert (1/8 Stammholz, mittlerer Umfang: 25,0 cm) und dann geviertelt (1/16 Stammholz, mittlerer Umfang: 20,4 cm), woraufhin die Wassergehalte der zerteilten Scheiteilstücke erneut ermittelt und mit den Ergebnissen der ganzen Scheite verglichen wurden.

Es wurde beobachtet, dass die Ablesewerte sich über die Zeit nicht konstant verhalten, daher wurde auch die Wirkung des Ablesezeitpunktes nach dem Einschlagen der Elektroden auf das Messergebnis getestet. Dabei wurden die Wassergehalte von jeweils fünf Buchen- und Fichtenscheiten (zwei lufttrocken, zwei mitteltrocken, einer ertefrisch) mit der Gann-Einschlag- und Ramm-Elektrode bestimmt. Die Messwerte an fünf Messpunkten wurden sofort (t_0) nach dem Einschlagen, 30 Sekunden ($t_{30\text{sek}}$) und 60 Sekunden ($t_{60\text{sek}}$) danach abgelesen und miteinander verglichen.

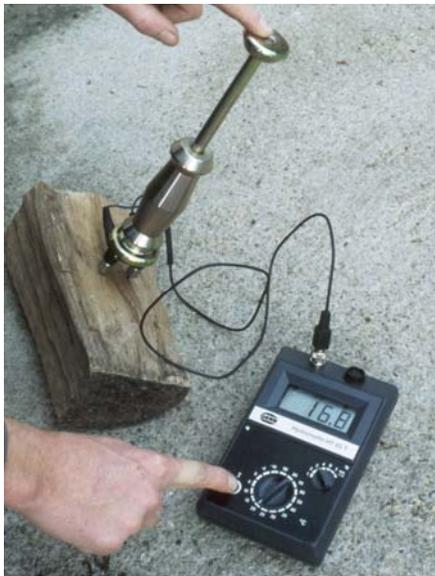


Abb. 24: Bestimmung des Wassergehaltes von Scheitholz nach dem Leitfähigkeitsverfahren mit einer Rammeelektrode (Fa. Gann)

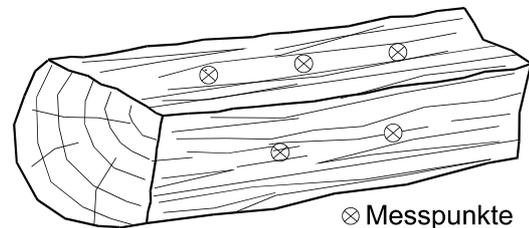


Abb. 25: Gewählte Messpunkte zur Wassergehaltsbestimmung am Holzstamm

3.2.2.9 Infrarotreflektionsverfahren

Mesa. Das hier geprüfte Messsystem (Typ Mesa MM 55) wird meistens für Online-Bestimmungen im laufenden Gutstrom eingesetzt und kann über eine serielle Schnittstelle an einen Drucker oder PC angeschlossen werden. Die Datenauswertung erfolgt mit Hilfe des Kalibrierprogrammes "Calcor". Je nach eingesetztem Filterrad ist es möglich, im Messkopf (181 × 188 × 284 mm) bis zu fünf verschiedene Wellenlängen zu selektieren. Nach Verlassen des Messkopfes bilden diese auf der Oberfläche des Messgutes ein kreisförmiges Feld (Lichtke-

gel) mit 10 bis 38 mm Durchmesser. In der Regel werden nur eine Mess- und zwei Referenzwellenlängen (eine über und eine unter der Messwellenlänge) verwendet. Außerdem geht stets ein Vergleichsstrahl in die Messwertbildung ein. Es besteht die Möglichkeit, den Abstand zwischen Messobjekt und Messkopf zwischen 150 und 350 mm zu variieren. Das System führt 30 Messungen pro Sekunde durch, deren Signale über komplexe Algorithmen im Mikroprozessor des Gerätes ausgewertet werden. Außerdem ist es möglich, bis zu 80 Kalibrierfunktionen, geeicht auf das jeweilige Messgut, anzuwählen. Das Ablesen der Messwerte erfolgt auf einem vierstelligen LCD.

Zur Simulation eines kontinuierlichen Materialflusses wurde ein spezieller Versuchsaufbau angefertigt. Wie in Abbildung 26 dargestellt wurde der Messkopf unter einer Tischplatte mit etwa 40 cm Abstand befestigt, wobei ein Distanzrohr einen konstanten Abstand vom Messkopf zum Messgut garantiert. In die Tischoberfläche befand sich eine viereckige Glasscheibe, worüber der mit Probenmaterial gefüllte Ring geschwenkt wurde.

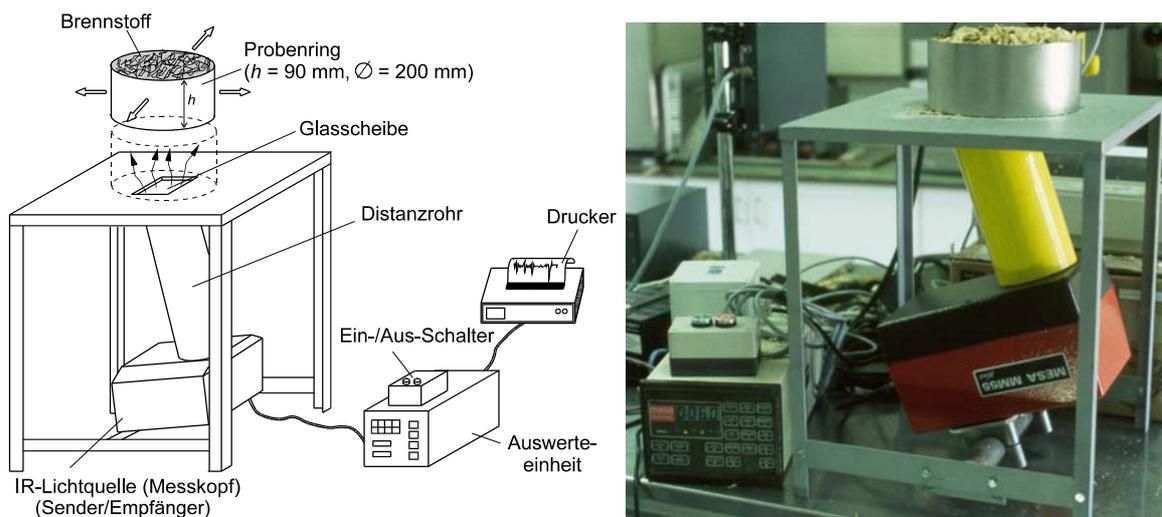


Abb. 26: Versuchsaufbau zur Bestimmung des Wassergehaltes durch Simulation eines Materialflusses für ein infrarot-reflektometrisches Verfahren (Mesa) [50]

Die verwendete Kalibrierung wurde ursprünglich für die Wassergehaltsbestimmung von Maishäckselgut erstellt; in diesem Versuch diente sie als dimensionslose Skala. Da die meisten Proben Wassergehalte von mehr als 10 % aufwiesen, erfolgten die Messungen ausschließlich bei einer Messwellenlänge von 1.450 nm. Der mit Material gefüllte Probenring wurde während der Messung in spiralförmigen Bewegungen (analog zur Vorgehensweise beim System Liebherr) über die Messfläche geführt. Nach einer Messdauer von 15 Sekunden konnte das Ergebnis auf einem Ausdruck abgelesen werden. Je Probe erfolgten sechs Wiederholungen. Bei einer Verarbeitung des Systems von 20 Einzelwer-

ten pro Sekunde und sechs Wiederholungen von je 15 Sekunden setzt sich der gemessene Endwert einer Probe aus 1.800 Einzelwerten zusammen. Die Erfassung der Werte einer Probe dauerte etwa fünf Minuten.

Pier. Dieses System wurde ebenso für Messungen im kontinuierlichen Gutstrom entwickelt; durch Montage des Messkopfes an einem höhenverstellbaren Stativ kann es auch als Labormessgerät verwendet werden. Im Gegensatz zum Versuchsaufbau für das Mesa-Gerät liegt das Probenmaterial während des Messvorgangs unter dem Messkopf (Abb. 27). Dadurch können Unregelmäßigkeiten beim Abstand von Messkopf zum Messgut (bei Grobhackgut bis zu ± 5 mm) und folglich Ungenauigkeiten im Ergebnis auftreten. Der Abstand zwischen der Unterkante des Messkopfes und dem Messgut sollte 240 ± 60 mm betragen.

Im Vergleich zum *Messkopf* der Fa. Mesa werden nur zwei Wellenlängen, ein Mess- und ein Referenzstrahl, eingesetzt (bis zu fünf bei Mesa). Das Filterrad ist leicht zugänglich und kann schnell gegen ein anderes ausgetauscht werden. Zur Messung höherer Feuchten wird ein Filterrad verwendet, welches als Messwellenlänge 1.455 nm und als Vergleichswellenlänge 1.296 nm selektiert. Dagegen wird zur Bestimmung niedrigerer Wassergehalte ein Filterrad mit 1.938 nm



Abb. 27: Bestimmung des Wassergehaltes durch Infrarotreflektionsverfahren (Fa. Pier)

Messwellenlänge (höhere Empfindlichkeit bei größerem Absorptionsmaximum, (Abb. 9) und 1.805 nm Vergleichswellenlänge eingesetzt. Bei der Ausrichtung des Messkopfes (Typ 24, $300 \times 225 \times 125$ mm) ist darauf zu achten, dass der Messlichtfleck einen Durchmesser von mindestens 50 mm hat und der Einfallswinkel der Lichtstrahlen 90° beträgt. Außerdem sollte bei Temperaturen über 35°C eine Rückwand mit Wasserkühlmantel verwendet werden. An der *Auswerteeinheit* (Messverstärker Typ SAD, $288 \times 288 \times 235$ mm) befinden sich Einstellpotentiometer für den Nullpunkt, Empfindlichkeit (Messbereichsende) und Dämpfung sowie eine digitale und analoge Messwertanzeige. Zusätzlich kann über einen vierpoligen Stecker ein weiteres Anzeigeelement, ein Schreiber oder ein Regler angeschlossen werden. Die Spannungsversorgung erfolgt

mit 230 VAC. Zusammenfassend weist dieses Messgerät im Vergleich zum System der Fa. Mesa drei wesentliche Unterschiede auf:

- geringere Anzahl und unterschiedliche Vergleichswellenlängen
- größere Schwankungen im Abstand zwischen Messgut und Messkopf
- einfachere Auswertelektronik

Vor der Versuchsdurchführung mussten Messbereichsanfang (Einstellknopf "Nullpunkt") und -ende (Einstellknopf "Empfindlichkeit") mit trockenem und feuchtem Messgut festgelegt werden. Zunächst wurde der Einstellknopf "Dämpfung" so justiert, dass die Messwertanzeige keine Unruhe zeigt, wenn sich Probenmaterial im Messlichtfleck befindet. Für die Findung des Nullpunktes wurde trockenes Messgut (Pappel-Mittelhackgut, ca. 7 % Wassergehalt, Probe 17c) unter den Lichtkegel gelegt und der Messbereichsanfang am Null-Potentiometer (Anzeige nahe Null) eingestellt. Am Einstellrad "Empfindlichkeit" wurde mit feuchtem Messgut (Pappel-Mittelhackgut, ca. 60 % Wassergehalt, Probe 17a) das Messbereichsende (Anzeige nahe 80) festgelegt. Da sich beide Potentiometer gegenseitig beeinflussen, musste die Einstellung mehrmals wiederholt werden. Für Messungen an Holzhackschnitzeln wurde schließlich das Null-Potentiometer auf 2,750 und das Empfindlichkeits-Potentiometer auf 2,585 Skalentteile eingestellt (für Gras: 2,750 und 0,970). Der mit Brennstoff gefüllte Probenring wurde spiralförmig über die Messfläche geführt, während zehn Messwerte auf dem Display abgelesen und protokolliert wurden. Nach drei Wiederholungen konnte aus 30 Einzelwerten ein Mittelwert errechnet werden. Die Durchführung der Messung dauerte je Probe etwa drei Minuten.

3.2.2.10 Luftfeuchte-Ausgleichsverfahren

Schaller. Zur Bestimmung nach dem Luftfeuchte-Ausgleichsverfahren wurde ein Luftfeuchte-Temperatur-Messgerät vom Typ Ugl verwendet, welches anhand der relativen Luftfeuchte, der Temperatur und den Sorptionsisothermen nach LOUGHBOROUGH [88], KEYLWERTH [70] und EISENMANN [41] die zu erwartende Feuchte einer Holzprobe errechnen kann (Kapitel 3.1.2.4). Die Sensoren zur Temperatur- und Luftfeuchtemessung befinden sich an einem von einer Plastikummantelung geschützten Messfühler. Die Algorithmen für die Holzfeuchteberechnung sind der Auswertelektronik vorgegeben und auf einem dreistelligen LCD kann die errechnete Holzfeuchte (Anzeigegenauigkeit: 0,1 %) abgelesen werden. Bei einer Außentemperatur von 5 bis 40 °C kann das Gerät die Holzfeuchte zwischen 2 und 16 % anzeigen; dies entspricht einem Wassergehalt von

2,0 bis 13,8 %. Die relative Luftfeuchte (0 bis 100 %) wird kapazitiv mit einer Genauigkeit von ± 2 Prozentpunkten gemessen, die Temperatur mit einer Abweichung von $\pm 0,5$ °C. Als Spannungsquelle dient eine 9-V-Batterie. Unbeabsichtigter Stromverbrauch wird durch eine Abschaltautomatik (Aktivierung nach ca. 90 Sekunden) verhindert. Das Luftfeuchte-Temperatur-Messgerät von Schaller ist mit 150 g Eigenmasse und den Maßen von $60 \times 120 \times 26$ mm sehr handlich und wurde für die Überwachung der Holzfeuchte in Lagern und in vorbereiteten Räumen zur Bodenverlegung entwickelt.



Abb. 28: Bestimmung des Wassergehaltes nach dem Luftfeuchte-Ausgleichsverfahren (Fa. Schaller)

Als Luftfeuchte-Ausgleichsbehälter diente ein Glas (Durchmesser: 70 mm, Höhe: 90 mm, Volumen: ca. 346 cm^3) mit einem Schraubverschluss: Dieser wurde zum Einführen des Messfühlers mit einem Loch versehen (Abb. 28). Die Abdichtung des Bohrlochs erfolgte mit einem Gummiring. Das Glas wurde komplett mit Probenmaterial befüllt, um möglichst schnell ein Feuchtgleichgewicht zwischen Brennstoff und Umgebungsluft herzustellen. Die Bestimmung der Holzfeuchte konnte frühestens nach 15 Minuten durchgeführt werden. War der Messwert innerhalb einer Minute nicht konstant, wurde weitere fünf bis zehn Minuten mit der Ablesung gewartet. Soweit der eingeschränkte Messbereich (bis 13,8 % Wassergehalt) eine Messung zuließ, erfolgten drei Wiederholungen. Die ermittelten Holzfeuchten wurden schließlich anhand Gleichung (4), Seite 42, in die entsprechenden Wassergehalte umgerechnet.

3.2.3 Versuchspläne

Wassergehaltsbestimmungen an Holzhackschnitzeln (Fichten-, Buchen- und Pappelhackgut) wurden mit 15 Messverfahren bei unterschiedlicher Anzahl von Wiederholungen durchgeführt (sechs Trocknungsverfahren, neun Schnellbestimmungsverfahren). Insgesamt wurde der Wassergehalt von 4.986 Proben ermittelt. Eine Übersicht über die geprüften Verfahren und die verwendeten Hackgutproben gibt Tabelle 7.

Tabelle 7: Versuchsplan zur (Schnell-)Bestimmung der Wassergehaltes von Holzhackgut

| Messverfahren | Anzahl Wdhl. je Probe | Anzahl Proben | Holzart (maximale Anzahl gemessener Proben) | | | Anzahl Messungen |
|---|-----------------------|---------------|---|--------------|--------------|------------------|
| | | | Fichte (21) | Buche (12) | Pappel (10) | |
| <i>Trocknungsverfahren:</i> | | | | | | |
| Trockenschrank 105 °C | 5 | 43 | 105 | 60 | 50 | 215 |
| Trockenschrank 80 °C | 5 | 42 | 100 | 60 | 50 | 210 |
| Gefriertrocknung | 1 | 12 | 7 | 3 | 2 | 12 |
| Mikrowellentrocknung - CEM | 5 | 8 | 20 | 10 | 10 | 40 |
| IR-Trocknung - Sartorius | 2-3 | 43 | 54 | 29 | 25 | 108 |
| IR-Trocknung - Ultra X | 2-3 | 43 | 54 | 30 | 26 | 110 |
| <i>Schnellbestimmungsverfahren für Einzelproben:</i> | | | | | | |
| Umgebungsfeuchte - Schaller | 3 | 15 | 24 | 12 | 9 | 45 |
| Mikrowelle - hf sensor (Lanze) | 10 | 37 | 180 | 90 | 100 | 370 |
| Mikrowelle - hf sensor (Sonde) | 10 | 43 | 210 | 120 | 100 | 430 |
| TDR - Imko | 3 | 85 | 144 | 66 | 45 | 255 |
| Kapazitiv - Pandis | 2-3 ^a | 37 | 53 | 24 | 24 | 101 |
| <i>Schnellbestimmungsverfahren für kontinuierlichen Gutstrom:</i> | | | | | | |
| Kapazitiv - Liebherr | 6 | 42 | 120 | 72 | 60 | 252 |
| Kapazitiv - Arnold | 30 | 43 | 630 | 360 | 300 | 1290 |
| IR-Reflexion - Mesa | 6 | 43 | 126 | 72 | 60 | 258 |
| IR-Reflexion - Pier ^b | 30 | 43 | 630 | 360 | 300 | 1290 |
| Gesamtanzahl | | | 2.457 | 1.368 | 1.161 | 4.986 |

^a Zwei Wiederholungen wurden durchgeführt bei Proben, deren Wassergehalt über dem Messbereich des Gerätes lagen (10 Proben), ansonsten wurden die Bestimmungen dreimal wiederholt (27 Proben)

^b die Messungen von zwei Pappelproben wurden wegen Unterschreitung des Messbereichs vor der Auswertung eliminiert

Die Wassergehalte von Scheithölzern (Fichte, Buche) wurden mit fünf Messgeräten von drei Herstellern bei jeweils fünf Wiederholungen je Scheit bestimmt. Dabei wurde ein kapazitives Gerät geprüft, während fünf Geräte die elektrische Leitfähigkeit bzw. den elektrischen Widerstand gemessen haben. Die Gesamtanzahl an Messungen betrug 1.375 (Tabelle 8).

Tabelle 8: Versuchsplan zur Schnellbestimmung der Wassergehaltes von Scheitholz

| Messverfahren | Anzahl Wdhl. je Probe | Anzahl Scheite | | Anzahl Messungen | | Gesamt- anzahl Mes- sungen |
|----------------------------|-----------------------------|----------------|-------|------------------|-------|-------------------------------------|
| | | Fichte | Buche | Fichte | Buche | |
| Ahlborn – kapazitiv | 5 | 30 | 25 | 150 | 125 | 275 |
| Ahlborn – Leitfähigkeit | 5 | 26 | 20 | 130 | 100 | 230 |
| Gann – Einschlag-Elektrode | 5 | 35 | 30 | 175 | 150 | 325 |
| Gann – Ramm-Elektrode | 5 | 34 | 30 | 170 | 150 | 320 |
| Testo – elektr. Widerstand | 5 | 26 | 19 | 130 | 95 | 225 |
| <i>Gesamtanzahl</i> | | | | 755 | 620 | 1.375 |

3.2.4 Datenauswertung

Einige Schnellbestimmungssysteme waren bereits vorkalibriert und konnten mit einer direkten Ablesung des berechneten Wassergehaltes oder der Holzfeuchte sofort eingesetzt werden (Infrarot- und Mikrowellentrocknung, "Kapazitiv-Pandis" sowie Luftfeuchteausgleichsverfahren). Andere Verfahren dagegen mussten individuell kalibriert werden, um für Biobrennstoffe einsatzbereit zu sein (Mikrowellen-, TDR-, IR-Reflektometrie-Mesa/Pier, kapazitive Arnold/Liebherr-Verfahren). Die Kalibrierung erfolgte jeweils anhand einer linearen Regression (Abb. 29), in welcher der Wassergehalt w – nach Referenzmethode, d. h. Trockenschrank bei 105 °C – als Funktion der dimensionslosen Anzeige des Messgerätes berechnet wurde.

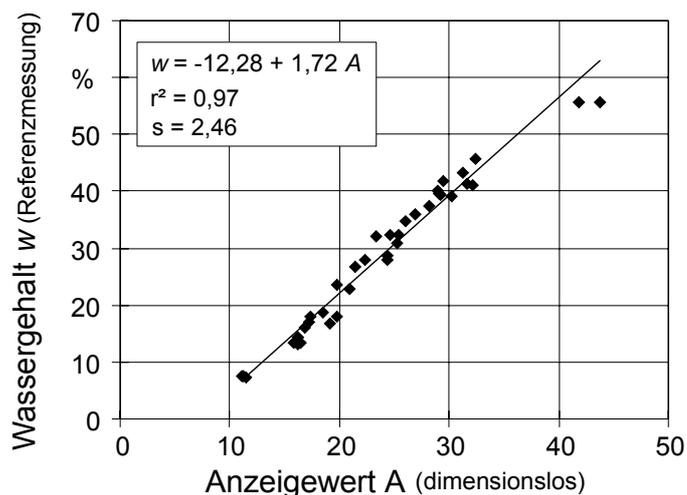


Abb. 29: Beispiel für eine eindimensionale Kalibrierfunktion (hier: IR-reflektometrisches System "Mesa") mit Regressionsgleichung, Bestimmtheitsmaß r^2 und Standardfehler s ($n = 43$) [5]

Da die Schüttdichte bei einigen Verfahren die Höhe des Messwertes beeinflusst, erfolgte für jede Probe eine Bestimmung der Schüttdichte. Hierfür wurde ein zylinderförmiger Stahlbehälter mit einem Volumen von 56,15 l nach ASAE-Norm [1] verwendet (Kapitel 5). Anhand multipler Regressionsanalysen ($\alpha = 5\%$) konnte bei verschiedenen Geräten (für Mikrowellen-, TDR- und ka-

pazitive Arnold/Liebherr-Verfahren) ein signifikanter Einfluss der Schüttdichte nachgewiesen werden. Folglich wurde dieser Parameter in die Kalibrierfunktion eingebracht (Abb. 30).

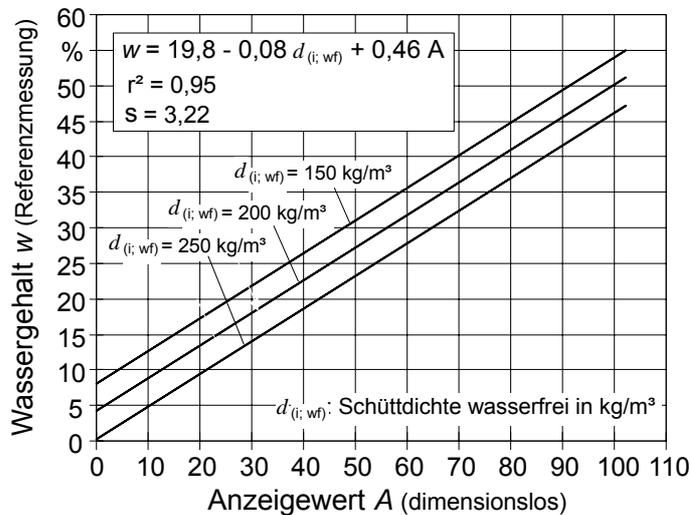


Abb. 30: Zweidimensionale Kalibrierfunktion (Beispiel hier: kapazitive Methode "Arnold"), mit Regressionsgleichung, Bestimmtheitsmaß r^2 und Standardfehler s (4,2 % der Gesamtstreuung können hier durch die Variable $d_{(i; wf)}$ erklärt werden) [50]

Kalibrierungen mit so vielen Wertepaaren, wie in Abbildung 29 ($n = 43$), sind in der Praxis zu aufwändig. Daher wurden für sechs Messverfahren (Mikrowellen-, TDR, IR-Reflektometrie-Mesa/Pier, kapazitive Arnold/Liebherr-Verfahren) Kalibriermodelle mit weniger Wertepaaren simuliert und miteinander verglichen. Für jedes Messverfahren wurden fünf Wertepaare ("Kalibrierwerte") zufällig aus der Datenbasis ausgewählt und anhand von linearen Re-

gressionsanalysen Kalibriermodelle entworfen. Um durchschnittliche statistische Kenndaten als Mittelwerte zu gewinnen, wurden für die genannten Messverfahren jeweils fünf Modelle simuliert. In Abbildung 31 ist ein Beispiel für eine derartige Kalibriergerade dargestellt. Die Auswahl der Wertepaare erfolgte zufällig mit jeweils zwei Messwerten aus dem unteren Feuchtebereich ($w < 20 \%$), einem Messwert aus dem mittleren Bereich ($20 \% < w < 35 \%$) und zwei Werten aus dem Hochfeuchtebereich ($w > 35 \%$). Nach der Berechnung einer Kalibriergerade aus den fünf "Kalibrierwerten" wurden die übrigen Messwerte ("Praxis-Messwerte", hier: 37) in die Regressionsgleichung eingesetzt. Somit können Wassergehalte berechnet werden, welche das Gerät anzeigen würde, wenn die Kalibrierung, wie praxisüblich, lediglich anhand von fünf "Kalibrierwerten" durchgeführt wird.

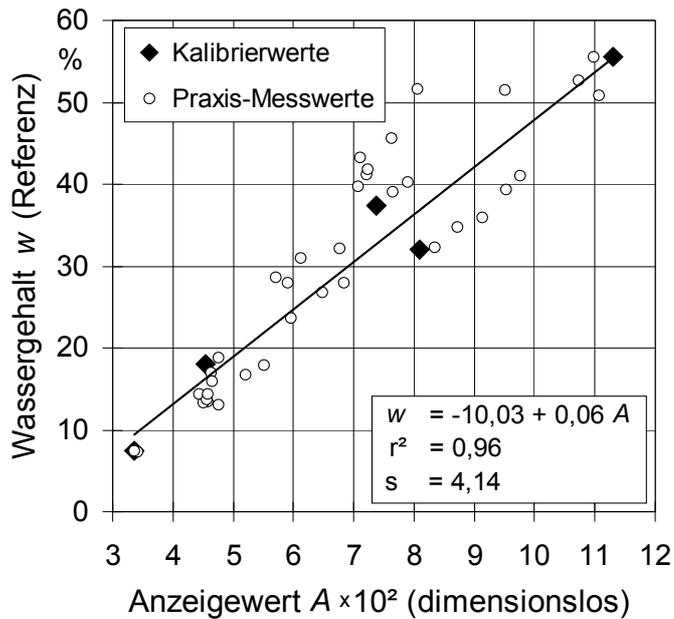


Abb. 31: Beispiel für eine eindimensionale Kalibrierfunktion (hier: kapazitives System "Liebherr") mit fünf zufällig ausgewählten Wertepaaren aus drei Feuchtebereichen (Kalibrierwerte). Praxiswerte: Verteilung von 37 Messwerten um die errechnete Kalibrierfunktion

Die Messdaten wurden mit den Programmen Excel, Axum und SPSS verarbeitet und ausgewertet. Zum Vergleich der absoluten Abweichungen der Messwerte von den Referenzwerten wurde die Darstellung von Boxplots gewählt. 50 % der Werte einer Datenreihe werden hier von einem Kasten ("Box") eingerahmt, wobei die oberen und unteren Enden der Box vom 25. und 75. Perzentil begrenzt werden (Abb. 35, Seite 58). Vorteil dieser Darstellung, im Vergleich zum Min-Max-Diagramm, ist die zusätzliche Information über die Verteilung der Quartilen.

3.2.5 Vorversuche

3.2.5.1 Temperaturkontrolle in den Trockenschränken

Da die Trockenschrankmethode (bei 105 °C) als Referenzverfahren gewählt worden war, musste dieses Verfahren einer besonderen Qualitätsüberprüfung unterzogen werden. Zunächst wurde kontrolliert, ob die Reglereinstellungen am Trockenschrank (Sollwert von 80 bzw. 105 °C) mit der Temperaturanzeige am Schrank (Nennwert) und der tatsächlichen Temperatur an der Probe (Istwert) übereinstimmen. Außerdem erfolgte eine Erfassung der Temperaturverteilung im Schrank. Temperaturunterschiede am Probenmaterial können vielfältige Ursachen haben und werden unter anderem von folgenden Faktoren verursacht:

- Struktur, Wassergehalt und Menge des Trocknungsgutes
- Material, Anzahl, Verteilung und Form der Probenschalen
- Schichthöhe in den Probenschalen

- Anordnung der Fachböden
- Luftführung im Trockenschrank
- Altersbedingter Verschleiß des Schrankes (z. B. Dichtigkeit, Verschmutzung der Luftkanäle)

Zur Feststellung der Temperaturverteilung in den drei verwendeten Schränken wurden zwölf Probenschalen zu etwa einem Drittel mit Holzhackschnitzeln befüllt und gleichmäßig über die Fachböden verteilt. Thermoelemente (Philips Typ CI 6 S 1000 und CI 6 S 500) wurden mit etwa 10 mm Abstand vom Probengut befestigt und anhand eines 30-Kanal-Punktdruckers (Fa. Philips, Typ PM 8237 A) konnte der Temperaturverlauf an den einzelnen Messpunkten auf Millimeterpapier aufgezeichnet werden.

Die Ergebnisse lieferten die notwendigen Anhaltspunkte, welche Reglereinstellungen zu einer Einhaltung der geforderten Isttemperaturen am Probengut führen. In den oberen und unteren Fachböden wurden Abweichungen von ± 4 °C gemessen, wobei die höchsten Temperaturen im unteren Bereich des Trockenschrankes auftraten. Aus diesem Grund wurden im Versuch bei der Wassergehaltsbestimmung nur die mittleren Fachböden verwendet. In diesem Bereich konnte eine weitgehend homogene Temperaturverteilung mit folgenden Werten nachgewiesen werden: zwei Drittel aller Messwerte waren zwischen 104 und 106 °C (bei 105 °C Zieltemperatur). Für Trocknungstemperaturen von 80 °C lagen 90 % der gemessenen Werte in einem Bereich von 78 bis 81 °C.

3.2.5.2 Ermittlung der Trocknungsdauer von Scheithölzern im Trockenschrank

Scheithölzer haben eine andersartige Geometrie und sind in der Regel größer dimensioniert (vor allem Umfang und Länge) als andere Festbrennstoffe. Für die Wassergehaltsbestimmung im Trockenschrank sind daher wesentlich längere Trocknungszeiten erforderlich, wenn keine Zerkleinerung der Probe erfolgen soll. Aufgrund der größeren Abmessungen verzögert sich zum einen die Aufheizung im Probeninneren und zum anderen muss das an die Oberfläche diffundierende Wasser längere Wegstrecken zurücklegen.

Da bislang keine Erfahrungen für die Darr-Trocknung ganzer Scheite vorlagen, wurden in weiteren Vorversuchen die erforderlichen Mindesttrocknungszeiten bei 80 bzw. 105 °C festgestellt. Die Bestimmung der Massenkonstanz erfolgte nach DIN 51 718 [26]. Es wurden formtypische, erntefrische Buchen-, Fichten-

und Pappelscheite (mittlerer Umfang: 34,9 cm; mittlere Länge: 32,7 cm) getrocknet, wobei der eingetretene Massenverlust alle 24 Stunden gemessen wurde. Die entsprechenden Trocknungsverläufe sind in Abbildung 32 dargestellt. Demnach trocknet Pappelholz wesentlich langsamer als Buchen- und Fichtenholz. Bei einer Trocknungstemperatur von 105 °C stellte sich die Massenkonzanz bei Fichten- und Buchenholzscheiten nach 96 Stunden (vier Tage), bei Pappelholzscheiten dagegen erst nach 168 Stunden (sieben Tage) ein. Eine Herabsetzung der Trocknungstemperatur auf 80 °C verlängert die Trocknungsdauer vor allem für Pappelholz erheblich. Wenn auch bei einer Trocknungstemperatur von 80 °C die Vorgabe nach DIN 51 718 zur Massenkonzanz (innerhalb von 30 Minuten weniger als 0,05 % Masseverlust) angewendet wird, würde sich die Trocknungsdauer bei Fichte und Buche um einen Tag, bei Pappel um weitere drei Tage (insgesamt zehn Tage) verlängern. Bei fortschreitender Trocknung wurden weitere Masseverluste – vor allem bei Buche und Pappel – beobachtet, was vermutlich auf die Ausgasung von leicht flüchtigen Extraktstoffen während der wesentlich längeren Trocknungsdauer zurückzuführen ist.

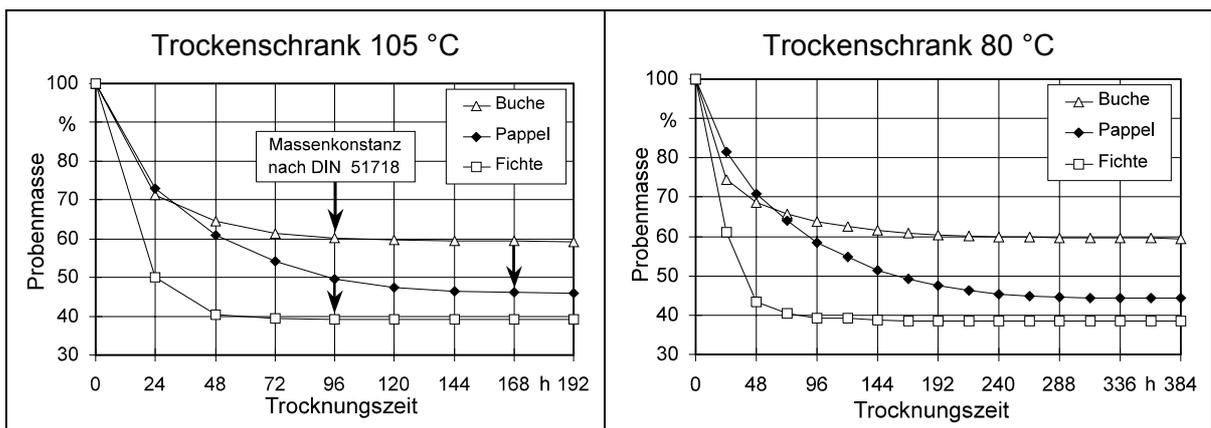


Abb. 32: Trocknungsverlauf von erntefrischem Scheitholz bei 105 °C und 80 °C. Mittlerer Scheitumfang: 34,9 cm, mittlere Scheitlänge: 32,7 cm

3.2.5.3 Ermittlung der Trocknungsdauer von Holzhackschnitzeln im Trockenschrank

Erfahrungen zur Wassergehaltsbestimmung von Holzhackschnitzeln im Trockenschrank lagen bereits aus früheren Messreihen vor; auf eine detaillierte Bestimmung des Trocknungsverlaufs mit festgelegten Zeitintervallen wurde daher verzichtet. Zur Überprüfung der Trocknungszeiten wurden dennoch Vorversuche mit erntefrischem Buchen- und Fichten-Mittelhackgut bei 105 und 80 °C Trocknungstemperatur durchgeführt. Bei der Vorgehensweise nach DIN 51 718 [26] mit einer Trocknungstemperatur von 105 °C ist für Buchenhackgut eine Trock-

nungszeit von ca. 20 h ausreichend, während Fichtenhackschnitzel infolge der höheren Feuchte 24 h im Trockenschrank bleiben sollten. Bei Absenkung der Temperatur auf 80 °C und Anwendung der DIN-Vorgabe zur Massenkonstanz (innerhalb von 30 Minuten weniger als 0,05 % Masseverlust), verlängert sich die Trocknungszeit bei Buchenholz um lediglich 2 h (auf 22 h) und bei Fichtenholz auf maximal 43 h. Für Grobhackgut wurden ähnliche Trocknungszeiten angenommen; zwar müssen hier die ausgasenden Verbindungen teilweise längere Strecken aus dem Teilcheninneren zurücklegen, allerdings ist infolge von größeren Hohlräumen zwischen den Teilchen auch mit einem schnelleren Abtransport der Feuchte zu rechnen. Aufgrund dieser Erkenntnisse wurden in der vorliegenden Arbeit für Bestimmungen bei 105 °C eine minimale Trocknungszeit von 36 h und für 80 °C eine minimale Dauer von 48 h festgelegt.

3.2.5.4 Ermittlung von Geräteeinstellungen für die Infrarottrockner

Vor der Bestimmung des Wassergehaltes mittels Infrarottrocknung sind zur Gewinnung reproduzierbarer und möglichst genauer Messwerte diverse Einstellungen am Messgerät vorzunehmen. Die Wahl einer an das Trocknungsgut angepassten Temperatur bzw. Strahlerleistung sowie die Sensitivität des Abschaltmechanismus sind dabei entscheidende Parameter. Eine hohe Trocknungstemperatur führt zu kurzen Trocknungszeiten. Allerdings besteht bei zu hohen Temperaturen die Gefahr, dass Nicht-Wasser-Bestandteile aus dem Probenmaterial entweichen und Zersetzungen organischer Substanz oder gar Verbrennungen auftreten. Dann ist eine Massenkonstanz kaum feststellbar, folglich reagiert die Abschaltautomatik zu spät oder gar nicht.

Anhand des Verlaufs einer Trocknungskurve können auftretende Masseverluste grafisch dargestellt werden. Nur wenn die Trocknungsverlaufskurve in eine annähernd horizontale Linie übergeht, ist die Ausgasung größerer Nicht-Wassermengen auszuschließen (Beispiel Abb. 34). Da in der Praxis häufig eine schnelle Messung gefordert wird, ist die Wahl der höchstmöglichen materialspezifischen Trocknungstemperatur sinnvoll.

Wurde eine Trocknungstemperatur gewählt, sind Parameter zur Aktivierung des Abschaltmechanismus festzulegen. Das Ausschalten des Gerätes kann entweder nach einer vorgegebenen Trocknungszeit (Fa. Sartorius) oder, wenn der Massenverlust innerhalb eines gewählten Zeitraumes einen bestimmten Wert unterschreitet (Fa. Ultra-X), ausgelöst werden. Eine weitere Variante bietet das Gerät MA 30 der Fa. Sartorius. Hier beendet ein vollautomatischer Abschaltme-

chanismus selbständig die Messung, sobald das Wägesystem keine relevanten Massenveränderungen (in Relation zur bisherigen Massenabnahme) pro Zeiteinheit feststellt. Dabei wird der Effekt ausgenutzt, dass mit fortschreitender Trocknungsdauer der Massenverlust pro Zeiteinheit stetig abnimmt und gegen Null geht, sobald die Probe keine Feuchte mehr enthält [102]. Eine Überprüfung der gewählten Einstellungen muss auch hier anhand einer Trocknungsverlaufskurve erfolgen. Bei geeignetem Trocknungsgut und einer korrekten Einstellung der Geräteparameter fällt die Kurve nach einer kurzen Aufheizungsphase verhältnismäßig stark ab, um anschließend in eine annähernd horizontale Linie überzugehen. Der Abschaltmechanismus sollte erst bei einem annähernd horizontalem Kurvenverlauf aktiviert werden (Abb. 34).

Zur Ermittlung der optimalen Geräteeinstellungen wurden bei beiden Infrarottrocknern Vorversuche mit lufttrockenem Feinhackgut (Fichte) bei unterschiedlichen Temperaturen (Sartorius) bzw. Strahlerleistungen (Ultra-X) durchgeführt. Beim Gerät der Fa. Sartorius konnte der vollautomatische Abschaltmechanismus genutzt werden. In 5-°C-Schritten wurde der Temperaturbereich von 80 bis 130 °C untersucht. Für den Ultra-X-Trockner wurden die Abschaltparameter nach einer Empfehlung des Herstellers so gewählt, dass das Gerät bei einem Massenverlust von weniger als 32 mg innerhalb von 20 Sekunden die Messung beendet. Die Leistungseinstellungen der Strahler wurden in 5-%-Abstufungen zwischen 35 und 85 % variiert. Alle Messungen erfolgten mit jeweils zwei Wiederholungen.

Gemäß Abbildung 33 verkürzt sich bei beiden Geräten mit steigender Trocknungstemperatur die Trocknungszeit erheblich, während sich der gemessene Wassergehalt erhöht (alle Zusammenhänge sind hochsignifikant). Beim Sartorius-Trockner verkürzt sich die Trocknungszeit bei einer Erhöhung der Temperatur um 5 K durchschnittlich um 1,1 Minuten; im betrachteten Temperaturbereich halbiert sich die Trocknungsdauer. Beim Ultra-X-Gerät ist dieser Unterschied nicht so groß. Bei einer Erhöhung der Trocknungsleistung um 5 % verkürzt sich im Mittel die Trocknungszeit um 0,6 Minuten; im geprüften Leistungsbereich wurde eine Zeitreduzierung von 14,3 auf 8,5 Minuten beobachtet.

Selbst bei hohen Temperaturen konnte bei keiner der Proben Verbrennungen oder Zersetzungen beobachtet werden. Die Anhebung der Temperatur ist zwar hochsignifikant mit höheren Messwerten verbunden, jedoch auf niedrigem Niveau (0,10 Prozentpunkte im Mittel für das Sartorius-Gerät bei einer Erhöhung um 5 K und 0,13 Prozentpunkte für das Ultra-X-Gerät bei einer Leistungssteigerung um 5 %). Wird allerdings der gesamte geprüfte Temperaturbereich betrach-

tet, ist beim Sartorius-Gerät bei 130 °C ein um 1,0 Prozentpunkte höherer Wassergehalt als bei 80 °C festzustellen; beim Ultra-X-Trockner wurde bei der höchsten Leistungsstufe sogar ein um 1,3 Prozentpunkte höherer Wert als bei der niedrigsten Einstellung beobachtet.

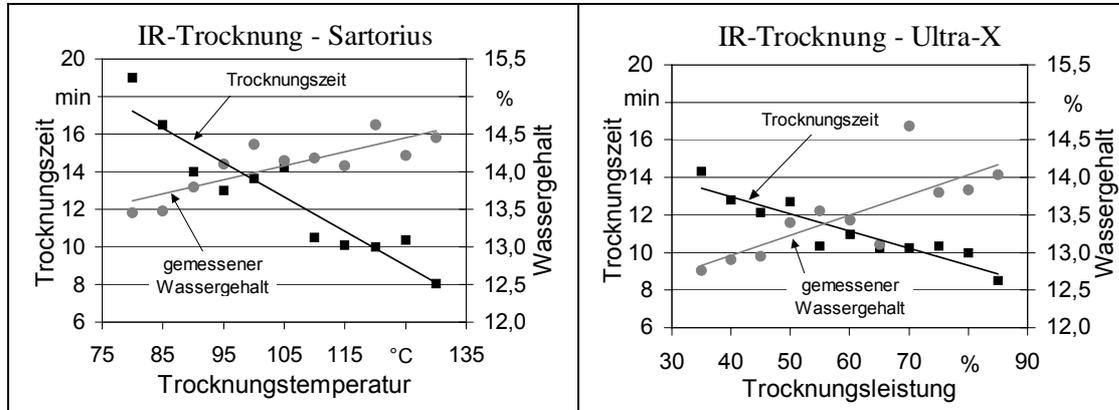


Abb. 33: Trocknungsdauer und gemessener Wassergehalt von luftgetrocknetem Feinhackgut (Fichte) bei zwei IR-Trocknern (links: Fa. Sartorius, Typ MA 30; rechts: Fa. Ultra-X, Typ UX 2081)

Aufgrund dieser Ergebnisse und unter Berücksichtigung der nach DIN 51 718 [26] geforderten Trocknungstemperatur von (106 ± 2) °C wurde für die durchgeführten Versuche beim Sartorius-Trockner eine Temperatur von 105 °C und beim Ultra-X-Trockner eine Leistung von 60 % gewählt (nach Rücksprache mit dem Hersteller stellt sich bei dieser Leistung eine Temperatur von ca. 100 °C am Probengut ein). Bei beiden Geräten unterscheiden sich die gemessenen Wassergehalte in einem Temperatur- bzw. Leistungsbereich von 105 ± 10 °C bzw. 60 ± 10 % kaum (Abb. 33). Diese Einstellungen wurden als Kompromiss zur Minimierung von Verlusten an flüchtigen Nicht-Wasser-Substanzen bei gleichzeitiger Optimierung der Trocknungszeit angesehen.

Anschließend wurden diese Einstellungsparameter anhand von Trocknungsverlaufskurven für erntefrisches Feinhackgut (Fichte) und Baumrinde (Lärche) überprüft. Dazu wurden während des Trocknungsvorgangs alle 15 Sekunden die aktuellen Probenmassen protokolliert. Nach dem automatischen Abschalten der Geräte wurde der Abschaltmechanismus deaktiviert und die Messungen wurden fortgesetzt. Werden in dieser Phase deutliche Massenverluste festgestellt, ist davon auszugehen, dass die Trocknungstemperatur zu hoch gewählt, die Parameter der Abschaltautomatik zu fein eingestellt oder das Material ungeeignet ist. Geht die Verlaufskurve nach dem Abschalten des Gerätes annähernd in eine horizontale Gerade über, so kann Massenkonstanz angenommen werden.

Nach Abbildung 34 benötigt frische Rinde eine deutlich längere Trocknungszeit als Holzhackschnitzel. Der flachere Verlauf der Trocknungskurve für Rinde ist vermutlich auf höhere Gehalte an etherischen Ölen und Harzgehalte zurückzuführen, welche einem andersartigen Chemismus unterliegen. Im Sartorius-Trockner werden flüchtige Bestandteile bei beiden Brennstoffen nach einer kurzen Aufheizungsphase relativ schnell aus dem Probenmaterial ausgetrieben (steiler Kurvenverlauf nach etwa 3 Minuten), während im Ultra-X-Trockner für Rinde die Massenabnahme pro Zeiteinheit in dieser Phase geringer ist. Eine annähernde Massenkonstanz konnte für drei der vier Trocknungsverlaufskurven festgestellt werden, das heißt der Trocknungsvorgang ist abgeschlossen; lediglich bei der Rindentrocknung im Ultra-X-Gerät konnten nach dem Abschalten noch Masseverluste bis zu 1,6 Prozentpunkte beobachtet werden. Letztendlich wurden aber in beiden Geräten ähnliche Wassergehalte ermittelt.

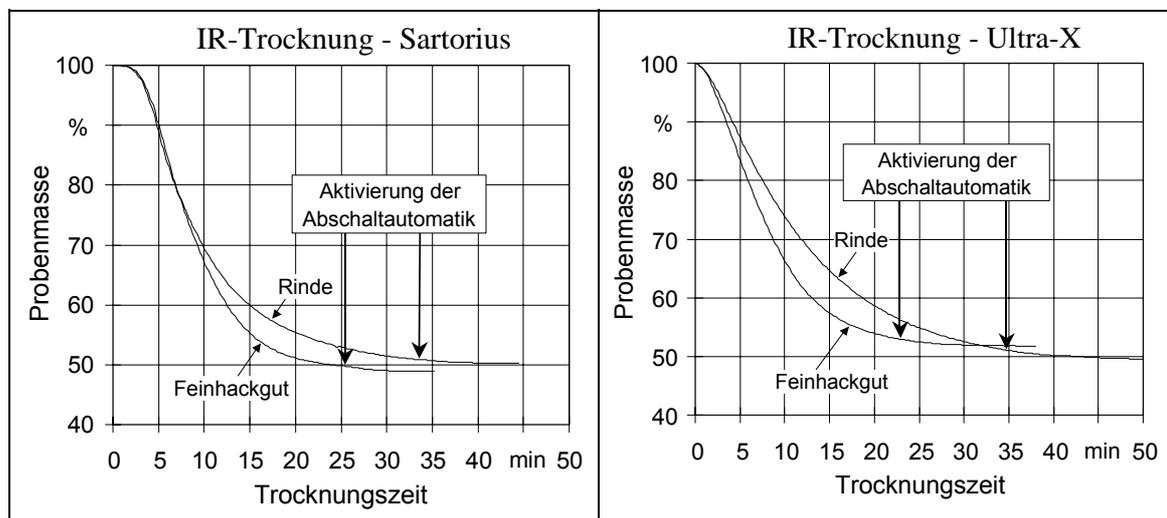


Abb. 34: Trocknungsverlauf von erntefrischem Feinhackgut (Fichte) und Rinde (Lärche) bei zwei IR-Trocknern (links: Fa. Sartorius, Typ MA 30; rechts: Fa. Ultra-X, Typ UX 2081)

3.3 Ergebnisse und Diskussion

3.3.1 Messungen mit Holzhackschnitzeln

Erwartungsgemäß wird sowohl bei 80 °C Trocknungstemperatur als auch bei der Gefriertrocknung durchschnittlich ein um 0,6 bzw. 0,4 Prozentpunkte niedriger Wassergehalt als beim Referenzverfahren (Trockenschrank 105 °C) gemessen. Bei einer Nachtrocknung der gefriergetrockneten Proben im Trockenschrank bei 105 °C wurden durchschnittliche Masseverluste von zusätzlichen

0,5 Prozentpunkten festgestellt. Dies entspricht ziemlich genau der oben genannten Abweichung. Überraschend kommt es aber ebenso bei der Mikrowellen- und Infrarot-Trocknung im Median zu Abweichungen nach unten. Offenbar ist auch bei diesen Verfahren nicht mit einer erhöhten Freisetzung flüchtiger Bestandteile aus der Holz trockenmasse zu rechnen, da die Einwirkdauer hoher Temperaturen im Trocknungsgut sehr viel kürzer ist. Allerdings ist die Streubreite gerade bei den IR-Trocknern deutlich höher, was vermutlich auch auf die geringe und damit wenig repräsentative Probenmenge von maximal 12 g (Sartorius) bzw. 60 g (Ultra-X) zurückzuführen ist.

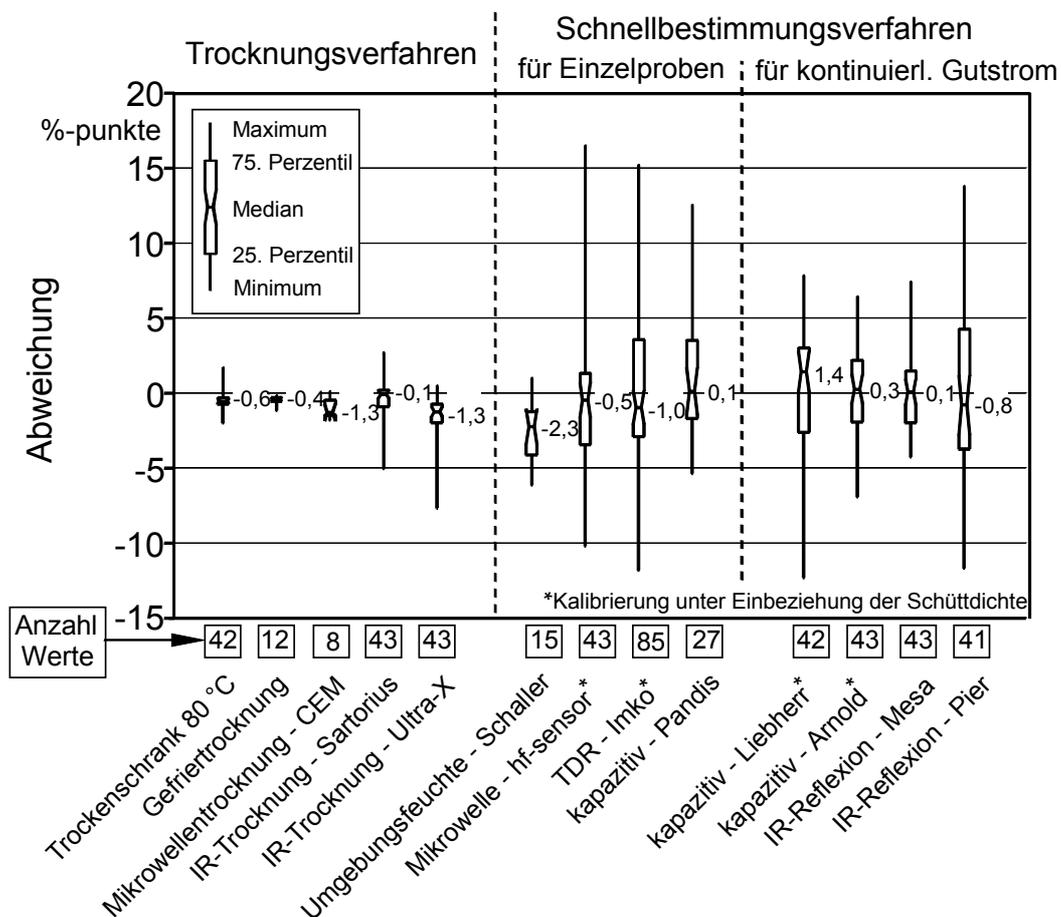


Abb. 35: Abweichungen der Einzelmessungen des Wassergehaltes (bezogen auf die Gesamtmasse) von Holzhackschnitzeln gegenüber dem Referenzverfahren (Trockenschrank bei 105 °C)

Die absolute Höhe der mittleren Abweichung gegenüber der Referenzmethode (105 °C) ist bei den verschiedenen Trocknungsverfahren relativ gering. Ähnliches gilt ebenso für die Amplitude der Messwerte, die dagegen bei den meisten Schnellbestimmungsverfahren relativ groß ist (Abb. 35). Die Mediane der mittleren Abweichungen liegen allerdings auch hier lediglich bei -2,3 bis +1,4 Wassergehalts-Prozentpunkten. Auffallend gute Ergebnisse liefert das Infrarot-Reflexionsverfahren ("Mesa"), wobei es offenbar auch auf die gerätetechnische

Ausführung ankommt, die sich bei Mesa deutlich von der Ausführung bei Pier unterscheidet (Anzahl und Art der verwendeten Wellenlängen, Empfindlichkeit des Detektors, Verwendung von Vergleichsstrahlen, verrechnete Anzahl von Messwerten pro Sekunde etc.).

Eine ähnlich günstige Aussage kann bei der kapazitiven Messmethode für das Arnold-Gerät getroffen werden. Der Vergleich zu anderen kapazitiven Methoden – wie dem Pandis-Messbehälter – ist allerdings problematisch, da dieser vom Hersteller speziell für Messungen an Holzhackschnitzeln vorkalibriert worden war und somit im Versuchsablauf nicht an die vorliegende Brennstoffbasis, das heißt z. B. an die unterschiedlichen Schüttdichten, angepasst werden konnte. Auch die Ergebnisse der übrigen kapazitiven und IR-reflektometrisch arbeitenden Geräten müssen vorsichtig interpretiert werden. Sie wurden für einen kontinuierlichen Gutstrom entwickelt, der hier lediglich durch einen entsprechenden Versuchsaufbau (Schwenken der Schüttgutproben über oder unter dem Messkopf, Abb. 19 und Abb. 26) nachempfunden werden konnte. Stationäre Labor- oder Vor-Ort-Schnelltestanwendungen sind allerdings – nicht zuletzt aufgrund der hier vorgestellten Ergebnisse – technisch leicht realisierbar und sinnvoll.

Anders als die vorgenannten Geräte ist das Umgebungsfeuchte-Messverfahren für die meisten Biobrennstoffe nicht einsetzbar, obgleich die Messgenauigkeit im Versuch vergleichsweise hoch war. Der Messbereich des Verfahrens reicht aber lediglich bis 14 % Wassergehalt und kommt somit lediglich für die Prüfung von Pellets in Frage.

3.3.1.1 Korrelation mit der Referenzmethode

Um neben den in Abbildung 35 dargestellten Abweichungen weitere Beurteilungskriterien zu erhalten, wurden lineare Regressionsanalysen zwischen den Messwerten der geprüften Bestimmungsverfahren (nach der Kalibrierung) und den Referenzmessungen durchgeführt. Daraus ergeben sich die in Tabelle 9 zusammengestellten statistischen Kenndaten. Neben dem Bestimmtheitsmaß und dem Standardfehler lassen sich auch die Nähe des Ordinatenschnittpunktes zum Nullpunkt und die Abweichung von der idealen Geradensteigung 1,0 als Bewertungskriterien heranziehen.

Die Berechnungen zeigen abermals Genauigkeitsvorteile für die trocknenden Verfahren und auch für die oben genannten kontinuierlichen Messverfahren (vor allem "Mesa" und "Arnold"). Außerdem zeigt sich, dass ein hohes Bestimm-

heitsmaß und ein niedriger Standardfehler in der Regel mit geringen Abweichungen des Ordinaten Schnittpunktes zum Nullpunkt und der Geradensteigung zum Idealwert 1,0 einhergeht (vergleiche Tabelle 9).

Bei weitergehenden Betrachtungen der Einzelergebnisse geht überdies hervor, dass mit zunehmendem Wassergehalt die Genauigkeit der Messungen in absoluten Größeneinheiten abnimmt, d. h. die Residuen werden mit steigenden Wassergehalten größer (heteroskedastische Fehlerschwankungen). Die in Abbildung 35 dargestellten Extremwerte wurden vor allem im Hochfeuchtebereich ab 35 % Wassergehalt (w) gemessen; sie gingen dagegen im Niedrigfeuchtebereich (bis $w = 20$ %) häufig nicht über ± 2 Prozentpunkte hinaus (Residuenplots mit den standardisierten Werten $\hat{\epsilon}_i/s_i$ im Anhang Abb. A1 bis Abb. A5).

Tabelle 9: Statistische Kennzahlen aus der Regressionsanalyse für Holzhackgut

| Messverfahren | Messbereich (%) ^b | Bestimmtheitsmaß | Standardfehler (%-punkt) | Ordinaten-Schnittpunkt | Geradensteigung |
|---|------------------------------|------------------|--------------------------|------------------------|-----------------|
| <i>Trocknungsverfahren:</i> | | | | | |
| Trockenschrank 80 °C | 0-100 | 0,998 | 0,59 | -0,62 | 1,01 |
| Gefriertrocknung | 0-100 | 1,000 | 0,22 | -0,70 | 1,01 |
| Mikrowellentrocknung – CEM | 0-100 | 0,999 | 0,60 | -1,46 | 1,02 |
| IR-Trocknung – Sartorius | 0-100 | 0,990 | 1,46 | -0,14 | 0,99 |
| IR-Trocknung – Ultra-X | 0-100 | 0,992 | 1,28 | -0,86 | 0,98 |
| <i>Schnellbestimmungsverfahren für Einzelproben:</i> | | | | | |
| Umgebungsfeuchte– Schaller | 2-14 | 0,883 | 0,66 | 5,13 | 0,45 |
| Mikrowelle – hf-sensor ^a | 0-100 | 0,873 | 4,86 | 3,83 | 0,87 |
| TDR – Imko ^a | 2- ~45 | 0,751 | 4,85 | 5,95 | 0,75 |
| kapazitiv – Pandis | 0-55 | 0,921 | 4,43 | -2,66 | 1,19 |
| <i>Schnellbestimmungsverfahren für kontinuierlichen Gutstrom:</i> | | | | | |
| kapazitiv – Liebherr ^a | 0-100 | 0,904 | 4,34 | 2,91 | 0,90 |
| kapazitiv – Arnold ^a | 0-90 | 0,952 | 3,11 | 1,43 | 0,95 |
| IR-Reflexion – Mesa | 0-100 | 0,971 | 2,43 | 0,86 | 0,97 |
| IR-Reflexion – Pier | 0- ~50 | 0,826 | 5,30 | 5,42 | 0,83 |

^a Kalibrierung unter Einbeziehung der Schüttdichte wasserfrei $d_{(i, wf)}$ (signifikanter Einfluss nachgewiesen); Beitrag der Schüttdichte zur Gesamtstreuung: hf-sensor 3,8 %, TDR 6,8 %; Liebherr 4,6 %, Arnold 4,2 %

^b Wassergehalt bezogen auf die Frischmasse

Für Verfahren mit Schüttdichteinfluss muss in der Praxis der Dichtewert erst noch bestimmt oder zumindest geschätzt werden. Hieraus ergeben sich weitere Streuungsursachen, die in den vorliegenden Ergebnissen noch nicht berücksichtigt wurden, da als Dichtewert kein Schätzwert, sondern die tatsächlich gemessenen Schüttdichten wasserfrei $d_{(i, wf)}$ verwendet worden waren. Auch wenn der Dichteinfluss nur etwa 5 % der Gesamtstreuung erklärt (Tabelle 9), so kann

eine Fehleinschätzung dieses Wertes zu erheblichen Messfehlern führen (nähere Erläuterungen im folgenden Kapitel).

Die Messergebnisse des Einstechapplikators Moist Bio (Fa. hf-sensor) wurden hier nicht näher betrachtet, da mangelhafte Korrelationen zwischen den Mess- und Referenzwerten ($r^2 = 0,203$) keinen linearen Zusammenhang zwischen den beiden Größen vermuten lassen. Auch unter der Annahme einer Exponentialfunktion konnte keine Verbesserung des Korrelationskoeffizienten ($r^2 = 0,226$) festgestellt werden. Aufgrund der großen Reichweite der Messwellen ist davon auszugehen, dass elektromagnetische Störgrößen der Umgebung die Messungen beeinflusst haben. Probenmengen in einer Größenordnung von 100 l sind daher nicht zu empfehlen, vielmehr sollte die Einstechsonde in weiteren Versuchen an größeren Proben (z. B. in Containern) geprüft werden. Allerdings ist dabei die Feststellung des Referenzwassergehaltes für eine Kalibrierung wegen der großen Probenmenge und der möglichen Inhomogenität schwierig.

3.3.1.2 Sensitivitätsanalyse über den Einfluss der Schüttdichte

Zur Evaluierung des Schüttdichte-Einflusses wurde für die Verfahren mit festgestellten Abhängigkeiten eine Sensitivitätsanalyse durchgeführt, in welcher der Schüttdichte-Wert einer Parametervariation unterzogen wurde (Abb. 36). Sowohl aus den Regressionsgleichungen als auch aus den Kurvenverläufen geht hervor, dass lediglich beim TDR-Verfahren zunehmende Schüttdichten höhere gemessene Wassergehalte zur Folge haben, während bei den anderen Methoden höhere Schüttdichten mit niedrigeren Wassergehalten verbunden sind. Zu Fehlmessungen kommt es z. B. dann, wenn für die Bestimmung des Wassergehaltes von Fichtenhackgut, mit einer Schüttdichte wasserfrei $d_{(i, wf)}$ von 160 kg/m^3 , irrtümlicherweise eine Kalibrierung für Buchenhackgut (Schüttdichte wasserfrei $d_{(i, wf)}$ von 220 kg/m^3) verwendet wird. Eine derartige Überschätzung der Schüttdichte (um 38 %) wird beim kapazitiven Liebherr-System zu einen um 5 Prozentpunkte niedrigeren Wassergehalt führen, dagegen wird das TDR-Verfahren einen 6 Prozentpunkte höheren Wert messen. Außerdem zeigt sich, dass der Einfluss der Schüttdichte bei den Verfahren mit negativer Wertekorrelation beinahe identisch ist; die Korrelationskoeffizienten unterscheiden sich nur wenig, woraus sich annähernd kongruente Sensitivitätskurven ableiten.

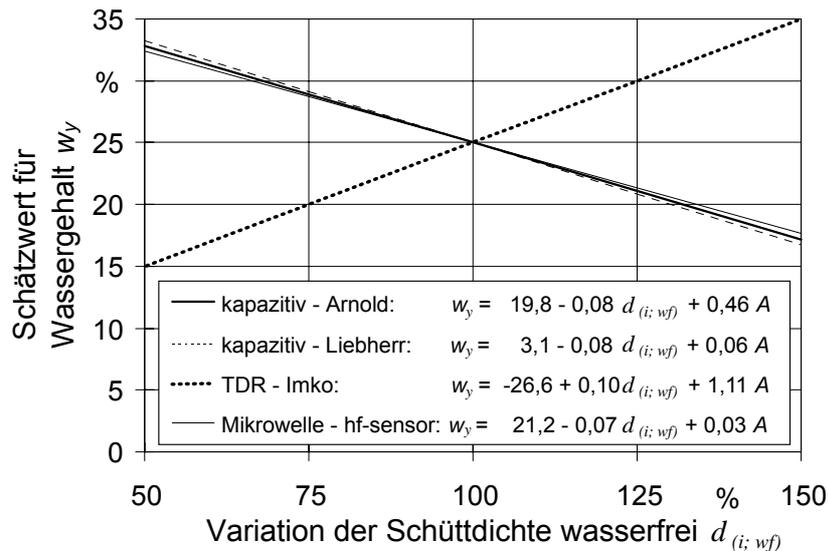


Abb. 36: Einfluss der Schüttdichte wasserfrei $d_{(i; wf)}$ auf das Messergebnis der Verfahren mit signifikanter Schüttdichte-Wirkung (100-%-Werte in Klammern) und deren Regressionsgleichungen: Schüttdichte (bei allen 200 kg/m^3) und Anzeigewert (Arnold: 45,2, Liebherr: 648,2, Imko: 28,2, hf-sensor: 539,8); Schätzwert für Wassergehalt w_y nach Kalibrierung bei allen Verfahren: 25 %

Bei Betrachtung der dimensionslosen Anzeigewerte kehren sich die Zusammenhänge um. Gemäß Abbildung 30 sowie Anhang Abbildung A7 werden bei einer Überschätzung der Schüttdichte (gleicher Wassergehalt vorausgesetzt) von den kapazitiven und Mikrowellen-Geräten zunächst höhere dimensionslose Werte angezeigt, während das TDR-System niedrigere Werte ausgibt. Die dimensionslose Anzeige steigt beispielsweise beim kapazitiven Arnold-System durch eine Zunahme der Schüttdichte um 50 kg/m^3 um 9 – unabhängig von der Höhe des Wassergehaltes. Dies kann auf die hohe Abhängigkeit der Schüttdichte von der Materialart zurückgeführt werden. Bei höheren Schüttdichten treten geringere Porositäten, also weniger Hohlräume in den Einzelteilchen, oder weniger Hohlräume zwischen den Partikeln auf. Aufgrund einer sehr niedrigen Dielektrizitätskonstante der Luft ($\epsilon_L = 0,0886$ [89]) im Vergleich zu Holz ($\epsilon_r = 1.5 - 3.0$) ist folglich bei einer geringeren Luftmenge im Messgut mit einer höheren Dielektrizitätskonstante und einer verbesserten Leitung und Ausbreitung der elektromagnetischen Strahlung im gesamten Schüttwerk zu rechnen. So treten bei kapazitiven sowie Mikrowellen-Verfahren höhere Impulse der reflektierten Messgrößen auf (alle drei Verfahren sind Reflexionsmessungen). Beim TDR-Verfahren dagegen verhält sich dies genau umgekehrt. Hier wird die Geschwindigkeit einer elektromagnetischen Welle anhand einer Transmissionsmessung bestimmt. Da sich elektromagnetische Strahlungen in Luft sehr viel schneller ausbreiten als in einem festen oder flüssigen Medium [62], werden die Messwel-

len bei einem geringeren Hohlraumvolumen stärker abgebremst. Dadurch treten längere Impulslaufzeiten und niedrigere Messwerte auf.

3.3.1.3 Simulation von Kalibriermodellen

In der Praxis steht eine derart große Datenbasis wie im vorliegenden Versuch über das gesamte Feuchtespektrum (bis zu 85 Proben) nur selten zur Verfügung; vielmehr werden Kalibrierungen mit einigen wenigen Proben durchgeführt. Für sechs ausgewählte Verfahren wurden daher Kalibriermodelle mit jeweils fünf zufällig ausgewählten Wertepaaren aufgestellt (zur Vorgehensweise vgl. Kapitel 3.2.4).

Die Ergebnisse mit Mittelwerten aus fünf Regressionsanalysen für jedes Verfahren sind in Tabelle 10 zusammengefasst. Demnach liefern selbst bei einer kleinen Datengrundlage von nur fünf Kalibrierwerten alle Verfahren bis auf "hf-sensor" und "Imko" ähnliche oder sogar bessere Bestimmtheitsmaße (Abb. 35 und Tabelle 9). Dies kann auf die deutliche Datenreduzierung von 43 auf fünf Wertepaare zurückgeführt werden, denn das Bestimmtheitsmaß gibt lediglich an, wie viel Prozent der Werte durch die hier angewendete lineare Regressionsfunktion erklärt werden und dient daher vor allem der statistischen Absicherung der Regression [98]. Für eine Vorhersage der Messgenauigkeit sind daher die Standardfehler und die Abweichungen zur Referenz wesentlich aussagekräftiger. Im Vergleich zu einer Kalibrierung mit dem kompletten Datensatz (vgl. Tabelle 9 mit Tabelle 10) kommt es nur bei den Verfahren "hf-sensor" und "Pier" zu höheren Standardfehlern; ähnliches gilt für die Abweichungen zur Referenz (vgl. Abb. 35 mit Tabelle 10), welche sich aber dennoch bei allen Verfahren im Mittel gut kompensieren. Eher nachteilige Kennzahlen sind für das Mikrowellensystem "hf-sensor" festgestellt worden, welches bei Kalibrierungen mit mehr Wertepaaren wesentlich genauere Bestimmungen ermöglicht. Für dieses System ist daher eine größere Datenbasis, z. B. zehn Wertepaare, anzustreben. Für alle anderen Messverfahren kann eine Kalibrierung mit fünf Proben ausreichend sein, solange das später zu messende Feuchtespektrum von den Kalibrierproben abgedeckt wird. Generell ist zur Reduzierung von Messfehlern trotzdem zu beachten, dass eine möglichst große Anzahl von Wertepaaren für Kalibrierungen vorteilhaft ist.

Tabelle 10: Statistische Kennzahlen aus praxisnahen Simulationen einer datenreduzierten Kalibrierung

| Messverfahren | Mittleres Bestimmtheitsmaß ^a | Mittlerer Standardfehler ^a (%-punkte) | Mittelwert der Abweichung zur Referenz ^b (%-punkte) | Minimum der Abweichung zur Referenz ^b (%-punkte) | Maximum der Abweichung zur Referenz ^b (%-punkte) |
|------------------------|---|--|--|---|---|
| Mikrowelle – hf-sensor | 0,700 | 5,65 | 1,01 | -12,50 | 18,69 |
| TDR – Imko | 0,720 | 4,22 | 1,02 | -10,64 | 20,50 |
| kapazitiv – Liebherr | 0,917 | 4,44 | 0,80 | -12,95 | 13,57 |
| kapazitiv – Arnold | 0,962 | 3,46 | 0,21 | -9,25 | 11,54 |
| IR-Reflexion – Mesa | 0,983 | 2,42 | -0,33 | -5,12 | 7,22 |
| IR-Reflexion – Pier | 0,897 | 6,06 | 1,01 | -10,53 | 15,38 |

^a Angabe der Mittelwerte aus fünf linearen Regressionsanalysen mit jeweils fünf zufällig ausgewählten Wertepaaren, zwei mit $w < 20\%$, eines mit $20\% < w < 35\%$, zwei mit $w > 35\%$

^b Mittelwerte der absoluten Abweichungen von Messwerten (Praxiswerten) zum Referenzverfahren (Trockenschrank 105 °C) nach Kalibrierung mit fünf zufällig ausgewählten Wertepaaren

3.3.2 Messungen mit Scheithölzern

Im Vergleich zu den Schnellbestimmungsmethoden für Holzhackschnitzel sind die Möglichkeiten der Wassergehaltsbestimmung bei Scheitholz begrenzt. Die Messbereiche der Geräte reichen häufig nicht über den Fasersättigungsbereich (ca. 18 bis 26 % Wassergehalt [115]) hinaus, weil darüber kaum noch ein Zusammenhang zwischen dem Wassergehalt und dem elektrischen Widerstand des Holzes besteht. Dies spiegelt sich auch in den Messergebnissen wider (Abb. 37). Bei allen Messgeräten wurden mit zunehmenden Wassergehalt (bereits ab ca. 20 %) erhebliche Abweichungen zur Referenzmethode beobachtet. Die meisten Hersteller geben daher den zulässigen Messbereich der Geräte nur mit maximal ca. 30 % Wassergehalt an. Lediglich ein Gerät ("Gann") ist nach Herstellerangaben bis zu einem Wassergehalt von 50 % einsetzbar; die Messgenauigkeit ist in diesem Bereich jedoch unakzeptabel gering. Diese Einschätzung wird auch durch Erfahrungen anderer Versuchsansteller bestätigt [8, 40, 44]. Generell führt die Schnellbestimmung des Wassergehaltes bei Scheithölzern offenbar tendenziell zu einer Unterschätzung dieses Parameters, sodass hinsichtlich der Einsatztauglichkeit bzw. der Genauigkeit der Kalibrierung Zweifel angebracht sind.

Bei einer genaueren Betrachtung der Ergebnisse lässt sich feststellen, dass bei Scheithölzern hohe Bestimmtheitsmaße nicht unbedingt niedrige Standardfehler oder günstige Ordinatenschnittpunkte (nahe null) zur Folge haben (Tabelle 11).

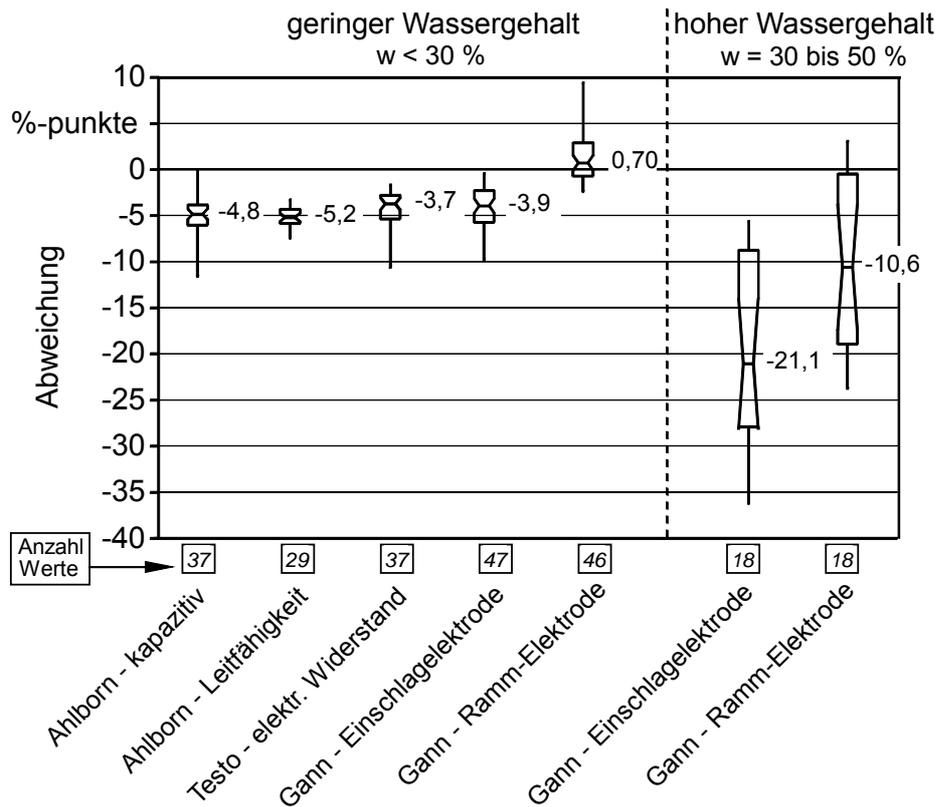


Abb. 37: Vergleich verschiedener Schnellbestimmungsgeräte für den Wassergehalt von Scheitholz. Abweichung zum Referenzverfahren (Trockenschrank 105°C) für Scheitholz (Fichte, Buche)

Tabelle 11: Statistische Kennzahlen aus der Regressionsanalyse für Scheitholz

| Messverfahren | Messbereich (%) ^a | Anzahl Messungen | Bestimmtheitsmaß | Standardfehler (%-punkte) | Ordinaten-Schnittpunkt | Geradensteigung |
|----------------------------|------------------------------|------------------|------------------|---------------------------|------------------------|-----------------|
| Ahlborn – kapazitiv | 0-33 | 40 | 0,569 | 2,77 | 2,65 | 0,58 |
| Ahlborn – Leitfähigkeit | 7-23 | 29 | 0,743 | 0,52 | 3,91 | 0,46 |
| Gann – Einschlag-Elektrode | 4-50 | 56 | 0,906 | 2,04 | 1,40 | 0,72 |
| Gann – Ramm-Elektrode | 4-50 | 55 | 0,896 | 3,14 | 0,25 | 1,05 |
| Testo – elektr. Widerstand | 6-31 | 40 | 0,849 | 1,26 | 4,33 | 0,55 |

^a Wassergehalt bezogen auf die Frischmasse; Messbereich nach Herstellerangabe

Trotz des relativ hohen Standardfehlers aufgrund eines weiten Messbereiches lassen sich Vorteile bei beiden Gann-Messelektroden erkennen. Das Gerät profitiert von einer aufwändigen Systemtechnik, bei der sowohl unterschiedliche Kalibrierungen für einzelne Holzarten als auch Temperaturkompensationen in die Messwertbildung einfließen. Das gilt vor allem für den Bereich unterhalb des Fasersättigungspunktes (ca. 18 bis 26 % Wassergehalt [115]), Abbildung 38 bestätigt diese Beobachtung. Die Ramm-Elektrode nutzt außerdem eine größere Tiefenwirkung des erzeugten elektrischen Feldes aus, welches von der Au-

ßzone in Richtung Holzmitte logarithmisch abnimmt [61]. Zur Erfassung unterschiedlicher Feuchteverteilungen, gerade bei dicken Scheiten, sollte die Eindringtiefe der Elektroden etwa ein Viertel bis ein Drittel der gesamten Holzstärke betragen, was von den hier geprüften Geräten nur mit der Ramm-Elektrode erreicht wurde. Eine tendenzielle Zunahme der Residuen kann ab 25 % Wassergehalt festgestellt werden, wobei im Bereich bis 30 % die Wassergehalte zunächst überschätzt werden. Eine Unterschätzung des tatsächlichen Wertes tritt ein, wenn der Wassergehalt über 40 % oder gar außerhalb des Messbereiches liegt (in Abbildung 38 nicht mehr dargestellt); das Gerät zeigt dann häufig irrtümlicherweise Wassergehalte innerhalb des Messbereiches (bis $w = 50\%$) an.

Überraschend gute Messwerte liefert auch die handliche und kostengünstige Ausführung der Fa. Testo. Die kapazitive Bestimmung des Wassergehaltes ist dagegen für Scheithölzer eher ungeeignet, da durch die unebene Auflagefläche am Scheit kein konstanter Abstand zum Messfühler eingehalten werden kann. Das System ist vielmehr für glattflächige Materialien wie gesägte oder gehobelte Bretter und Balken zweckmäßig.

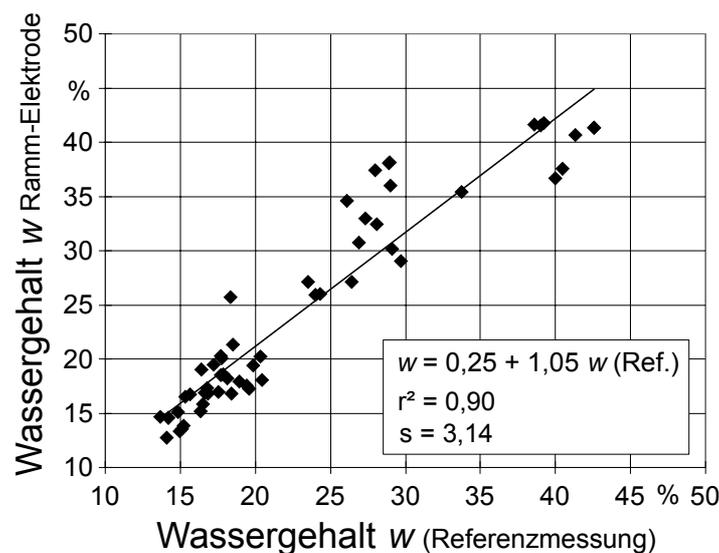


Abb. 38: Korrelation der Wassergehalts-Messwerte (hier: Gann-Ramm-Elektrode) mit den Ergebnissen der Referenzmethode (Trockenschrank 105 °C) bei Fichten- und Buchenscheiten (jeweils 25 bzw. 30 Werte); Scheite mit einem Wassergehalt über 50 % wurden nicht berücksichtigt

3.4 Schlussfolgerungen

Wassergehaltsbestimmungen im Trockenschrank bieten zwar eine hohe Genauigkeit und Zuverlässigkeit, die Ergebnisse sind allerdings erst nach mehreren Tagen verfügbar. Aufgrund dessen fordert die Praxis zeitsparende aber dennoch zuverlässige Schnellbestimmungsmethoden. Hinsichtlich der gewonnenen Erfahrungen und der in den Versuchen erzielten Ergebnisse lassen sich folgende Schlussfolgerungen ziehen:

- Auch Bestimmungen mit dem hier angewendeten Referenzverfahren (Trockenschrankmethode bei 105 °C nach DIN 51718 [26]) hinterlassen Unsicherheiten über die Information nach dem "wahren" Wassergehalt. Es kann aber davon ausgegangen werden, dass die Trockenschrankmethode diesem Wert sehr nahe kommt.
- Die Trocknungstemperatur beeinflusst sowohl im Trockenschrank als auch bei Schnelltrochnungsverfahren das Messergebnis und muss regelmäßig kontrolliert werden. Entscheidend ist die Temperatur am Trocknungsgut. Trocknungstemperatur und Trocknungsdauer müssen auf jede Brennstoffart abgestimmt werden.
- Schnellbestimmungsmethoden, welche in der Regel in kontinuierlichen Fließsystemen eingesetzt werden, haben auch als Laboranwendungen ein hohes Potenzial. Kalibrierungen müssen jedoch an jede Brennstoffart (Holz, Rinde, Pellets) angepasst und sorgfältig durchgeführt werden. Außerdem ist darauf zu achten, dass eine ausreichend große Datenbasis mit Referenzwerten zur Verfügung steht.
- Bei einigen Verfahren kann die Messgenauigkeit signifikant verbessert werden, wenn die Schüttdichte als zusätzliche Einflussgröße in der Kalibrierfunktion anhand multipler Regressionsanalysen berücksichtigt wird. Die Schüttdichte könnte dabei z. B. als Korrekturwert in die Messwertbildung eingehen.
- Schnelltrochnungsverfahren, wie die Infrarot- oder Mikrowellentrocknung, stellen eine interessante Alternative für Laboranwendungen dar. Zur Reduzierung von Messunsicherheiten sind allerdings Messgeräte mit größeren Einwaagemengen vorteilhaft.
- Ergebnisse aus Schnellbestimmungen für Einzelproben sind vor allem bei hohen Feuchten immer noch mit erheblichen Unsicherheiten behaftet. Dies gilt auch für die Wassergehaltsbestimmung von Scheithölzern. Verfahrenstechnische Verbesserungen der Messgeräte mit einer Reduzierung der Messfehler

sind wünschenswert, z. B. durch Vergrößerungen des Probenumfangs oder Bereitstellung mehrerer Kalibrierungen.

- Die Schnellbestimmung des Wassergehaltes von Scheitholz ist mit wesentlich größeren Unsicherheiten als bei Schüttgütern verbunden und sollte im Bereich von mehr als 30 % Wassergehalt unterbleiben.

4 Verfahren zur Bestimmung der Größenverteilung

4.1 Übliche Messverfahren

Die Bestimmung der Größenverteilung und der Teilchengröße von Schüttgut-Brennstoffen erfolgt in der Regel nach drei allgemeinen Prinzipien: Stereometrische, gravimetrische und optische Prinzipien (Abb. 39). Stereometrische Methoden sind für Schüttgüter generell zu zeitaufwändig und finden daher nur bei regelmäßig geformten Körpern oder bei Referenzproben Anwendung.

Die Bestimmung der Größenverteilung von Partikeln kann zudem durch unterschiedliche aerodynamische Eigenschaften, verursacht durch Größe, Dichte, Masse oder Form, erfolgen (Windsichtung). Verfahrensentwicklungen werden auch hier für Biomasse-Brennstoffe angestrebt [114] bzw. werden bereits für andere Schüttgüter angeboten [60]; allerdings ist diese Bestimmungsmethode beschränkt auf sehr feine oder stark zerkleinerte pulverisierte Brennstoffe; sie wird daher hier nicht näher betrachtet.

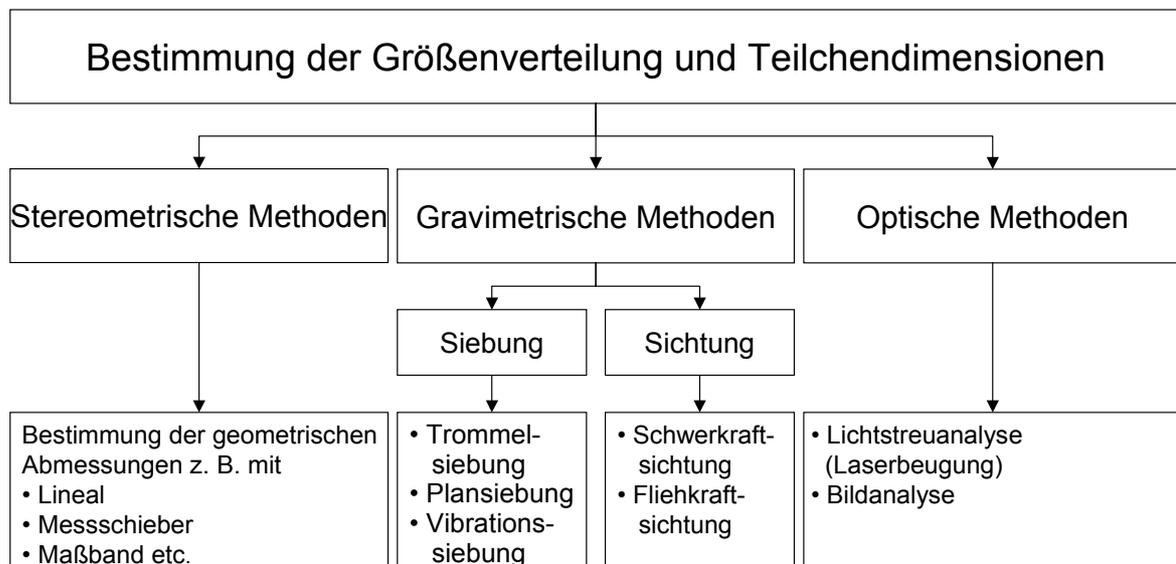


Abb. 39: Verfahren zur Bestimmung der Teilchengröße und Größenverteilung von Schüttgut-Brennstoffen

4.1.1 Siebverfahren

Bei allen Siebverfahren werden die Teilmengen in den Größenklassen durch Wägung bestimmt. Anschließend werden die relativen Massenanteile der einzelnen Klassen an der Gesamtmasse berechnet. Für eine genaue Angabe der Massenverteilung muss, sowohl eine einheitliche Rohdichte der Teilchen, als auch ein gleichmäßiger Wassergehalt in allen Fraktionen vorliegen. Andernfalls erfolgt eine Über- bzw. Unterbewertung einzelner Größenklassen. Bei holzartigen Schüttgütern ist beispielsweise im Feinanteil eine schnellere Abtrocknung als bei großen Teilchen zu erwarten, während große Teilchen beim Hacken auch aufgrund von höheren Rohdichten im Holz (z. B. an Verzweigungen) entstehen können. Infolgedessen ist die Bestimmung der Größenverteilung durch Siebung immer mit gewissen Unsicherheiten behaftet, welche aber durch eine geeignete Probenvorbereitung (z. B. keine Mischung von Holzarten und Herkünften, Konditionierung der Probe in einem luftdichten Gefäß) reduziert werden können.

4.1.1.1 Plansiebung

Mechanische Trennungsvorrichtungen, vor allem Plansiebmaschinen oder dreidimensionale Wurfsiebe, sind weit verbreitet. Bei der Horizontal- oder Plansiebung werden mehrere Siebe mit zunehmender Lochweite übereinander gestapelt und mit einer definierten Amplitude und Frequenz horizontal (zweidimensional) geschwenkt bzw. geschüttelt (Abb. 40, links). Mit Hilfe eines zusätzlichen Unwuchtmotors oder durch Installation geneigter Stahlfedern unter dem Siebturn können auch dreidimensionale Siebbewegungen erzeugt werden. Die Bestimmung der Größenverteilung erfolgt schließlich durch Erfassung des Siebrückstandes, wobei das auf dem jeweiligen Sieb verbleibende Gut nach einer festgelegten Siebdauer gewogen und dessen Anteil an der Gesamtmasse der Probe errechnet wird. Diese Methode bezeichnet man daher auch als Siebrückstandsverfahren [87]. Im Umgang mit biogenen Festbrennstoffen zeigt die Plansiebung allerdings diverse Nachteile:

- Bei gröberen Materialien (z. B. Holzhackschnitzeln), für die relativ große Siebbodenhöhen und Siebdurchmesser erforderlich sind, muss bei handelsüblichen Geräten die Siebanzahl meistens auf ca. drei bis vier Siebe beschränkt werden, da sowohl für die bewegte Masse als auch für die zulässige Stapelhöhe Grenzen gesetzt sind. Informationsgewinn über zusätzliche Fraktionen kann somit nur durch einen weiteren Siebdurchgang erfolgen.

- Am häufigsten werden Siebmaschinen mit Rundsieben bis zu einem Durchmesser von 400 mm angeboten, was die Aufgabemenge auf zwei bis drei Liter beschränkt. Um Verstopfungen und Überladungen zu vermeiden, müssen daher größere Mengen Probenmaterial in mehreren Teilmengen (manuell) aufgegeben werden; der Zeitaufwand einer Messung erhöht sich dadurch beträchtlich. Gerade bei grobem Hackgut sind größere Siebmengen wünschenswert aufgrund einer besseren Repräsentativität der Probe.
- Die größte Lochweite befindet sich stets im oberen Siebboden, sodass der Großteil des Probenmaterials dieses Sieb und meist auch das darauffolgende erst passieren muss, bevor es auf den "richtigen" Boden gelangt. So kommt es zu hohen Durchlaufzeiten.
- Bereits bei der Materialaufgabe, aber auch während des Siebvorgangs, können sich vor allem länglich geformte Teilchen senkrecht aufstellen und auf den nächsten oder sogar übernächsten Siebboden gelangen und so das Ergebnis verfälschen. Bei dreidimensionalen Horizontalsieben ist dieses Risiko besonders hoch. Überlange Teilchen müssen somit aufwändig von Hand abgelesen und der korrekten Fraktion individuell zugeordnet werden.

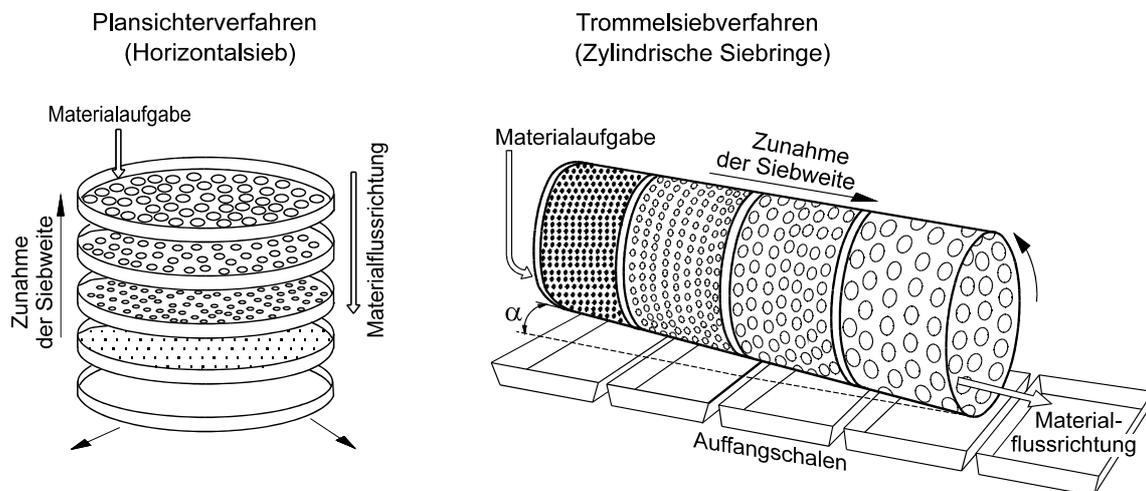


Abb. 40: Schematische Darstellung der Funktionsweise von Siebeinrichtungen für die Bestimmung der Größenverteilung von Schüttgütern (nach [49])

4.1.1.2 Trommelsiebung

Ein dänisches Forschungsinstitut [76] entwickelte kürzlich einen neuen Rotationsklassifizierer, der zum einen den Zeitaufwand reduzieren und zum anderen die Messgenauigkeit verbessern soll. Die Materialzuführung erfolgt automatisch und kontinuierlich über eine gewellte Rüttelrinne. Im Vergleich zur Plansiebung

kehrt sich die Abscheidereihenfolge um; zuerst werden feine Teilchen (hier bis 3,15 mm) abgeschieden. Dabei wird der Massenanteil des jeweiligen Siebdurchgangs bzw. das durch den Siebboden (hier: Siebtrommel) fallende Gut bestimmt. Der Siebboden ist der Mantel eines Zylinders; mehrere aufeinanderfolgende Siebringe bilden die Siebtrommel, deren Maschen- bzw. Lochweiten vom Materialeinlauf beginnend zunehmen (Abb. 40, rechts). Während des Siebvorgangs dreht sich die Trommel um die eigene Achse, wobei der Siebdurchgang in darunterliegenden Auffangschalen gesammelt wird. Zum Transport des Siebgutes innerhalb der Trommel ist diese leicht gegen die Horizontale geneigt (ca. $1 - 3^\circ$), wobei größere Neigungswinkel die Siebzeit reduzieren.

4.1.2 Optische Verfahren

Ergänzend zu den erwähnten stereometrischen und siebtechnischen Verfahren kommen kommerziell erhältliche Systeme der optischen Analyse sowohl für Laboranwendungen als auch für kontinuierliche Online-Anwendungen in Frage. Im Gegensatz zu den gravimetrischen Verfahren erfolgt bei den optischen Methoden keine Trennung der Teilchen, sondern geometrische Abmessungen (z. B. Längen, Durchmesser) und deren Mengenanteile werden meist nach einer Vereinzelung der Partikel im freien Fall in einem Lichtkanal erfasst und ausgewertet. Zu den wichtigsten Verfahren für Feststoffe zählen die Lichtstreu- und Bildanalyse.

4.1.2.1 Bildanalyse

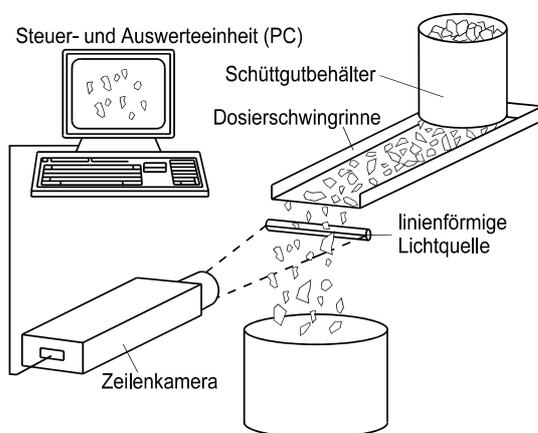


Abb. 41: Bildanalyseverfahren zur Bestimmung der Teilchengrößenverteilung [6]

Bei der foto-optischen Analyse werden die vereinzelt und fallenden Teilchen von einer Zeilenkamera aufgezeichnet (Abb. 41). Anhand der aneinander gereihten Fotos erfolgt eine Vermessung und Zuordnung der Teilchen in Kornklassen. Durch zeilenweises Abtasten der fallenden Partikel vor einer Lichtquelle entsteht eine analoge Bildkonstruktion, welche durch Grauwertabstufungen digitalisiert und mit Hilfe von elektrischen Signalen ausgewertet wird. Die Angabe der Teilchengrößen erfolgt

durch die in Kapitel 4.2.4 beschriebenen statistischen Längen oder Äquivalentdurchmesser [109]. Volumen und Oberfläche der Partikel können aus der zweidimensionalen Projektionsfläche nach dem Satz von Cauchy berechnet werden. Demnach entspricht die mittlere Partikelprojektionsfläche näherungsweise einem Viertel der Partikeloberfläche, vorausgesetzt die Teilchen enthalten keine konkaven Oberflächenbereiche [85]. Weitere Beschreibungen der Messverfahren werden in Kapitel 4.2.2 gegeben.

4.1.2.2 Lichtstreuanalyse (Laserbeugung)

Trifft ein Lichtstrahl einer definierten Wellenlänge auf einen Partikel, so ändert dieser durch Beugung, Brechung oder Reflexion seine Ausbreitungsrichtung. Diese Erscheinung bezeichnet man als Lichtstreuung. Im Raum um den Partikel herrscht eine von Streuwinkel, Polarisationswinkel, Brechungsindex, Lichtwellenlänge und Partikelgröße abhängige Intensität des gestreuten Lichtes, welche von einem ringförmigen Fotomultiplier (Detektor, welcher Lichtquanten in Elektronen konvertiert) erfasst und in messbare Stromimpulse umgewandelt wird. Anhand der Signalhöhe kann die Teilchengröße und -form bestimmt werden. Die Messung erfolgt in der Regel mit monochromatischem Licht in einem gasförmigen Strömungskanal. Um eine rechnerische Größenzuordnung zu ermöglichen, müssen die Messinstrumente mit Standardproben bekannter Partikelgrößen kalibriert werden. Die Kalibrierung kann allerdings nur dann verwendet werden, wenn die optischen Eigenschaften (vor allem Brechungsindex und Reflexionsvermögen) von Mess- und Kalibriermaterial ähnlich sind [3]. Angaben über die maximal messbaren Partikelgrößen reichen von 3 [109] bis 9 mm [45]. Nach dem jetzigen Stand der Technik sind Messsysteme dieser Art nur für sehr feinkörnige Brennstoffe wie z. B. Sägemehl geeignet.

4.2 Material und Methoden der Versuchsdurchführung

4.2.1 Verwendete Brennstoffproben

4.2.1.1 Holzhackschnitzel

Als Versuchsbrennstoffe wurde überwiegend Fichten- (9) und Buchenhackgut (5), aber auch Hackschnitzel aus Pappel (2) und Weide (1) sowie Gemische aus

Eiche-Hainbuche (2) und Straßenbegleithölzern (1) verwendet. Um möglichst unterschiedliche Materialien zu erzeugen, kamen bei der Herstellung zwei verschiedene Hackertypen zum Einsatz. Feinhackgut wurde durch einen Trommelhacker (Fa. Heizomat, Typ HM8-400, 120 kW) mit einem Quadratlochsieb (Kantenlänge 25 mm, Abb. 42) und der niedrigsten Einzugs geschwindigkeit (nur stufenlose Einstellung möglich), Mittelhackgut durch denselben Hacker mit einem gröberem Sieb (Kantenlänge 58 mm, Abb. 43) und der höchsten Einzugs geschwindigkeit hergestellt. Die Produktion von Grobhackgut (Abb. 44) erfolgte mit einem Schneckenhacker der Fa. Sasmo (Typ HP-25, 100 kW).

Die insgesamt 20 Hackschnitzelproben wurden gemäß ÖNORM M 7133 [93] in drei Klassen, G 30 (Feinhackgut), G 50 (Mittelhackgut) und G 100 (Grobhackgut) eingeteilt. Die jeweilige Probenmenge umfasste in dieser Versuchsserie etwa 1 bis 2,5 kg (6 bis 8 l). In Tabelle 12 sind Merkmale und Herkünfte der untersuchten Brennstoffe aufgeführt.

Tabelle 12: Merkmale und Herkunft der geprüften Holzhackschnitzel

| Hackgut-klasse | Holzart | Herkunft | Bemerkungen |
|---|-------------------|----------------------------|--------------------------------------|
| Fein- hackgut ^a (G 30) | Fichte | Haigenhausen | |
| | Fichte | Kranzberger Forst | mittlerer Stamm-Ø: 142 mm |
| | Fichte Schwarte | Hohenkammer | vom Sägewerk |
| | Fichte | TLL ^e -Dornburg | |
| | Buche | Scheyern | mittlerer Stamm-Ø: 71 mm |
| | Buche | TLL ^e -Dornburg | |
| | Pappel | nicht bekannt | aus Kurzumtrieb der LWF ^d |
| | Weide | Haigenhausen | |
| | Eiche-Hainbuche | TLL ^e -Dornburg | |
| Mittel- hackgut ^b (G 50) | Fichte | Kranzberger Forst | mittlerer Stamm-Ø: 142 mm |
| | Fichte mit Nadeln | Kranzberger Forst | Wipfelholz mit viel Nadeln |
| | Fichte Schwarte | Hohenkammer | vom Sägewerk |
| | Buche | Scheyern | mittlerer Stamm-Ø: 71 mm |
| | Mischung | Ingolstadt | Straßenbegleitholz |
| | Pappel | TLL ^e -Dornburg | |
| Grob- hackgut ^c (G 100) | Fichte | Kranzberger Forst | mittlerer Stamm-Ø: 142 mm |
| | Fichte | Ellenbach | Stammholz entastet |
| | Buche | Scheyern | mittlerer Stamm-Ø: 71 mm |
| | Buche | TLL ^e -Dornburg | |
| | Eiche-Hainbuche | TLL ^e -Dornburg | |

^a hergestellt durch Trommelhacker mit Quadratlochsieb (Kantenlänge 25 mm) und niedrigster Einzugs geschwindigkeit

^b hergestellt durch Trommelhacker mit Quadratlochsieb (Kantenlänge 58 mm) und höchster Einzugs geschwindigkeit

^c Herstellung mit Schneckenhacker

^d LWF: Bayerische Landesanstalt für Wald- und Forstwirtschaft

^e TLL: Thüringer Landesanstalt für Landwirtschaft



Abb. 42: Fichten-Feinhackgut G 30, hergestellt mit einem Trommelhacker (Sieb mit einem Quadratlochdurchmesser von 25 mm, niedrigste Einzugsgeschwindigkeit, Fa. Heizomat)



Abb. 43: Fichten-Mittelhackgut G 50, hergestellt mit einem Trommelhacker (Sieb mit einem Quadratlochdurchmesser von 58 mm, höchste Einzugsgeschwindigkeit, Fa. Heizomat)



Abb. 44: Fichten-Grobhackgut, hergestellt mit einem Schneckenhacker (Fa. Sasmö)

4.2.1.2 Standardprobe mit definierten Teilchengrößen

Neben konventionellen Brennstoffproben wurde außerdem eine Standardprobe mit gleichmäßigen, exakt definierten Abmessungen und bekannter Teilchenzahl (Quader und Zylinder) hergestellt. Die Probe setzte sich aus 18 Fraktionen mit runden und quadratischen Querschnitten zusammen (Tabelle 13). Die Querschnittsabmessungen (Durchmesser oder Kantenlänge) wurden so gewählt, dass sie etwa 62 % des jeweiligen Bezugslochdurchmessers entsprachen und somit den Durchgang kaum beeinflussen. Diese Festlegung beruht auf Untersuchungen, wonach das Passieren eines Loches mit definiertem Durchmesser vor allem von der Dicke und Breite eines Teilchens abhängig ist [54]. Die Teilchenlängen hingegen wurden variiert und betragen entweder das 0,67-, 1,5- oder 2,5-fache der jeweiligen Bezugslochweite.

Im Gegensatz zu den bereits erwähnten Praxisbrennstoffen ist somit die "wirkliche" Korngrößenverteilung und der Medianwert dieser "künstlichen" Standardprobe genau bekannt; auch zu jeder Teilchenfraktion sind alle messbaren Parameter (z. B. Größe, Länge, Durchmesser, Form) verfügbar und können mit Siebergebnissen verglichen werden. Anhand der Standardprobe sollen Abweichungen und Trenngüte zwischen den einzelnen Messverfahren überprüft werden.

Tabelle 13: Spezifische Materialeigenschaften der Standardprobe, welche die Bestimmung der Größenverteilung beeinflussen [52]

| Querschnittsform | Kantenlänge oder Durchmesser (mm) | Teilchenlänge (mm) | Bezugslochweite (mm) | Länge im Verhältnis zur Bezugslochweite (Faktor) | | | Teilchenzahl | Masse der Fraktion (g) | Fraktionsanteil (%) |
|---------------------------------|-----------------------------------|--------------------|----------------------|--|-----|-----|--------------|------------------------|---------------------|
| | | | | 0,67 | 1,5 | 2,5 | | | |
| Q u a d r a t | 5 | 5 | 8 | X | | | 665 | 50,2 | 1,74 |
| | 5 | 12 | 8 | | X | | 320 | 55,0 | 1,90 |
| | 5 | 20 | 8 | | | X | 196 | 55,6 | 1,92 |
| | 10 | 10 | 16 | X | | | 224 | 105,1 | 3,63 |
| | 10 | 24 | 16 | | X | | 104 | 111,6 | 3,86 |
| | 10 | 40 | 16 | | | X | 72 | 128,8 | 4,45 |
| | 28 | 28 | 45 | X | | | 18 | 221,1 | 7,65 |
| | 28 | 70 | 45 | | X | | 9 | 293,9 | 10,16 |
| | 28 | 115 | 45 | | | X | 7 | 369,5 | 12,78 |
| K r e i s | 5 | 5 | 8 | X | | | 672 | 50,1 | 1,73 |
| | 5 | 12 | 8 | | X | | 409 | 67,0 | 2,32 |
| | 5 | 20 | 8 | | | X | 320 | 90,5 | 3,13 |
| | 10 | 10 | 16 | X | | | 300 | 127,0 | 4,39 |
| | 10 | 24 | 16 | | X | | 114 | 116,1 | 4,01 |
| | 10 | 40 | 16 | | | X | 89 | 151,8 | 5,25 |
| | 28 | 28 | 45 | X | | | 24 | 255,4 | 8,83 |
| | 28 | 70 | 45 | | X | | 10 | 244,3 | 8,45 |
| | 28 | 115 | 45 | | | X | 11 | 398,8 | 13,79 |
| Gesamt | | | | | | | 3.564 | 2.891,8 | 100,00 |

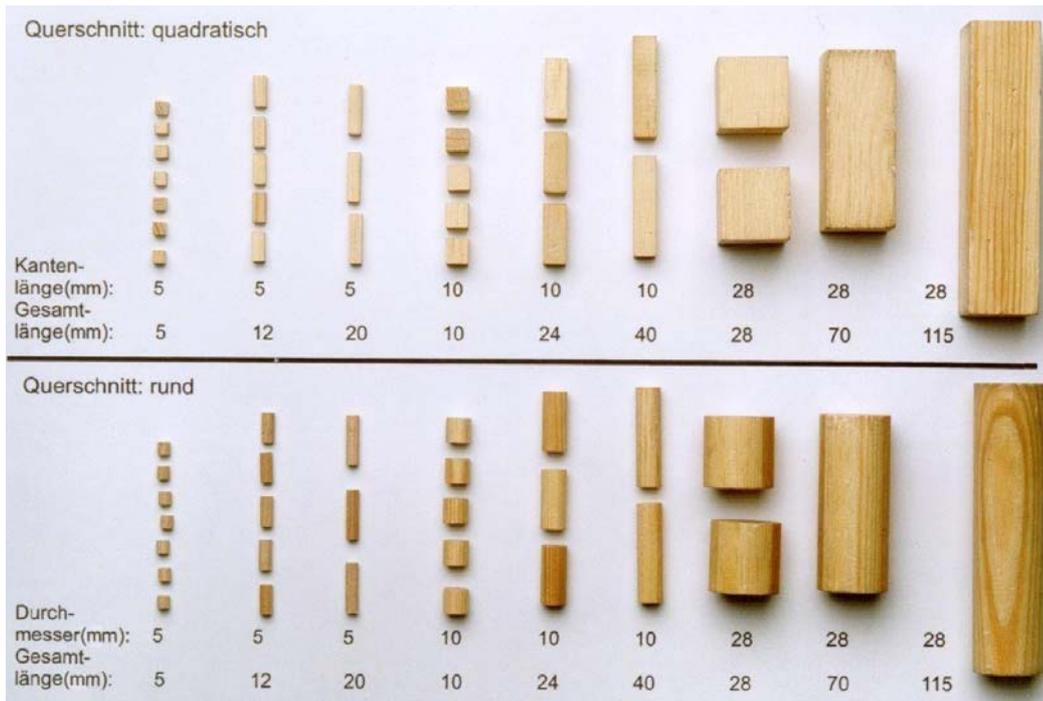


Abb. 45: Verwendete Standardprobe mit 18 Teilchenfraktionen

4.2.2 Messgeräte, Versuchsaufbau und -durchführung

Die Größenverteilung aller Brennstoffe wurde durch Trommelsiebung ermittelt, während die für einen Verfahrensvergleich ausgewählten Proben auch bildanalytisch sowie mit Hilfe des Plansiebverfahrens bestimmt wurden. Im Folgenden wird die Vorgehensweise der Versuchsdurchführung für die einzelnen Messverfahren beschrieben.

4.2.2.1 Plansiebmaschine

In der verwendeten Plansiebmaschine (Fa. Retsch, Typ KS1, Abb. 46) wurden runde Siebböden mit 400 mm Durchmesser und 65 mm Höhe eingesetzt; die Siebe wurden horizontal in schnellen ovalen Bewegungen auf Stufe 70 des Schwingungsreglers geschüttelt. Vor dem Start der Maschine wurde eine Probenmenge von maximal zwei bis drei Liter auf den obersten Siebboden gegeben; dieser obere Boden weist auch die weitesten Lochdurchmesser auf. Bei der Horizontalsiebung müssen kleinere Partikel dieses Sieb oder die nachfolgenden Siebe passieren, oder sie werden – nachdem sie das Sieb mit der kleinsten Lochweite passiert haben – schließlich in der Siebpfanne am Boden aufgefangen.



Abb. 46: Plansiebmaschine (Fa. Retsch, Typ KS1)

Fünf Größenklassen konnten somit sortiert werden: $< 3,15$ / $3,15-8$ / $8-16$ / $16-45$ und > 45 mm. Die Obergrenze der größten Teilchenfraktion wurde durch manuelles Vermessen des längsten Teilchens bestimmt. Die Lochanordnungen, -weiten und -teilungen entsprachen den Anforderungen nach DIN ISO 3310-2 [23].

Vorversuche ergaben, dass eine Siebdauer von fünf Minuten in den meisten Fällen ausreichend ist (Kapitel 4.2.2.5). Der Probenumfang betrug in allen Versuchen zwischen sechs und acht Liter; die Gesamtprobe musste daher in drei Teile getrennt und nacheinander gesiebt werden (dreimal fünf Minuten). Die Einzelmassen in jeder

Größenklasse wurden nach der dritten Siebung addiert und als Anteil an der Gesamtmasse berechnet. Partikel, die sich während der Siebung in den Sieböffnungen verklemmt hatten, wurden gemäß DIN 66 165-2 [35] durch leichtes Klopfen am Siebrand herausgelöst und zum Siebrückstand des jeweiligen Siebes hinzugegeben.

Tabelle 14: Kenndaten und Einstellungsparameter der Plansiebmaschine, Fa. Retsch, Typ KS1

| Plansiebmaschine, Fa. Retsch, Typ KS1 | | | | | |
|---------------------------------------|------------------------------|--------------------------|----|----|----|
| Einstellungen | Schwingungsregler | 70 | | | |
| | Siebdauer | 5 min | | | |
| Siebböden | Siebform | Rund | | | |
| | Siebdurchmesser | 400 mm | | | |
| | Siebrahmenhöhe | 65 mm | | | |
| | Lochform | rund | | | |
| | Lochanordnung | T-Anordnung ^a | | | |
| | Lochweiten ^a (mm) | 3,15 | 8 | 16 | 45 |
| Lochteilung ^a (mm) | 4,7 | 10,4 | 20 | 56 | |

^a nach DIN ISO 3310-2 [23]

4.2.2.2 Trommelsiebmaschine

Die hier untersuchte Trommelsiebmaschine (Abb. 47) stellt einen funktionsgetreuen Nachbau des dänischen Prototyps dar [76], dieser Prototyp war für den Nachbau durch die Landtechnik Weihenstephan aus Dänemark ausgeliehen

worden. Das Gerät ist mit fünf aufeinanderfolgenden Siebringungen ausgestattet; diese zylinderförmigen Ringe bilden die Siebtrommel, die eine Gesamtlänge von 2.230 mm und einen Durchmesser von 500 mm aufweist. Die Länge der einzelnen Zylinder beträgt 400 mm mit einer effektiven Siebstrecke von 360 mm nach Abzug der beiden Blindstrecken an der beidseitigen Flanschverbindung. Die Neigung der Trommel zur Horizontalen (α) war nach Vorversuchen auf $2,16^\circ$ festgelegt worden, die Drehfrequenz betrug zwölf Umdrehungen pro Minute. Alle Siebe waren mit Rundlöchern gemäß DIN ISO 3310-2 [23] ausgestattet worden.



Abb. 47: Trommelsiebmaschine (funktionsgetreuer Nachbau eines Prototyps aus Dänemark [76])¹

Für die Messung wird der Probeninhalt von 6 bis 8 l in einen Füllschacht gegeben, über diesen gelangt das Material auf einen geneigten ($9,67^\circ$) und in Förderrichtung vibrierenden Zuführtisch mit Wellplattenprofil. Um einen kontinuierlichen Gutstrom zu gewährleisten, wurde das Probenmaterial per Hand innerhalb von ca. zwei Minuten zugeführt. Am unteren Ende des Zuführtisches gleiten die Teilchen über einen Fallschacht und eine Rutsche tangential auf den Boden des ersten Siebringens. Im Gegensatz zur Plansiebung werden die

feineren Partikel bereits zu Beginn des Siebungsprozesses aussortiert und in der Schublade unter dem ersten Siebring aufgefangen. Infolge der Trommelneigung erreichen die übrigen Partikel allmählich die nachfolgenden Siebringe. Teilchen, die auch am letzten Siebring nicht durch die größten Lochweiten fallen, gelangen am Ende der Siebtrommel in eine Sammelschale und werden zu den bereits aussortierten Überlängen gegeben. Auf diese Weise werden die Anteile von sechs Teilchenfraktionen ermittelt. In den Versuchen wurden die gleichen Lochdurchmesser wie bei der Plansiebung verwendet. Dadurch, dass die Siebtrommel mit fünf Siebringungen arbeitet, konnte – im Vergleich zur Plansiebung – eine zusätzliche Größenklasse gewonnen werden (45 bis 63 mm Lochdurchmesser). Die Siebung ist beendet, sobald die Trommel leer ist; im Durchschnitt dauerte ein vollständiger Siebdurchgang bei 6 bis 8 l Probenvolumen

¹Nachbau durch die Werkstatt des Instituts für Landtechnik, Bauwesen und Umwelttechnik (ILT), Freising, für das Technologie- und Förderzentrum für Nachwachsende Rohstoffe (TFZ), Straubing, mit freundlicher Genehmigung von Forest & Landscape, Vejle, Dänemark.

etwa sieben Minuten. Die Bestimmung der Massen der einzelnen Größenklassen erfolgte mit einer Genauigkeit von 0,1 g. Mögliche Abweichungen im Wassergehalt zwischen den Fraktionen wurden vernachlässigt. Eine Zusammenfassung der Kenn- und Einstellungsdaten der Trommelsiebmaschine ist in Tabelle 15 dargestellt.

Tabelle 15: Kenndaten und Einstellungsparameter der Trommelsiebmaschine

| Trommelsiebmaschine | | | | | | |
|---------------------|-----------------------------------|--------------------------|----|----|----|----|
| Trommel | Länge | 2.230 mm | | | | |
| | Durchmesser | 500 mm | | | | |
| | Neigungswinkel | 2,16 ° | | | | |
| | Drehfrequenz | 12 min ⁻¹ | | | | |
| Siebböden | Höhe | 400 mm | | | | |
| | effektive horizontale Siebstrecke | 360 mm | | | | |
| | Lochform | rund | | | | |
| | Lochanordnung | T-Anordnung ^a | | | | |
| | Lochweiten ^a (mm) | 3,15 | 8 | 16 | 45 | 63 |
| | Lochteilung ^a (mm) | 5 | 10 | 20 | 56 | 80 |

^anach DIN ISO 3310-2 [23]

4.2.2.3 Bildanalysegerät

Für die foto-optischen Analysen wurde ein handelsüblicher Klassifizierer verwendet (Haver-CPA 4 der Fa. Haver & Boecker,). Die Probe wird in einen Schüttgutbehälter gegeben, welcher als Zuführschacht für eine Dosierschwingrinne dient. Am Ende dieser Rinne fallen die Teilchen in einen Sammelbehälter. Während des Fallens passieren sie eine linienförmige Lichtquelle, deren Lichteinfall hinter den Teilchen von einer digitalen CCD-Zeilenkamera aufgezeichnet wird (Abb. 41, Seite 72 und Abb. 49). Die Kamera erfasst 2.048 Pixel über eine Dosierrinnenbreite von 240 mm, das entspricht einer Auflösung von 117 µm pro Pixel; sie verarbeitet 20 Millionen Einzelpixel pro Sekunde. Wenn ein Teilchen durch die Projektionsfläche der Kamera fällt, wird das auftreffende Licht auf einer Breite proportional zur horizontalen Ausdehnung des Teilchens unterbrochen. In Abbildung 48 ist eine Rekonstruktion der von fallenden Teilchen schattierten Projektionsfläche dargestellt.

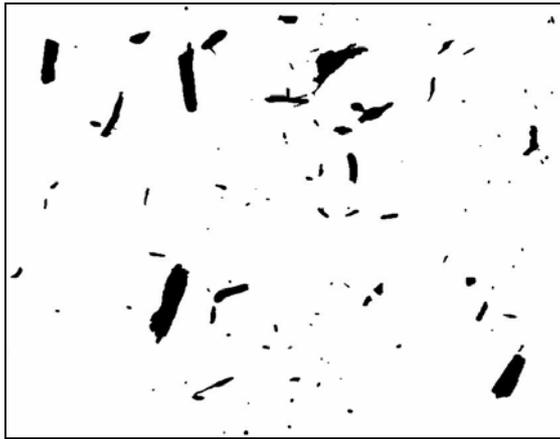


Abb. 48: Bildrekonstruktion von feinem Buchenhackgut (im Fallen) bei Messungen mit einem bildanalytischen Messsystem (Haver CPA 4, Fa. Haver & Boecker)

Aus der Verweilzeit vor dem Aufnahmefeld der Kamera und der Aufzeichnung zur Horizontalausdehnung des Teilchenschattens berechnet und in einer Steuer- und Auswerteeinheit (PC) registriert und ausgewertet. Bei den Berechnungen wird eine konstante Fallgeschwindigkeit der Teilchen in der Messebene unterstellt. Um zu verhindern, dass sich Teilchen in der Projektionsebene überlagern, muss sowohl deren Vereinzelung als auch die gleichmäßige Verteilung über die Breite der Dosierrinne sorgfältig kontrolliert werden;

überschneidende Partikel werden von der Kamera sonst als ein entsprechend größeres Teilchen identifiziert. Die Messdauer einer Probe von insgesamt 6 bis 8 l betrug zwischen fünf (Grobhackgut) und zehn (Feinhackgut) Minuten.

Die Korngrößenverteilung wurde anhand zweier verschiedener Parameter bestimmt: Es erfolgte sowohl eine Klassifizierung nach dem vertikalen Feretschen Durchmesser als auch nach dem Projektionsflächen-Äquivalentdurchmesser. In beiden Fällen werden die Ergebnisse als Flächenverteilungen für jede Teilchenfraktion angegeben. Im Gegensatz dazu werden bei den Siebverfahren Massenverteilungen errechnet. Der vertikale Feretsche Durchmesser eines Teilchens ist in der Regel kleiner als dessen größte Ausdehnung, da sich das Partikel während des Fallens nicht immer exakt senkrecht zur Messebene ausrichtet. Der Äquivalentdurchmesser wird anhand der gemessenen zweidimensionalen Korngröße (Schattenfläche) als Durchmesser eines projektionsflächengleichen Kreises berechnet. Beide Parameter werden in Abbildung 50, Seite 91 veranschaulicht.

Das hier beschriebene Bildanalyzesystem liefert auch Ergebnisse für die Teilchenanzahl, den Martinschen Durchmesser, die maximale Sehne, die spezifische Oberfläche und die Sphärizität der Proben. Außerdem können über eine systeminterne Software bis zu 71 verschiedene Siebweiten, wahlweise individuell oder normierte Reihen (R 20 und R 40/3 nach DIN ISO 3310-2 [23]), vorgegeben, Summenhäufigkeitsfunktionen sowie Dichteverteilungen ausgegeben und miteinander verglichen werden; ferner lassen sich beliebige $Q_r(x)$ -Werte der

Summenhäufigkeitsfunktion (z. B. x_{10} , x_{25} oder der Medianwert x_{50}) berechnen. Eine Zusammenfassung der wichtigsten Kenndaten des Systems sind in Tabelle 16 aufgeführt.

Tabelle 16: Kenndaten des bildanalytischen Korngrößenanalysesystems Haver-CPA4, Fa. Haver & Boecker (nach [59])

| | Haver-CPA4 |
|-------------------------------|---|
| Kamera | digitale CCD-Zeilenkamera |
| Objektiv | Zeiss |
| Anzahl Pixel pro Zeile | 2.048 |
| Auflösung pro Pixel | 117,2 μm |
| Dosierinnenbreite | 240 mm |
| Messbereich für Teilchengröße | 0,6 bis 200 mm |
| Speicherung in Klassen | 250 |
| Ergebnisse | Partikelgrößenverteilung und Formwerte in individuellen Abstufungen |
| Schnittstellen | SPS, ASCII, RS232, dbase, Syk |
| Software | HAYER WINCPA / WINOPT |
| Einsatz | Online-Version als Labor- oder Standardversion |



Abb. 49: Bildanalysegerät (Fa. Haver & Boecker, Typ Haver-CPA4)

4.2.2.4 Gegenüberstellung der methodischen Unterschiede

Eine Zusammenfassung der Unterschiede und Gemeinsamkeiten der drei geprüften Bestimmungsverfahren gibt Tabelle 17.

Tabelle 17: Vergleich der drei an der Untersuchung beteiligten Verfahren zur Bestimmung der Teilchengrößenverteilung

| | Trommelsiebverfahren | Plansiebverfahren | Bildanalyse |
|-----------------------------|--|---|--|
| Probenteilung bei 6 bis 8 l | nicht erforderlich | drei Teilproben | nicht erforderlich |
| Materialaufgabe | langsame, gleichmäßige Zuführung der gesamten Probe bei laufender Maschine | Zuführung einer Teilprobe bei Maschinenstillstand | Zuführung der gesamten Probe bei Maschinenstillstand |
| Vereinzelung / Dosierung | Teilchen werden durch gewellte Rüttelrinne vereinzelt | keine | Teilchen werden durch computergesteuerte Schwingrinne vereinzelt |
| Klemmgut | in die Trommel zurückgestoßen und bis zum Austrag gesiebt | zur Fraktion des jeweiligen Siebbodens gegeben | entfällt |
| Feinheitsmerkmal | Masse und maximale Teilchenlänge in der Fraktion über 63 mm | Masse und maximale Teilchenlänge in der Fraktion über 45 mm | Äquivalent- und Feretscher Durchmesser |
| Mengenart | Masse | Masse | Fläche |
| Messdauer | ca. 7 Minuten | genau 5 Minuten | 5 bis 10 Minuten |
| Wiederholungen | 3 | 3 | je Feinheitsmerkmal 2 |

4.2.2.5 Vorversuche

Vor der Versuchsdurchführung wurden Einflüsse von Maschineneinstellungen und Siebzeiten geprüft. Bei der Rotationssiebmaschine wurden verschiedene Neigungswinkel der Trommel und Aufgabezeiten untersucht, während bei der Plansiebung unterschiedliche Siebzeiten getestet wurden.

Trommelsiebung. Erfahrungen aus Versuchsreihen in Dänemark [75] zeigen, dass für die Siebtrommel eine Rotationsgeschwindigkeit von 12 Umdrehungen pro Minute geeignet ist. Der Neigungswinkel der Siebtrommel wurde in drei unterschiedlichen Einstellungen ($1,8^\circ$ / $2,2^\circ$ / $2,7^\circ$) geprüft, während die Materialaufgabe entweder innerhalb von 60 oder 120 Sekunden erfolgte.

Tabelle 18: Ergebnisse zum Einfluss des Neigungswinkels der Siebtrommel und der Aufgabezeit der Probe auf die Wiederholbarkeit bei der Trommelsiebung

| Probenmaterial | Neigungswinkel (°) | | | Aufgabezeit (Sek.) | | Wiederholungen | Standardabweichung des Medianwertes (mm) |
|----------------------------|--------------------|-----|-----|--------------------|-----|----------------|--|
| | 1,8 | 2,2 | 2,7 | 60 | 120 | | |
| | X | | | | X | 10 | 0,09 |
| Fichte-Feinhackgut | | X | | | X | 10 | 0,08 |
| | | | X | | X | 10 | 0,07 |
| | | X | | X | | 10 | 0,06 |
| Gesamtanzahl der Messungen | | | | | | 40 | |

Die Standardabweichungen der Medianwerte unterscheiden sich kaum (Tabelle 18). Um Überladungen oder Verstopfungen vor allem auf den ersten beiden Siebböden der Siebtrommel zu vermeiden, wurde die längere Aufgabezeit von 120 Sekunden gewählt. Die Siebdauer wird auch durch den Neigungswinkel der Siebtrommel beeinflusst. Für die Gewährleistung einer ausreichenden Verweilzeit der Teilchen auf den Siebböden wurde die mittlere der drei geprüften Winkeleinstellungen (2,2 °) gewählt.

Plansiebung. Die Siebdauer hat einen großen Einfluss auf Trenngrenze und Trennschärfe. Nach DIN 66165-1 [34] kann die Siebung dann beendet werden, wenn die Masse des Siebdurchgangs in einer Minute weniger als 0,1 % der Masse des Aufgabegutes beträgt. Da bei der Horizontalsiebung die Lochweiten von oben nach unten abnehmen, müssen kleine Teilchen erst mehrere große Löcher passieren, bevor sie richtig zugeordnet werden. Infolgedessen werden mit zunehmenden Siebzeiten Masseänderungen überwiegend beim Feingutanteil auf den unteren Siebböden auftreten. Der Einfluss der Siebdauer wurde daher lediglich an Fein- und Mittelhackgut (nadelreich) in der Fraktion unter 3,15 mm nach fünf- und zehnminütigen Siebungen untersucht (Tabelle 19).

Tabelle 19: Versuchsplan zum Einfluss der Siebdauer bei der Plansiebung

| Probenmaterial | Siebdauer (Min.) | | Wiederholungen |
|-----------------------------------|------------------|----|----------------|
| | 5 | 10 | |
| Fichte-Feinhackgut | X | | 3 |
| Fichte-Feinhackgut | | X | 3 |
| Fichte-Mittelhackgut (nadelreich) | X | | 3 |
| Fichte-Mittelhackgut (nadelreich) | | X | 3 |
| Gesamtanzahl der Messungen | | | 12 |

Eine Verlängerung der Siebdauer von fünf auf zehn Minuten bewirkte bei Feinhackgut (Probe 1) keine Massezunahme in der Fraktion kleiner 3,15 mm, während bei Mittelhackgut wegen des hohen Nadelanteils ein Anstieg von 0,8 % beobachtet wurde. Da die Nadeln allerdings länger als 3,15 mm sind, ist davon auszugehen, dass sich viele Nadeln während der verlängerten Siebzeit senk-

recht stellen und den Siebboden fälschlicherweise passieren. Demzufolge erschien eine fünfminütige Siebzeit für die durchgeführten Vergleichsmessungen ausreichend.

4.2.3 Versuchsplan

Im Rahmen des durchgeführten Versuchsprogramms wurden folgende Kenngrößen der geprüften Messverfahren näher untersucht:

- Vergleichbarkeit von Messergebnissen an Holzhackgut unterschiedlicher Korngrößenverteilungen mit vier verschiedenen Bestimmungsverfahren (Plansiebung, Trommelsiebung, bildanalytische Bestimmung des Äquivalentdurchmessers und des Feretschen Durchmessers) anhand statistischer Auswertungsverfahren.
- Beurteilung der Trenngüte für eine Standardprobe.
- Bestimmung der Wiederholbarkeit für die geprüften Messverfahren.

Für die Versuche wurden die Größenverteilungen von 20 Holzhackgutproben sowie einer Standardprobe mit jeweils drei Wiederholungen durch Horizontal- und Rotationssiebung sowie in je zwei Wiederholungen durch bildanalytische Messung des Äquivalent- und Feretschen Durchmessers bestimmt (Tabelle 20).

Tabelle 20: Versuchsplan zur Bestimmung der Größenverteilung von Holzhackgut (Wassergehalt der Proben < 20 %)

| Hackgut- klasse | Holzart / Herkunft | Anzahl Proben | Anzahl der Wiederholungen | | | Anzahl Mes- sungen |
|------------------------------|--------------------|------------------|---------------------------|---------------------------|-------------------------------|--------------------------|
| | | | Plansieb- verfahren | Trommelsieb- verfahren | Bild- analyse ^a | |
| Fein- hackgut (G 30) | Fichte / Rundholz | 3 | 9 | 9 | 12 | 30 |
| | Fichte / Schwarte | 1 | 3 | 3 | 4 | 10 |
| | Buche/ Rundholz | 2 | 6 | 6 | 8 | 20 |
| | Pappel | 1 | 3 | 3 | 4 | 10 |
| | Weide | 1 | 3 | 3 | 4 | 10 |
| | Eiche-Hainbuche | 1 | 3 | 3 | 4 | 10 |
| Mittel- hackgut (G 50) | Fichte / Rundholz | 1 | 3 | 3 | 4 | 10 |
| | Fichte mit Nadeln | 1 | 3 | 3 | 4 | 10 |
| | Fichte / Schwarte | 1 | 3 | 3 | 4 | 10 |
| | Buche / Rundholz | 1 | 3 | 3 | 4 | 10 |
| | Straßenbegleitholz | 1 | 3 | 3 | 4 | 10 |
| | Pappel | 1 | 3 | 3 | 4 | 10 |
| Grob- hackgut (G 100) | Fichte / Rundholz | 2 | 6 | 6 | 8 | 20 |
| | Buche / Rundholz | 2 | 6 | 6 | 8 | 20 |
| | Eiche-Hainbuche | 1 | 3 | 3 | 4 | 10 |
| Standardprobe | | 1 | 3 | 3 | 4 | 10 |
| Gesamtanzahl | | 21 | 63 | 63 | 84 | 210 |

^a Je zwei Messungen des Äquivalentdurchmessers und des Feretschen Durchmessers

4.2.4 Datenauswertung

Für Holzhackschnitzel wird die Teilchengröße häufig als maximale Ausdehnung definiert. Dennoch können die meisten Bestimmungsmethoden diesen Parameter nicht direkt feststellen, sondern nutzen Klassierungsverfahren (z. B. die Siebung), welche diesem Ziel möglichst nahe kommen. Eine Bestimmung der maximalen Ausdehnung ist hier in der Regel nicht möglich, da bei der Sortierung mit den derzeitigen Messverfahren nicht nur eine Dimension (wie z. B. die Länge) das Ergebnis beeinflusst, sondern auch andere Teilchenabmessungen, wie die Teilchendicke oder -diagonale, eine Rolle spielen, was dazu führt, dass sich im Siebdurchgang auch Teilchen mit mehr als der doppelten Länge des Lochdurchmessers wiederfinden. Damit ist zwangsläufig eine gewisse Unschärfe bei der Separierung der Fraktionen verbunden. Folglich sollten die in Längeneinheiten angegebenen Klassengrenzen nicht als absolute Grenze für die Teilchenlänge, sondern eher als nominelle Klassenbezeichnung aufgefasst werden. Wenn also nachfolgend der Begriff "Teilchengröße" verwendet wird, sind damit eigentlich Lochgrößen, Äquivalent- oder Feretsche Durchmesser gemeint.

Infolge unterschiedlicher Messprinzipien werden bei der Bildanalyse Flächen- und bei der Siebanalyse Massenverteilungen bestimmt. Unter der Annahme, dass die Rohdichten der Einzelteilchen von ihrer Größe unabhängig sind, können nach STIEß [109] beide Mengenarten gleichgesetzt und somit miteinander verglichen werden.

Zur Darstellung von Partikelgrößenanalysen steht eine Vielzahl von normierten grafischen Abbildungsarten (z. B. Potenzfunktionen, RRSB-Funktionen, Dichtefunktionen) und Rechenparametern zur Verfügung, deren Auswahl nach den jeweiligen Fragestellungen erfolgen muss. Zur besseren Vergleichbarkeit von Messungen ist es aber sinnvoll, Größenverteilungen auf die Angabe nur eines einzigen charakteristischen Wertes (z. B. Medianwert oder mittlere Teilchengröße) zu reduzieren. Die ausgewählten Verteilungskenngrößen und deren Darstellung werden im Folgenden erläutert.

Verteilungssummenkurven. Nach DIN 66141 [32] werden Teilchengrößenverteilungen als Verteilungssummenkurve $Q_r(x)$ dargestellt. Dabei werden die addierten prozentualen Mengenanteile (auf der Ordinate) eines Partikelkollektivs einem Feinheitsmerkmal (auf der Abszisse), Lochweite für die Siebverfahren sowie Teilchendurchmesser für die Bildanalyse, zugeordnet. Zur besseren Veranschaulichung werden die Abszissen logarithmisch abgebildet, wodurch beim Ablesen zwischen den Messpunkten Verzerrungen auftreten können. Aus den

erstellten Summenkurven lassen sich unter anderem folgende Verteilungsmerkmale ablesen:

- prozentuale Anteile von Teilchen, die kleiner oder gleich einem bestimmten Zielwert sind
- Lochweiten bzw. Teilchendurchmesser, unter denen sich ein bestimmter Prozentanteil des Partikelkollektivs befindet (z. B. x_{10} , x_{50} , x_{75} , x_{90} , siehe unten)
- maximal gemessene Teilchengröße
- Unterschiede der Bestimmungsmethoden anhand des Kurvenverlaufs bei identischen Proben

Medianwert (x_{50}) und andere Summenkurvenwerte. Der Medianwert eines Teilchenkollektivs ist diejenige Korngröße, unter der 50 % der Partikelmenge (z. B. in Masse, Fläche oder Anzahl) liegen. Demnach wird die Verteilung in zwei Hälften geteilt. Grafisch wird der Medianwert durch den Schnittpunkt der Verteilungssummenkurve $Q_r(x)$ mit der 50%-Horizontalen gebildet. Die mathematische Berechnung erfolgt anhand einer linearen Verbindung zweier Messpunkte (ein Punkt über und ein Punkt unter der 50%-Horizontalen) durch Interpolation. Dies erfolgt nach Gleichung (5):

$$x_{50} = \frac{y - y_2 + m \cdot x_2}{m} \quad (5)$$

Dabei ist

| | |
|------------|---|
| x_{50} | Medianwert der Verteilung |
| y | Funktionswert: $y = f(x_{50}) = 50 \%$ |
| $x_2; y_2$ | Lochgröße bzw. Teilchendurchmesser (x) und Verteilungssumme (y) im Messpunkt P_2 mit einem Mengenanteil über 50 % |
| m | Steigung der Verbindungsgeraden zwischen den Messpunkten $P_1 (y_1; x_1)$ und $P_2 (y_2; x_2)$; errechnet aus: $m = (y_2 - y_1) / (x_2 - x_1)$ |
| $x_1; y_1$ | Lochgröße bzw. Teilchendurchmesser (x) und Verteilungssumme (y) im Messpunkt P_1 mit einem Mengenanteil unter 50 % |

Mittlere Teilchengröße (\bar{x}_r). Die mittlere Teilchengröße (\bar{x}_r) eines Kollektivs ist die Summe der Produkte aus den Mengenanteilen in den einzelnen Fraktionen und den gemittelten Fraktionsgrößen (die gemittelte Größe der Fraktion 8 bis 16 mm ist z. B. 12 mm). Dabei werden die gemittelten Größen in den einzelnen Fraktionen mit ihren entsprechenden Mengenanteilen gewichtet, weshalb dieser

Wert auch als arithmetischer Mittelwert der Teilchengröße bezeichnet werden kann. Gleichung (6) gibt die Berechnung der mittleren Teilchengröße (\bar{x}_r) an.

$$\bar{x}_r = \sum_{i=1}^n \frac{x_i + x_{i-1}}{2} \cdot \frac{\Delta m_i}{m_{ges}} \quad (6)$$

Dabei ist

| | |
|--------------|--|
| \bar{x}_r | Mittlere Teilchengröße in mm |
| x_i | Lochdurchmesser der Fraktion in mm |
| x_{i-1} | Lochdurchmesser der nächstkleineren Fraktion in mm |
| Δm_i | Siebdurchgang der Fraktion in g |
| m_{ges} | Gesamtmenge der Probe in g |
| n | Anzahl der Fraktionen |

Zur Berechnung der mittleren Teilchengröße der Standardprobe (Kapitel 4.2.1.2) wurde die Länge der einzelnen Teilchen mit deren Anteil an der Gesamtmasse multipliziert und anschließend alle Produkte aufsummiert. Gemäß Gleichung (7) lässt sich dies folgendermaßen ausdrücken:

$$\bar{x}_r = \sum_{i=1}^n \frac{x_i \cdot m_i}{100} \quad (7)$$

Dabei ist

| | |
|-------------|---|
| \bar{x}_r | Mittlere Teilchengröße in mm |
| x_i | Länge eines Teilchens der Fraktion in mm |
| m_i | Anteil der Fraktion an der Gesamtmasse in % |
| n | Anzahl der Fraktionen |

Wiederholbarkeit der Ergebnisse. Die Wiederholbarkeit der Messverfahren wurde durch Bestimmung der Variationskoeffizienten der Medianwerte überprüft. Zunächst erfolgte eine Sortierung der Einzelproben in Fein-, Mittel- und Grobhackgut. Zur Auffindung von Unterschieden in den drei Hackgutklassen wurden die Variationskoeffizienten für jede Klasse und jedes Messverfahren berechnet und schließlich gemittelt.

Fehlgutanteil bei der Analyse der Standardprobe. Nach DIN 66160 [33] ist Fehlgut die Summe eines Gutes, welches oberhalb ("Überkorn") bzw. unterhalb ("Unterkorn") einer festgelegten Trenngrenze zugeordnet wird. Das Material zwischen den Trenngrenzen wird als Normalgut bezeichnet. Aufgrund der ge-

neuen Kenntnis der Teilchenabmessungen konnte für die Standardprobe die Fehlzuordnung von Teilchen für jedes der geprüften Verfahren exakt bestimmt und ausgewertet werden. In den hier durchgeführten Versuchen wurde die Masse aller Teilchen als Fehlgut bezeichnet, die gemessen an ihrer Länge entweder als zu klein, d.h. unter der Trenngrenze, abgetrennt wurde oder die Trenngrenze um das 1,25-fache übertraf (über der Trenngrenze); nähere Angaben hierzu bietet Tabelle 21.

Tabelle 21: Trenngrenzen und Fehlgutzuordnungen bei der verwendeten Standardprobe

| Kantenlänge bzw. Teilchen- \varnothing (mm) | Teilchen- Länge (mm) | Lochdurchmesser (mm) | | |
|---|----------------------------|-------------------------------|---|--|
| | | Trenn- grenze ^a | Fehlgut ^b unter Trenngrenze | Fehlgut ^b über Trenngrenze |
| 5 | 5 | 8 | 3,15 | 16 |
| 5 | 12 | 16 | 8 | 45 |
| 5 | 20 | 16 | 8 | 45 |
| 10 | 10 | 16 | 8 | 45 |
| 10 | 24 | 45 | 16 | 63 |
| 10 | 40 | 45 | 16 | 63 |
| 28 | 28 | 45 | 16 | 63 |
| 28 | 70 | 63 | 45 | > 63 |
| 28 | 115 | > 63 | 63 | |

^a Trenngrenze: Lochdurchmesser bei dem die jeweilige Fraktion abgeschieden werden sollte ("Normalgut")

^b Fehlgut: Masse aller Teilchen, welche gemessen an ihrer Länge entweder zu früh ("unter Trenngrenze") abgetrennt wurde oder welche die Trenngrenze um das 1,25-fache übertraf ("über Trenngrenze")

Bei den Siebverfahren wurde der Fehlgutanteil durch Auszählen bestimmt, während bei der Bildanalyse alle 18 verschiedenen Teilchenarten (Tabelle 13, Seite 76) einzeln vermessen und denselben Fraktionsgrenzen der Siebverfahren (3,15 / 8 / 16 / 45 / 63 mm) zugeordnet wurden. Die Trenngrenze entspricht dem Lochdurchmesser, bei welchem das jeweilige Teilchen – gemessen an seiner Länge – erwartungsgemäß abgeschieden werden soll. Beispielsweise ist für ein Teilchen mit einem Durchmesser von 10 mm und einer Länge von 40 mm die Trenngrenze das 45-mm-Sieb. Fällt das Teilchen bei der Trommelsiebung durch diesen Siebboden, wird es als Normalgut registriert, gelangt es allerdings durch die Löcher des 16 bzw. 63-mm-Siebes, wird es als Fehlgut unter bzw. über der Trenngrenze bezeichnet.

Da beim Plansieb ein 63-mm-Siebboden nicht verwendet wurde, sind auch bei den anderen Prüfverfahren nur Siebdurchgänge bzw. –rückstände auf dem 8-, 16- und 45-mm-Siebboden betrachtet worden. Der Toleranzfaktor von 1,25 wurde frei gewählt, da eine entsprechende Norm oder Konvention bislang nicht vorliegt. Der Faktor dient zur Vereinheitlichung der Betrachtungsweise und berück-

sichtigt die Tatsache, dass ein längliches Teilchen – indem es am Schwerpunkt abkippt – durch ein Loch fallen kann, welches im Durchmesser nur halb so groß ist wie die Länge des Teilchens.

Äquivalentdurchmesser und statistische Längen. Zur Klassifizierung von Teilchen werden bei optischen Verfahren deren geometrische Abmessungen in Form von statistischen Längen oder Äquivalentdurchmessern erfasst. Bei der Analyse von Feststoffen sind die statistischen Längen, Feretscher Durchmesser, Martinscher Durchmesser, maximale Sehne sowie der geometrische Äquivalentdurchmesser von Bedeutung. Diese lassen sich wie folgt definieren [33, 100, 109]:

- *Feretscher Durchmesser:* Der Abstand zweier Tangenten, die in einer vorgegebenen Richtung zu beiden Seiten an die projizierte Fläche des Partikels angelegt werden.
- *Maximale Sehne:* Die längste Sehne senkrecht zur Fallrichtung.
- *Martinscher Durchmesser:* Die Länge der Strecke, welche die Projektionsfläche senkrecht zur Fallrichtung halbiert.
- *Äquivalentdurchmesser:* Der Durchmesser eines Kreises (einer Kugel), der (die) denselben Flächeninhalt (dasselbe Volumen) hat wie das unregelmäßige Teilchen.

Die geometrischen Zusammenhänge sind in Abbildung 50 grafisch dargestellt. Der Feretsche Durchmesser ist hier als vertikale Größe angegeben; er kann allerdings auch in unterschiedlichen Winkeln zur Messebene bestimmt werden. Um der tatsächlichen maximalen Länge eines Partikels möglichst nahe zu kommen, muss dabei der jeweils größte Messwert selektiert werden. Im freien Fall werden die Werte je nach zufälliger räumlicher Lage der Partikel zur Projektions- bzw. Messebene größer oder kleiner.

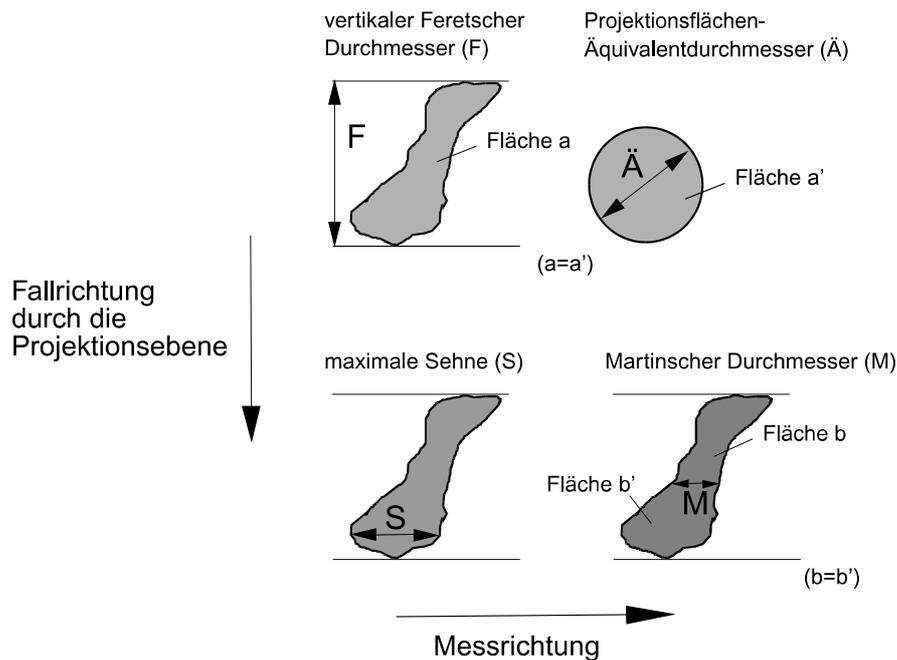


Abb. 50: Definition statistischer Längen und Äquivalentdurchmesser von Teilchen in einer Projektionsebene (nach Rumpf [52, 100])

4.3 Ergebnisse und Diskussion

4.3.1 Verteilungssummenkurven

Die verschiedenen Verteilungssummenkurven (Beispiel in Abb. 51) zeigen, dass die geprüften Messverfahren nur teilweise vergleichbare Werte liefern. Bei der Plansiebung wird der Feinanteil im Vergleich zu den übrigen Methoden generell höher eingeschätzt. Dies ist darauf zurückzuführen, dass lange und dünne Teilchen die Sieblöcher zum Teil schon bei der Materialaufgabe senkrecht passieren können.

Bei der Trommelsiebung ist dieser Fehler geringer. Durch die Rotation der Trommel werden den Teilchen immer wieder andere Löcher angeboten, was die Durchgangswahrscheinlichkeit für lange und dünne Partikel verringert. Außerdem richten sich die Teilchen auf den rotierenden Siebböden häufiger horizontal aus und werden daher leichter zu den passenden Sieben transportiert, um dort korrekt abgeschieden zu werden.

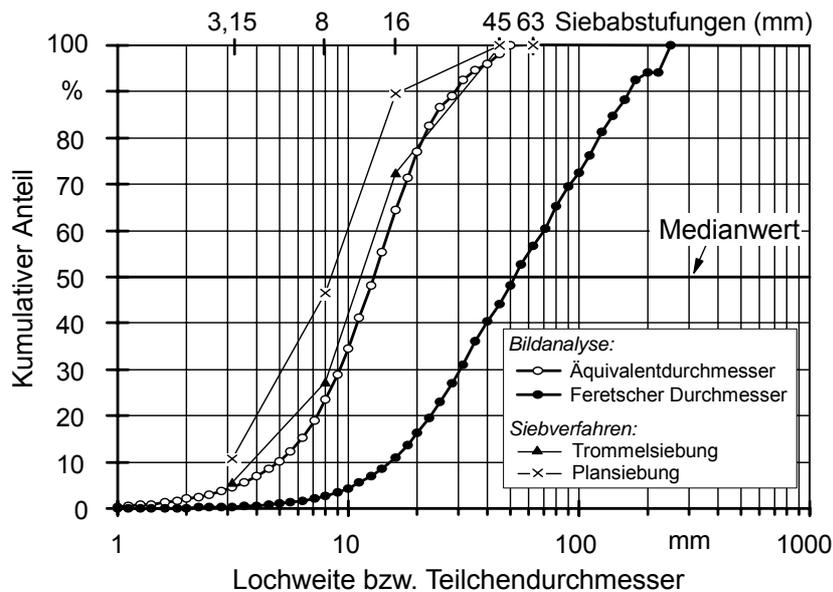


Abb. 51: Verteilungssummenkurven; Ergebnisse unterschiedlicher Messverfahren. Beispiel hier: Fichten-Mittelhackgut (Mittelwerte aus jeweils drei bzw. zwei Wiederholungen für die Sieb- und Bildanalyseverfahren)

Bei der Anwendung der Bildanalyse – vor allem bei Bestimmung des Feretschen Durchmessers – treten sogar noch größere Unterschiede auf. Die Ergebnisse zeigen, dass eine Klassifizierung nach dem Feretschen Durchmesser die Korngrößen stark überschätzt. Während bei beiden Siebverfahren kein Rückstand auf dem 63-mm-Sieb festzustellen war (was sich durch manuelle Vermessungen der größten Teilchen belegen ließ), wurden bei der bildanalytischen Bestimmung (nach Feretschem Durchmesser) sogar Teilchen über 200 mm ausgewiesen. Vermutlich sind Partikelüberschneidungen während des Fallens durch die Projektionsebene für eine derartige Überschätzung verantwortlich. Auch eine zu geringe Fallhöhe vom Ende der Dosiertrinne bis zur Ebene der Zeilenkamera (70 mm) könnte die Abweichungen verursacht haben; dadurch können sich zum einen größere Teilchen, die sich noch nicht vollständig im freien Fall befinden, länger im Aufnahmefeld der Kamera aufhalten, zum anderen können aber auch ungleiche Fallgeschwindigkeiten der Teilchen vor der Kamera zu einer Überschätzung der Partikellängen führen.

Im Gegensatz zur Klassifizierung nach Feretschem Durchmesser konnte eine relativ gute Übereinstimmung zwischen den Ergebnissen der Trommelsiebung und der bildanalytischen Klassifizierung nach dem Äquivalentdurchmesser festgestellt werden. Alle hier beschriebenen Trends wurden auch bei Fichten- und Buchen-Feinhackgut beobachtet (Anhang Abb. A9).

Bei Grobhackgut waren allerdings die Übereinstimmungen zwischen Trommelsiebung und der Klassifizierung nach dem Äquivalentdurchmesser deutlich geringer (Abb. 52). Im Gegensatz zum geprüften Fein- und Mittelhackgut lassen sich bei groben Hackschnitzeln vorwiegend flache, quadratische Teilchenformen finden (Abb. 42, Abb. 43 und Abb. 44), welche der Zeilenkamera eine sehr viel größere Projektionsfläche bieten als lange und dünne Partikel. Die längste vertikale Ausdehnung der Teilchen, welche bei Siebprozessen den Siebdurchgang oder -rückstand stark beeinflusst, erhöht sich bei den hier vorliegenden flachen, quadratischen Teilchen in wesentlich geringerem Maße als die erfassbare Projektionsfläche. Unterschiede zwischen bildanalytischen Methoden und Siebverfahren sind demnach bei diesen Teilchenformen stärker ausgeprägt. Eine Regressionsanalyse ($\alpha = 0,05$) zwischen den Medianwerten der Trommelsiebung und der Differenz zwischen bildanalytischer Bestimmung des Äquivalentdurchmessers und Trommelsiebung ($n = 12$) bestätigt diese Beobachtungen. Demnach konnten signifikante Zusammenhänge mit einem positiven Korrelationskoeffizienten bei einem Bestimmtheitsmaß r^2 von 0,62 zwischen beiden Größen nachgewiesen werden (p -Wert = 0,002), d. h. mit zunehmender Korngröße nimmt auch der Unterschied zwischen beiden Messverfahren zu.

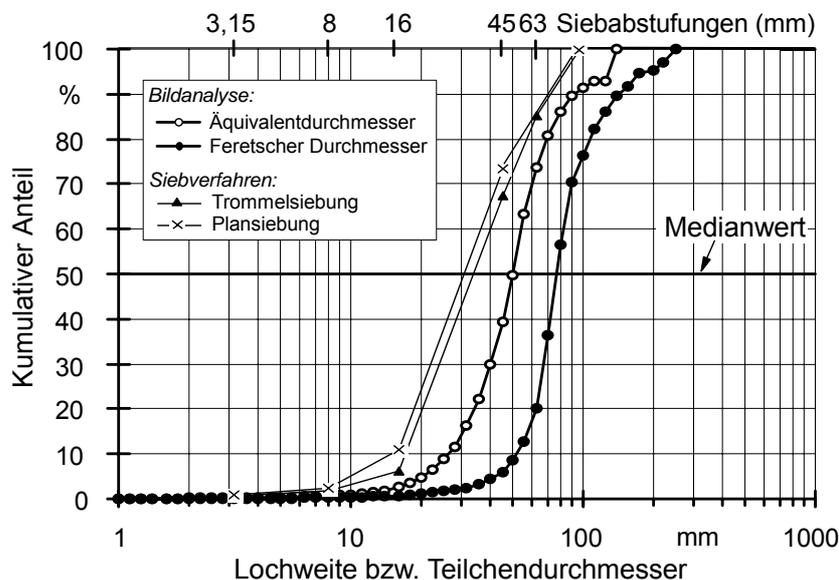


Abb. 52: Verteilungssummenkurven; Ergebnisse unterschiedlicher Messverfahren. Beispiel hier: Fichten-Grobhackgut (Mittelwerte aus jeweils drei bzw. zwei Wiederholungen für die Sieb- und Bildanalyseverfahren)

Gleichzeitig verringert sich mit zunehmender Teilchengröße die Differenz zwischen den beiden Siebverfahren. Auch dieser Zusammenhang konnte regressionsanalytisch nachgewiesen werden (p -Wert = 0,006). Aufgrund der größeren Masse erhöhen sich bei flachen und quadratischen Teilchen gleicher Teilchenlänge die Drehmomente. Zusätzlich reduzieren sich – v.a. bei der Horizontalsieb-

bung – infolge von höheren Reibungskräften bei größeren Partikeloberflächen vertikale Ausrichtungen der Teilchen.

4.3.2 Medianwert und mittlere Teilchengröße

Um alle Brennstoffe gemeinsam in einer vergleichenden Bewertung betrachten zu können, wurden die Medianwerte der einzelnen Proben durch lineare Interpolationen zweier Wertepaare für jede Bestimmungsmethode berechnet. Die Ergebnisse dieser Berechnungen sind in Tabelle 22 dargestellt. Sie zeigen, dass bei Holzhackschnitzeln die Horizontalsiebung im Durchschnitt zu einem etwa 20 % niedrigeren Medianwert im Vergleich zur Trommelsiebung führt, während die Bildanalyse im Äquivalent- und im Feret-Modus jeweils um 12 bzw. 370 % höhere Werte liefert. Mit der Zunahme der Hackschnitzelgröße nimmt bei der Bildanalyse (Äquivalent-Modus) die Übereinstimmung mit der Trommelsiebung ab, während sie für die Horizontalsiebung zunimmt.

Tabelle 22: Medianwerte aller geprüften Brennstoffe und deren relative Abweichungen zu Messungen in einem Rotationssieb

| geprüfter Brennstoff | Rotations- siebung (mm) | Rel. Abweichung zur Rotationssiebung (Referenz) | | |
|--|-------------------------------|---|-----------------------------------|------------------------------|
| | | Horizontal- siebung | Bildanalyse "Äquivalent"-Modus | Bildanalyse "Feret"-Modus |
| Feinhackgut (Trommelhacker mit feinem Quadratlochsieb): | | | | |
| Fichte 1 (keine Nadeln) | 10,32 | -34,4 % | -2,0 % | 212,5 % |
| Fichte 2 (keine Nadeln) | 10,83 | -34,2 % | -12,0 % | 106,8 % |
| Fichte (Schwarte) | 8,87 | -14,2 % | -5,2 % | 321,9 % |
| Buche | 6,59 | -25,2 % | -0,9 % | 105,8 % |
| Pappel | 10,49 | -23,4 % | 13,6 % | 1.195,6 % |
| <i>Durchschnitt:</i> | – | -26,3 % | -1,3 % | 388,5 % |
| Mittelhackgut (Trommelhacker mit grobem Quadratlochsieb): | | | | |
| Fichte (keine Nadeln) | 12,22 | -29,5 % | 5,5 % | 332,9 % |
| Fichte mit Nadeln | 10,10 | -35,9 % | 5,6 % | 219,0 % |
| Buche | 13,47 | -22,4 % | 6,9 % | 341,8 % |
| Fichte (Schwarte) | 13,07 | -10,6 % | 49,0 % | 701,9 % |
| Straßenbegleitholz | 12,68 | -12,9 % | 11,8 % | 880,2 % |
| <i>Durchschnitt:</i> | – | -22,3 % | 15,8 % | 495,2 % |
| Grobhackgut (Schneckenhacker): | | | | |
| Fichte 1 (keine Nadeln) | 36,83 | -7,4 % | 37,1 % | 109,1 % |
| Fichte 2 (keine Nadeln) | 34,68 | -8,9 % | 7,6 % | 192,6 % |
| Buche | 37,03 | -8,0 % | 37,8 % | 106,0 % |
| <i>Durchschnitt:</i> | – | -8,1 % | 27,5 % | 135,9 % |
| sonstige Brennstoffe: | | | | |
| Sägespäne | 2,16 | -14,8 % | 9,7 % | 250,9 % |
| Hobelspäne | 5,84 | 68,0 % | 91,6 % | 280,0 % |
| Rinde (Lärche) | 21,55 | -38,5 % | -2,2 % | 224,0 % |
| <i>Durchschnitt:</i> | – | 4,9 % | 33,0 % | 251,6 % |
| Gesamtdurchschnitt (nur Hackgut): | | -20,5 % | 11,9 % | 371,2 % |

Auch bei einer näheren Betrachtung der mittleren Teilchengrößen (Beispiel Mittelhackgut: Abb. 53; Fein- und Grobhackgut: Anhang Abb. A10 und Abb. A11) konnten ähnliche Ergebnisse festgestellt werden. Besonders auffallend sind die extrem hohen Unterschiede der bildanalytischen Bestimmung des Feret-Durchmessers zu allen anderen Verfahren bei der Pappel (fein) sowie den Mittelhackgut-Proben Fichte (Schwarte) und Straßenbegleitholz. Alle drei Proben enthalten etliche dünne, lange oder faserige Partikel, welche zum Teil aneinander hängen oder ineinander verhakt sind. Bereits beim Abkippen von der Rüttelrinne können diese Teilchen in den Aufnahmebereich der Zeilenkamera hineinragen und werden somit in ihrer Länge deutlich überschätzt.

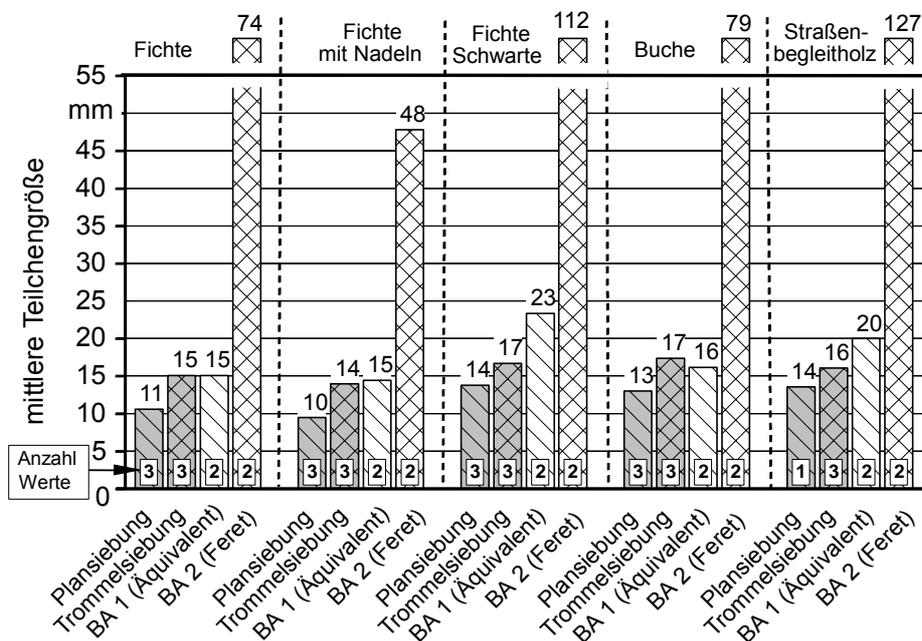


Abb. 53: Mittlere Teilchengröße von Mittelhackgut bei unterschiedlichen Bestimmungsverfahren. BA 1: bildanalytische Klassierung nach dem Äquivalentdurchmesser. BA 2: bildanalytische Klassierung nach dem Feretschen Durchmesser.

Die Medianwerte der geprüften Messverfahren lassen sich ebenfalls für die Standardprobe berechnen, wobei außerdem der "wirkliche" Wert anhand der bekannten Partikeleigenschaften ermittelt worden war. Grundsätzlich konnten die gleichen Unterschiede zwischen den Verfahren wie auch schon bei den Messungen mit konventionellen Brennstoffen gefunden werden. Auch hier markieren die Horizontalsiebung und die bildanalytische Bestimmung nach dem Feretschen Durchmesser das obere und das untere Ende der Bandbreite bei den Medianwerten. Die besten Übereinstimmungen mit dem "wirklichen" Medianwert zeigen sich bei Plan- und Trommelsiebung (Abb. 54, links). Dies trifft allerdings nicht zu, wenn anstelle des Medianwertes die mittlere Teilchengröße betrachtet wird. Die Siebverfahren führen dann zu niedrigeren Partikelgrößen, während die

beste Übereinstimmung bei der optischen Bestimmung des Äquivalentdurchmessers beobachtet wurde (Abb. 54, rechts).

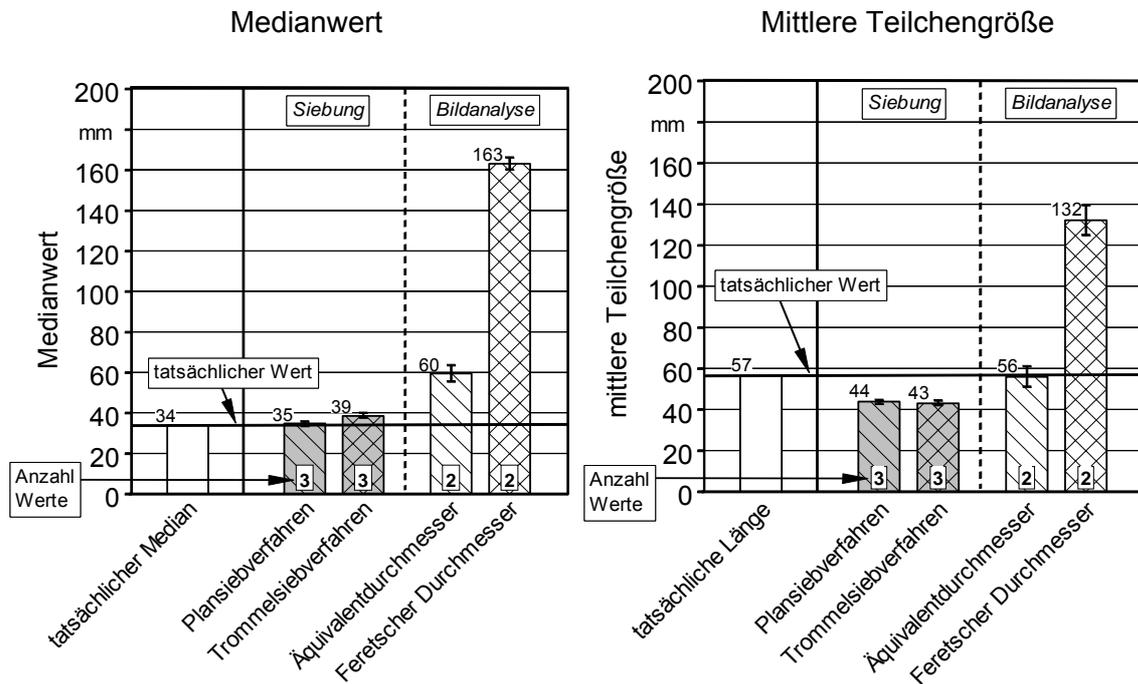


Abb. 54: Tatsächliche und gemessene Medianwerte (links) und mittlere Teilchengrößen (rechts) der Standardprobe bei Verwendung für unterschiedlicher Bestimmungsverfahren (die tatsächlichen Werte wurden durch Längenmessung der Einzelteilchen ermittelt)

4.3.3 Wiederholbarkeit

Ein weiteres Bewertungskriterium ist die Wiederholbarkeit der Verfahren. Hierbei zeigt die Trommelsiebung die geringsten mittleren Variationskoeffizienten (durchschnittlich 0,70 %), und auch bei der Plansiebung lassen sich die Werte gut reproduzieren (1,04 %). Bei der Bildanalyse dagegen steigen die Variationskoeffizienten im Äquivalentdurchmesser-Modus mäßig (2,18 %) und im Feret-Modus (6,19 %) stark an. Der große Unterschied bei den beiden bildanalytischen Verfahren lässt sich darauf zurückführen, dass die Bestimmung des Feret'schen Durchmesser sehr viel stärker von der Ausrichtung der Teilchen während des Fallens abhängig ist als die Bestimmung des Äquivalentdurchmessers. Die Gesamtanzahl der beobachteten Wiederholungen lag zwischen 32 und 53.

Tabelle 23: Mittlere Variationskoeffizienten der Medianwerte in den unterschiedlichen Hackgutklassen (Fein-, Mittel-, Grobhackgut) bei der Bestimmung mit verschiedenen Verfahren

| Bestimmungsverfahren | Anzahl der Messungen | | | | Mittl. Variationskoeffizienten der Medianwerte (%) | | | Durchschnitt ^a |
|-------------------------------------|----------------------|--------|------|----------|--|--------|------|---------------------------|
| | Fein | Mittel | Grob | Σ | Fein | Mittel | Grob | |
| Plansiebung | 15 | 12 | 6 | 33 | 1,60 | 0,64 | 0,42 | 1,04 |
| Trommelsiebung | 22 | 15 | 16 | 53 | 0,64 | 0,54 | 1,08 | 0,70 |
| <i>Bildanalyse-Klassifizierung:</i> | | | | | | | | |
| Äquivalentdurchmesser | 13 | 10 | 9 | 32 | 1,72 | 3,10 | 1,38 | 2,18 |
| Feret-Durchmesser | 13 | 10 | 9 | 32 | 3,61 | 7,17 | 8,86 | 6,19 |

^a gewichteter Durchschnitt über die Anzahl der Messungen

4.3.4 Fehlgutanteil

Die Auswertung der Standardprobe hinsichtlich der Fehlgutanteile in den einzelnen Teilchenfraktionen erlaubt eine genauere Beurteilung der geprüften Verfahren (Tabelle 24). Die Fehlgutzugordnungen über und unter den jeweiligen Trenngrenzen (TG) beziehen sich dabei auf die jeweiligen Mengenanteile in den einzelnen Fraktionen, während das Fehlgut an der Gesamtprobe auf die Gesamtmasse der Probe bezogen wird. So sind z. B. bei der Trommelsiebung 10,6 % aller Teilchen mit einer runden Querschnittsfläche, 5 mm Durchmesser und einer Länge von 20 mm unterhalb der Trenngrenze abgeschieden worden, was etwa 0,3 % der gesamten Probenmasse entspricht.

Bei der bildanalytischen Bestimmung des Äquivalentdurchmessers wurden die geringsten Fehlgutanteile (2,4 %) festgestellt. Bei der Trommelsiebung wurden 8,3 % der Teilchenmasse als Fehlgut zugeordnet; sie lag damit deutlich günstiger als das Plansiebverfahren (18,4 %), obgleich es dadurch offenbar beim Medianwert und bei der mittleren Teilchengröße (Abb. 54) zu keinen größeren Unterschieden kommt. Hier bestätigen sich Erfahrungen mit Praxisbrennstoffen, nach denen die Teilchen bei der Plansiebung tendenziell eher als "zu klein" sortiert werden; auch hier handelte es sich nahezu durchgehend um Fehlzugordnungen "unter" der festgelegten Trenngrenze. Ein ähnlicher Trend ist auch bei der Trommelsiebung festzustellen, wo offenbar viele Teilchen zu früh abgeschieden werden, wenngleich die "falschen" Zuordnungen sehr viel niedriger ausfallen.

Tabelle 24: Fehlgutanteile der Standardprobe bei Anwendung der geprüften Messverfahren (Werte gerundet)

| Querschnitt | Abmessungen (mm) ^c | Trommelsiebung ^a | | | Plansiebung ^a | | | Bildanalyse ^a (Feret-Modus) | | | Bildanalyse ^a (Äquivalent-Modus) | | |
|------------------|-------------------------------|---------------------------------|----------------------|-----------------------|--------------------------|----------------------|-----------------------|--|----------------------|-----------------------|---|----------------------|-----------------------|
| | | Fehlgutanteile ^b (%) | | | | | | | | | | | |
| | | unter TG ^b | über TG ^b | Anteil an Gesamtprobe | unter TG ^b | über TG ^b | Anteil an Gesamtprobe | unter TG ^b | über TG ^b | Anteil an Gesamtprobe | unter TG ^b | über TG ^b | Anteil an Gesamtprobe |
| quadra- tisch | 5/5 | | 8,3 | 0,1 | | 0,1 | 0,0 | 0,1 | 39,1 | 0,7 | 0,0 | 0,7 | 0,0 |
| | 5/12 | 2,1 | 0,1 | 0,0 | 6,7 | 0,1 | 2,8 | | 0,1 | 3,7 | | 0,1 | |
| | 5/20 | | | 0,0 | 10,0 | | 0,2 | 1,0 | 78,0 | 1,5 | 1,3 | 2,0 | 0,1 |
| | 10/10 | | | 0,0 | | | 0,0 | 0,0 | 0,9 | 0,0 | 0,0 | 1,1 | 0,0 |
| | 10/24 | 13,8 | | 0,5 | 70,8 | | 2,7 | 7,3 | | 0,3 | 16,0 | | 0,6 |
| | 10/40 | | 1,9 | 0,1 | 7,4 | | 0,3 | | 24,0 | 1,1 | 0,4 | | 0,0 |
| | 28/28 | | 3,7 | 0,3 | | | 0,0 | | 38,7 | 3,0 | | | 0,0 |
| | 28/70 | 3,7 | | 0,4 | | | 0,0 | | | 0,0 | | | 0,0 |
| 28/115 | | | 0,0 | | | 0,0 | | | 0,0 | | | 0,0 | |
| Σ quadrat. (%) | | | | 1,4 | | | 3,4 | | | 6,7 | | | 0,8 |
| rund | 5/5 | | 1,24 | 0,0 | | | 0,0 | 0,0 | 0,3 | 0,0 | 0,0 | 1,0 | 0,0 |
| | 5/12 | 54,8 | | 1,3 | 66,4 | | 1,5 | 4,4 | | 0,1 | 10,3 | | 0,2 |
| | 5/20 | 10,6 | | 0,3 | 19,3 | | 0,6 | 1,1 | 78,7 | 2,5 | 3,1 | | 0,1 |
| | 10/10 | | 0,22 | 0,0 | | | 0,0 | 0,0 | 1,1 | 0,1 | | 1,4 | 0,1 |
| | 10/24 | 60,2 | | 2,4 | 99,4 | | 4,0 | 5,2 | 5,2 | 0,4 | 27,9 | | 1,1 |
| | 10/40 | 8,6 | | 0,5 | 26,2 | | 1,4 | 0,1 | 15,0 | 0,8 | 1,8 | | 0,1 |
| | 28/28 | | | 0,0 | | | 0,0 | 0,1 | | 0,0 | | | 0,0 |
| | 28/70 | 23,3 | | 2,0 | 73,3 | | 6,2 | | | 0,0 | | | 0,0 |
| 28/115 | 3,0 | | 0,4 | 9,1 | | 1,3 | | | 0,0 | | | 0,0 | |
| Σ rund (%) | | | | 6,9 | | | 15,0 | | | 3,8 | | | 1,6 |
| Σ Gesamt (%) | | | | 8,3 | | | 18,4 | | | 10,5 | | | 2,4 |

^a nur Durchgänge bzw. Rückstände der 8, 16 und 45 mm Siebe berücksichtigt (auch bei Bildanalyse hier nur bis 45 mm Klasse)

^b TG Trenngrenze

^c links: Kantenlänge bzw. Durchmesser, rechts: Länge

Nach den bisherigen Ergebnissen der foto-optischen Bestimmung des Feret'schen Durchmessers sind die Fehlgutanteile mit 10,5 % überraschend gering. Dies ist allerdings darauf zurückzuführen, dass Fehlzuordnungen über 45 mm Lochdurchmesser in der Datenauswertung nicht berücksichtigt wurden, um eine Vergleichbarkeit mit der Plansiebung sicherzustellen, für die kein 63-mm-Siebboden verwendet werden konnte. Im Gegensatz zu allen anderen Verfahren treten bei der Messung im Feret-Modus vor allem Überschätzungen der "wirklichen" Teilchengrößen auf, wofür, wie bereits erwähnt, Partikelüberschneidungen in der Projektionsebene oder eine zu geringe Fallhöhe vom Ende der Do- sierrinne bis zur Projektionsebene als Ursache anzusehen sind.

Generell müssen die Ergebnisse mit der Standardprobe vorsichtig interpretiert werden, da zum einen die Anzahl der Größenklassen für beide Siebverfahren relativ gering war (jeweils nur 5 bzw. 6 Fraktionen) und zum anderen die Ergebnisse durch die willkürliche Festlegung der Partikellängen und -durchmesser in

der Standardprobe verfälscht sein könnten. Außerdem wäre ein größeres Sortiment an Teilchengrößen und -formen für eine genauere Imitation typischer Hackschnitzzeleigenschaften wünschenswert. Bei zukünftigen Untersuchungen sollte ein weiteres Länge-Durchmesser-Verhältnis vor allem bei den feinen Teilchenfraktionen berücksichtigt werden, um den problematischen länglichen Hackschnitzelteilchen besser Rechnung tragen zu können. In weiterführenden Studien wäre eine manuelle Vermessung der Abmessungen (Länge, Breite, Höhe, Masse) aller Einzelteilchen von Hackschnitzelproben wünschenswert. Rückschlüsse auf tatsächliche Fehlzuordnungen bei echten Hackschnitzelproben sind dann möglich.

4.4 Schlussfolgerungen

Die Teilchengrößenanalyse bei Biobrennstoffen erweist sich als schwierige Aufgabe mit hohen Messunsicherheiten und großen Streuungen. Der Einsatz von regelmäßigen Teilchen als Standardprobe für die Verifizierung der Messergebnisse mit Sieb- und Bildanalyseverfahren kann kaum die tatsächlichen Eigenschaften einer Holzhackschnitzelprobe widerspiegeln. Mit Blick auf diese Einschränkungen können aus den dargestellten Ergebnissen folgende Schlussfolgerungen gezogen werden:

- Alle vier geprüften Messmethoden (Plansiebung, Trommelsiebung, bildanalytische Bestimmung des Äquivalent- und Feretschen Durchmessers) sind nicht miteinander kompatibel. Im Vergleich zur Rotationssiebung neigen Werte der Horizontalsiebung zu einer Überschätzung der kleineren Partikelfraktionen.
- Das Trommelsiebverfahren stellt unter den Siebverfahren eine interessante Alternative für eine schnelle und bedienungsfreundlichere Größenklassifizierung dar. Eine sehr gute Wiederholbarkeit der Ergebnisse und eine deutliche Reduzierung von Fehlzuordnungen bei den langen und dünnen Teilchen unterstreichen die Vorteile.
- Bildanalyseverfahren bergen ein hohes Potenzial für schnelle und sogar kontinuierliche bzw. automatisierte Größenklassifizierung, welche in einem umfassenden Qualitätssicherungssystem nützlich sein könnten. Eine direkte Vergleichbarkeit der Ergebnisse zu anderen Messsystemen ist allerdings nicht automatisch gegeben, sondern es bedarf vielmehr individueller Prüfungen und Anpassungen. Die Klassifizierung nach dem Äquivalentdurchmesser kann hierbei gute Übereinstimmungen mit den Ergebnissen einer Trommel- oder Plansiebung bringen. Dagegen führen die Ergebnisse, die bei Verwendung

des Feretschen Durchmessers als Klassifizierungsmerkmal zustande kommen, zu einer deutlichen Überschätzung der tatsächlichen Teilchengrößen; das gilt zumindest für die hier untersuchte Geräteausführung, die bisher noch nicht speziell für den Einsatz mit Holzhackschnitzeln optimiert wurde. Beim gegenwärtigen Stand stellt die Bildanalyse somit vor allem eine Technologie für die zeitnahe Verfahrensoptimierung und -steuerung in laufenden Produktionsprozessen dar.

- Eine Optimierung bildanalytischer Systeme kann durch eine gezieltere Vereinzelung der Teilchen erreicht werden, indem z. B die Teilchen nach der Dosierschwingrinne auf ein schnell laufendes Förderband gelangen. Wenn gleichzeitig das zeilenförmige Messfeld kurz hinter das Förderband verlagert wird, kann eine gleichmäßige Geschwindigkeit der Teilchen erreicht sowie ein Abkippen vermieden werden. Schließlich wäre die Bestimmung der maximalen Ausdehnung eines Teilchens sinnvoller als der vertikale Feretsche Durchmesser.
- Die Entwicklung von Testmaterialien (Standardproben für Korngrößenanalysen) bzw. Vorschriften zu deren Herstellung ist wünschenswert. Für eine genaue Kenntnis der tatsächlichen Größenverteilungsparameter sollten die Länge, die Breite und die Masse (evtl. auch die Höhe) jedes einzelnen Probenteilchens manuell bestimmt werden. Um eine Quantifizierung von Fehlzuordnungen nach einer Siebung zu erleichtern, könnten die vermessenen Teilchen in Größenklassen eingeteilt und mit verschiedenen Farben gekennzeichnet werden. Dieser relativ große Aufwand ist kaum vermeidbar, wenn aussagefähige Ergebnisse zustande kommen sollen.

5 Verfahren zur Bestimmung der Schüttdichte

5.1 Übliche Messverfahren

Die Schüttdichte wird berechnet aus dem Quotienten der Masse des in einen Messbehälter gegebenen Gutes und dem bekannten Füllvolumen des Behälters. Allerdings stimmen die in der Praxis angewandten Bestimmungsmethoden selten miteinander überein, und auch die einzelnen für die Schüttdichtebestimmung anzuwendenden nationalen Prüfnormen lassen große Unterschiede erkennen. Vor allem die Wahl der Messbehältergröße und -form, aber auch methodische Vorgehensweisen wie Materialverdichtung, Art der Befüllung des Behälters oder die Berücksichtigung des Wassergehaltes weichen voneinander ab; eine Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist somit kaum gegeben. In Tabelle 25 sind die Prüfvorschriften der deutschen, schwedischen und US-amerikanischen Normen für Festbrennstoffe bzw. Pellets gegenübergestellt.

Das Deutsche Institut für Normung (DIN) schreibt die Bestimmung der Schüttdichte für feste Brennstoffe nach DIN 51705 [25] vor. Diese Norm wird vor allem bei Kohlebrennstoffen angewendet; für Biomassen liegen derzeit keine Erfahrungen vor. Die Bestimmung erfolgt in einem würfelförmigen Behälter aus Holz oder Metall (Volumen: 0,200 m³, Innenmaße: 585 × 585 × 585 mm). Zur Vermeidung von Kornzerfall soll die Fallhöhe bei der Befüllung so niedrig wie möglich sein. Der Behälter wird so hoch befüllt, bis das Schüttgut über dem Behälterrand einen Kegel mit maximaler Höhe bildet. Danach wird das überstehende Gut mit einer Vierkanteleiste aus Holz abgestrichen. Schließlich wird die Nettomasse des gefüllten Behälters ermittelt. Die Schüttdichte errechnet sich nach Gleichung (8), wobei der Wassergehalt stets angegeben werden soll:

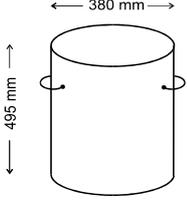
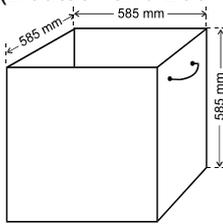
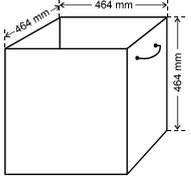
$$d_{(i.roh)} = \frac{m_1 - m_0}{V} \quad (8)$$

Dabei ist

| | |
|---------------|---|
| $d_{(i.roh)}$ | Schüttdichte in kg/m ³ |
| m_1 | Masse des Behälters mit Füllung in kg |
| m_0 | Leermasse des Behälters in kg |
| V | Volumen des Behälters in m ³ |

Für landwirtschaftliche Produkte existiert auch ein US-amerikanischer Standard ASAE S269.4 [1]. Dort ist ein zylinderförmiger Behälter mit den Innenmaßen von 380 mm Durchmesser und 495 mm Höhe (56,15 l) beschrieben. Im Gegensatz zur deutschen Norm wird eine Fallhöhe von 610 mm ab der Oberkante des Behälters und zusätzlich ein fünfmaliges Aufstoßen des gefüllten Behälters aus einer Höhe von 150 mm gefordert. Ein Vierkantholz zum Abstreichen des Überstandes wird nicht erwähnt, dafür sollen aber in einer aufwändigen Prozedur alle Partikel, die mehr als die Hälfte ihres Volumens über den Rand des Behälters herausstehen, entfernt werden. Nach einer schwedischen Vorschrift SS 187179 [112] für Torf und Holzhackschnitzel wird sogar ein zehnmaliges Aufstoßen aus einer Höhe von 200 bis 300 mm oder bis die Wiederauffüllung weniger als 0,5 kg beträgt gefordert.

Tabelle 25: Prüfvorschriften verschiedener nationaler Normen und Standards zur Schüttdichtebestimmung von Festbrennstoffen [1, 25, 112]

| | ASAE S269.4 (USA 1996) | DIN 51705 (Deutschland 2001) | SS 187179 (Schweden 1990) |
|-------------------------------|---|---|---|
| |  |  |  |
| Anwendung | Pellets | Festbrennstoffe (Kohle) | Torf, Holzhackschnitzel |
| Füllvolumen (l) | 56,15 | 200 | 100 |
| Abmessungen (mm) | Höhe: 495 Durchmesser: 380 | 585 × 585 × 585 | 464 × 464 × 464 |
| Fallhöhe | 610 mm über der Oberkante des Behälters | so niedrig wie möglich; nie über 500 mm | 200-300 mm über der Oberkante des Behälters |
| Erschütterungen | 5-maliges Aufsetzen aus 150 mm Fallhöhe | keine | 10-maliges Aufsetzen aus 200 bis 300 mm Fallhöhe (bis Wiederauffüllung < 0,5 kg) |
| Abziehen der Probenoberfläche | Entfernen aller Teilchen, welche mit mehr als 50 % ihres Volumens an der Oberkante überstehen | Entfernen aller überstehenden oder blockierenden Teilchen durch Abstreichen der Oberfläche mit Vierkantleiste | Entfernen aller überstehenden oder blockierenden Teilchen durch Abstreichen der Oberfläche mit einer Vierkantleiste |
| Wiederholungen | 3 | 2 | 2 (3 bei heterogener Probe) |
| Zulässiger Wassergehalt | keine Angaben | keine Angaben | keine Angaben (Hinweis, wenn Proben gefroren oder bei Feldanalyse) |
| Angabe des Wassergehaltes | 0 % | bei gegebenem Wassergehalt | keine Angaben (bei Raumtemperatur) |

Weitere Prüfvorschriften existieren für Getreidekörner. Zur Einhaltung gleichmäßiger Fallhöhen werden die entsprechenden Proben bei der Bestimmung der Hektolitermasse zunächst in einen Fülltrichter, der sich über einem Messbecher (250 ml) befindet, geschüttet. Die beiden Räume sind bei der Befüllung durch ein Abstreichmesser getrennt. Sobald das Messer herausgezogen wird, kann das Probenmaterial aus einer konstanten Fallhöhe in den Messbehälter rieseln [96, 116]. Eine ähnliche Vorgehensweise wird bei der Schüttdichtebestimmung von körnigen Kunststoffen empfohlen (DIN 53466 [31]). Zur Kontrolle der Gleichmäßigkeit der Struktur von Formmassen, wird in derselben Norm ein Verfahren zur Bestimmung der Stopfdichte beschrieben. Um einheitliche Verdichtungen im Messbehälter zu erreichen, wird dabei ein Kolben mit genau definierter Masse auf die Probenoberfläche im Messbehälter aufgelegt. Ferner kann die Bestimmung der Stampfdichte zum Vergleich von körnigen Kohlenstoffmaterialien in einem Stampfvolumeter erfolgen (nach DIN 51916 [28], DIN EN ISO 787-11 [22]): Ein gefüllter Messbehälter wird von einer Nockenwelle angehoben und fällt dann aus genau definierter Höhe auf einen Amboss. Nach einer bestimmten Anzahl von Stampfschlägen wird abschließend der Füllstand im Behälter abgelesen.

5.2 Material und Methoden der Versuchsdurchführung

5.2.1 Verwendete Brennstoffproben

Der Schwerpunkt der Betrachtungen liegt auf der Schüttdichtebestimmung von Holzbrennstoffen (Hackschnitzel). Die Herstellung des Fein- und Grobhackguts erfolgte mit einem Trommel- (Fa. Heizomat, Typ HM8-400, 120 kW) bzw. einem Schneckenhacker (Fa. Sasmu, Typ HP-25, 100 kW). Untersucht wurden überwiegend Fichten- (7), aber auch Buchen- (3), Pappel- (1), Weiden- (1) und Straßenbegleithackgut (1). Zusätzlich wurden auch Vergleichsmessungen mit anderen Brennstoffen wie Rinde, Hobel- und Sägespäne, Holzpellets, Häcksel-Halmgut und Getreidekörnern durchgeführt. Weitere Merkmale und die bearbeiteten Versuchsfragen sind in Tabelle 27 und Tabelle 28 zusammengestellt.

5.2.2 Messverfahren und Versuchsaufbau

Nach DIN 51705 [25] ist die Schüttdichte der Quotient aus der Masse des in einen definierten Behälter geschütteten Gutes und dem Volumen dieses Behäl-

ters. Hohlräume zwischen den Teilchen werden vom Volumen nicht abgezogen. Das Ergebnis ist in kg/m^3 , bezogen auf den jeweiligen Wassergehalt, anzugeben und nach Gleichung (8) zu berechnen.

In allen Versuchsreihen wurden vier verschiedene Messbehälter, zwei würfel- und zwei zylinderförmige, mit unterschiedlichen Abmessungen und Füllvolumina verwendet (Tabelle 26). Die Würfel hatten ein Nennvolumen von 200 l (nach DIN 51705 [25]) und 50 l, während das Nennvolumen der Zylinder bei 56,15 l (nach ASAE S269.4 [1]) und bei 15 l lag. Die vier Behälter waren aus Edelstahl und hatten die nach DIN geforderten glatten Innenoberflächen. An den Gefäßen waren Griffe bzw. Griffleisten angebracht worden, welche die Handhabung erleichterten und die Stabilität der Würfel erhöhten. Um bei großen Massen Deformationen der Behälterwände zu vermeiden, waren die Wände des 200-l-Würfels zusätzlich mit horizontalen Leisten verstärkt worden.

Tabelle 26: Kenndaten der für Schüttdichtebestimmungen verwendeten Messbehälter

| | 200-l-Behälter | 50-l-Behälter | 56-l-Behälter | 15-l-Behälter |
|---------------------|---------------------|--------------------|---------------------|---------------------|
| Material | Edelstahl | Edelstahl | Edelstahl | Edelstahl |
| Form | Würfel | Würfel | Zylinder | Zylinder |
| Abmessungen (mm) | 585×585×585 | 368×368×368 | Höhe: 495 Ø: 380 | Höhe: 318 Ø: 240 |
| Volumen (l) | 200,48 ^a | 50,25 ^a | 56,15 ^b | 14,73 ^b |
| Masse (kg) | 21,556 | 9,059 | 7,783 | 2,421 |
| Wandfläche/Volumen | 8,54 | 13,48 | 12,60 | 19,71 |
| Bodenfläche/Volumen | 1,71 | 2,70 | 2,03 | 3,16 |

^a Volumenbestimmung anhand der Innenabmessungen

^b Volumenbestimmung durch "Auslitern"

Die Massebestimmung erfolgte bei Probenmassen bis zu 40 kg auf einer Plattformwaage (PSA Waagen GmbH, Typ B 2.2/60, Messgenauigkeit: 10 g, Auflösung: 1 g), während Proben über 40 kg mit einer Wiegezone (Hottinger Baldwin Messtechnik GmbH, Typ MVD 2510, Messgenauigkeit: 70 g, Auflösung: 20 g) gemessen wurden. Zur Erleichterung des Wiegevorgangs wurde die Wiegezone an einem Flaschenzug befestigt, unter dem der Messbehälter eingehängt und bis zur freien Schwebe angehoben wurde. Die Bestimmung der Trockenmasse erfolgte nach DIN 51718 [26] durch Trockenschrankmethode bei 105 °C anhand einer Doppelbestimmung auf einer Plattformwaage (Mettler Waagen GmbH, Typ PE 6000, Messgenauigkeit: 0,2 g, Auflösung: 0,1 g).

Zum Abstreichen des überstehenden Gutes wurde eine Vierkanteleiste aus Hartholz mit einer Länge von 900 mm und einem Querschnitt von 40 × 40 mm verwendet. Die Befüllung des 200-l-Behälters erfolgte durch eine Handschaufel mit einem breiten Aluminiumblatt, während die drei übrigen kleineren Behälter mit einer Spitzschaufel befüllt wurden.

5.2.3 Versuchsdurchführung

Bei der Versuchsdurchführung wurden teilweise Vorgaben nach ASAE S269.4 [1] und nach DIN 51705 [25] berücksichtigt. Die Messung erfolgte in sechs Schritten: Probenteilung, Behälterbefüllung, Abstreichen (Abziehen), Massenbestimmung, Ausüben von Erschütterungen und Wassergehaltsbestimmung.



Abb. 55: Probenteilung nach dem Kegelfverfahren gemäß DIN 51701-3 [24]

Probenteilung. Im 200-l-Behälter erfolgten die Messungen zunächst mit der ungeteilten Probe (ca. 250 l). Für Messungen in den kleineren Behältern (< 200 l) wurde die erforderliche Probenmenge von Hand nach dem Schüttkegel-Teilungsverfahren gemäß DIN 51701-3 [24] gewonnen. Das Probenmaterial wurde dabei mit einer Schaufel zu einem Kegel aufgehäuft und durch rührende Bewegungen mit

dem hinteren Ende des Schaufelstiels von innen nach außen zu einem flachen Kegelstumpf ausgebreitet. Mit dem Schaufelblatt wurde die Probe anschließend geviertelt und ein beliebiges Viertel für die weitere Bestimmung ausgewählt (Abb. 55).

Behälterbefüllung. Die Probe wurde bis zum Überstand mit einer Handschaufel und zur Vermeidung von Kornzerfall bei einer möglichst niedrigen Fallhöhe in den Behälter gefüllt.

Abstreichen (Abziehen). Überstehendes Material wurde mit Hilfe einer Vierkanteleiste abgestrichen. Ein Kantholz wurde dazu an der Behälteroberkante angesetzt und mit sägenden Bewegungen über den Behälterrang geführt, während Teilchen, die dem freien Durchgang der Leiste im Wege standen, manuell entfernt wurden. Wenn durch das Entfernen größerer Partikel Löcher in der abge-

strichenen Oberfläche entstanden, wurden die Hohlräume aufgefüllt und abermals abgezogen.

Massenbestimmung. Bis zu einer Probenmasse von 40 kg wurde die Masse auf einer Plattformwaage (10 g Genauigkeit) bestimmt. Die Messung schwerer Proben (> 40 kg) erfolgte im 200-l-Behälter mit einer Wiegezelle (70 g Genauigkeit).

Erschütterungen. Zum Ausüben von Erschütterungen wurde der Behälter auf zwei 150 mm starke Holzbalken aufgesetzt und von dort fünfmal auf den Boden fallen gelassen. Eine zusätzliche Materialbefüllung erfolgte sowohl nach dem dritten als auch nach dem fünften Aufstoßen. Im Anschluss konnte die Masse des Behälters bestimmt werden.

Wassergehaltsbestimmung. Abschließend wurde der Wassergehalt nach DIN 51 718 [26] in zwei Wiederholungen ermittelt.

5.2.4 Versuchspläne

Die Messergebnisse wurden anhand von vier wesentlichen Versuchsfragen bearbeitet und ausgewertet:

- Einfluss von Messbehältergröße und -form auf das Messergebnis (Behältervergleich)
- Einfluss von Erschütterungen durch Aufstoßen des gefüllten Messbehälters auf das Messergebnis und die Wiederholbarkeit
- Einfluss des Wassergehaltes auf das Ergebnis der Schüttdichte wasserfrei $d_{(i, wf)}$ bei Holzhackschnitzeln
- Korrelation von Medianwert bzw. mittlerer Korngröße und Schüttdichte wasserfrei $d_{(i, wf)}$ für drei ausgewählte Hackschnitzelproben

Für die Untersuchung der ersten beiden Einflussgrößen wurden die Schüttdichten von 21 Brennstoffen unterschiedlicher Klassen mit vier Messbehältern nach zwei Vorgehensweisen (mit und ohne Erschütterungen) und in drei Wiederholungen bestimmt (Tabelle 27). Zusammen mit weiteren Proben aus zusätzlichen Versuchsreihen zum Wassergehaltseinfluss kamen 35 Proben für insgesamt 840 Einzelmessungen zum Einsatz.

Tabelle 27: Versuchsplan zur Untersuchung des Einflusses von Behältergröße bzw. -form und Erschütterungen auf das Ergebnis der Schüttdichtebestimmung (Wassergehalt der Proben < 20 %)

| Art des Brennstoffs | Probenbezeichnung | Wassergehaltsabstufungen | Versuchsfrage | | Wiederholungen | Anzahl Messungen |
|---------------------|--------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|----------------|------------------|
| | | | Behälterform bzw. -größe | mit/ohne Erschütterungen | | |
| Feinhackgut | Fichte fein | 1 | 4 | 2 | 3 | 24 |
| | Fichte fein | 4 | 4 | 2 | 3 | 96 |
| | Fichte mittel | 3 | 4 | 2 | 3 | 72 |
| | Fichte mit Nadeln | 4 | 4 | 2 | 3 | 96 |
| | Buche fein | 3 | 4 | 2 | 3 | 72 |
| | Buche mittel | 1 | 4 | 2 | 3 | 24 |
| | Pappel fein | 1 | 4 | 2 | 3 | 24 |
| | Fichte Schwarte 1 | 1 | 4 | 2 | 3 | 24 |
| | Fichte Schwarte 2 | 1 | 4 | 2 | 3 | 24 |
| | Straßenbegleitholz | 1 | 4 | 2 | 3 | 24 |
| | Weide | 1 | 4 | 2 | 3 | 24 |
| Grobhackgut | Fichte grob | 3 | 4 | 2 | 3 | 72 |
| | Buche grob | 3 | 4 | 2 | 3 | 72 |
| Rinde | Kiefernrinde | 1 | 4 | 2 | 3 | 24 |
| | Fichtenrinde | 1 | 4 | 2 | 3 | 24 |
| Holzpellets | Pellets | 1 | 4 | 2 | 3 | 24 |
| Sägespäne | Sägespäne | 1 | 4 | 2 | 3 | 24 |
| Hobelspäne | Hobelspäne | 1 | 4 | 2 | 3 | 24 |
| Häckselgut | Gerstenstroh | 1 | 4 | 2 | 3 | 24 |
| | Miscanthus | 1 | 4 | 2 | 3 | 24 |
| Körner | Getreidekörner | 1 | 4 | 2 | 3 | 24 |
| <i>Gesamtanzahl</i> | | | | | | <i>840</i> |

Um den Einfluss von Schwindungsprozessen im Holz bei abnehmendem Wassergehalt beurteilen zu können, erfolgten zusätzliche Versuchsreihen mit abgestuften Wassergehalten. Dazu wurden mehrere frische Holzhackschnitzelproben stufenweise nach jeder Schüttdichtebestimmung weitergetrocknet (Tabelle 28). Zwischen den Messungen wurden die Proben auf dem Boden eines beheizten Raumes für mehrere Stunden oder Tage ausgebreitet und gelegentlich gewendet. Zur Gewinnung von Wassergehalten unter 10 %, wurden die Proben schließlich durch Zwangsbelüftung bei 35 °C getrocknet. Alle Ergebnisse wurden als wasserfreie Schüttdichte $d_{(i, wf)}$ unter Annahme eines konstanten Volumens berechnet.

Je nach Größe und Form der in einem Schüttgut befindlichen Partikel können sich mehr oder weniger Hohlräume zwischen den Teilchen bilden. Somit könnte auch die Größenverteilung einen Einfluss auf die Schüttdichte haben. Für drei Fichtenhackgüter (fein, mittel und nadelreich) wurden daher Korrelationsanalysen zwischen den Schüttdichten wasserfrei $d_{(i, wf)}$ und den Medianwerten x_{50} der Verteilungssummenkurven (Definition Kapitel 4.2.4) durchgeführt.

Tabelle 28: Versuchsplan zur Untersuchung des Wassergehaltseinflusses (w) auf das Ergebnis der wasserfreien Schüttdichte $d_{(i, wf)}$ [53]

| Probenbezeichnung | Anzahl Wassergehaltsabstufungen | Behälterform bzw. -größe | mit/ohne Erschütterung | Wiederholungen | Gesamtanzahl Messungen |
|---------------------|---------------------------------|--------------------------|------------------------|----------------|------------------------|
| Fichte fein | 6 | 4 | 2 | 3 | 144 |
| Fichte mittel | 8 | 4 | 2 | 3 | 192 |
| Fichte Nadel | 8 | 4 | 2 | 3 | 192 |
| Fichte grob | 6 | 4 | 2 | 3 | 144 |
| Buche fein | 7 | 4 | 2 | 3 | 168 |
| Buche grob | 8 | 4 | 2 | 3 | 192 |
| <i>Gesamtanzahl</i> | <i>43</i> | | | | <i>1 032</i> |

5.2.5 Datenauswertung

Aufgrund des Fehlens von geeigneten Referenzproben mit definierter Schüttdichte kann keine der Messmethoden für sich in Anspruch nehmen, den wirklichen Messwert zu liefern. Somit können lediglich die Unterschiede zwischen den Verfahren quantifiziert werden. Je nach Aufgabenstellung kann es jedoch sinnvoll sein, ein Verfahren als Referenzverfahren auszuwählen, von dem infolge der methodischen Vorgehensweise erwartet wird, dass es dem "tatsächlichen" Wert am nächsten kommt. Hierfür wurde einer der Behälter (200 l) als Referenzbehälter festgelegt, alle übrigen Ergebnisse der gleichen Messvariante beziehen sich somit auf die Ergebnisse dieser Messserie (vgl. z. B. Nulllinie in Abb. 56).

Für die durchgeführten Regressionsanalysen wurde stets ein lineares Modell mit einem Signifikanzniveau von $\alpha = 5\%$ angenommen. Um vergleichbare Ergebnisse zu erhalten, wurde die Schüttdichte wasserfrei $d_{(i, wf)}$ unter Annahme eines gleichbleibenden Volumens berechnet. Die Darstellung des Mittelwerts, Minimums und Maximums der relativen Abweichung von Messwerten im Verhältnis zu Ergebnissen eines Referenzverfahrens wurde als relatives Streumaß in allen Betrachtungen dem Variationskoeffizienten vorgezogen. Der Wert der relativen Abweichung ist sehr viel enger mit den realen Messwerten verknüpft; praxisnahe Aussagen über die mögliche Streubreite von Ergebnissen lassen sich dadurch anschaulicher quantifizieren. Außerdem kann durch eine Betrachtung der relativen Werte jede einzelne Wiederholung in die Auswertung einfließen, was die Anzahl verfügbarer Daten erheblich steigert. Im Folgenden werden die Auswertung der Messergebnisse und die dabei angewendeten statistischen Verfahren nach den untersuchten Versuchsfragen (Kapitel 5.2.4) getrennt beschrieben.

Einfluss von Messbehältergröße und -form. Als Referenzbehälter diente der 200-l-Würfel, weil das große Füllvolumen Probenahmefehler und Randeffekte

minimiert. Um die Messergebnisse verschiedener Holzarten bzw. Probenaufbereitungen vergleichen zu können, wurden die relativen Abweichungen der Bestimmungen in den drei Prüfbehältern (50-l-Würfel, 56-l-Zylinder, 15-l-Zylinder) vom Referenzbehälter (200-l-Würfel) berechnet. Die Werte der einzelnen Wiederholungen in den Prüfbehältern wurden in Relation zum Mittelwert des Referenzbehälters gesetzt, da ein unmittelbarer Zusammenhang zwischen den Wiederholungen in Prüf- und Referenzbehälter (ungleiche Probenmenge) nicht bestand. Aus den berechneten relativen Abweichungen wurden dann Mittelwert, Minimum und Maximum für jeden Prüfbehälter und jede Brennstoffart ermittelt. Statistische Tests wurden anhand von Rangvarianzanalysen (H-Test) nach Kruskal und Wallis sowie paarweisen Wilcoxon-Rangsummentests (U-Test) unter Anwendung der Mann-Whitney Teststatistik durchgeführt. Aufgrund der teilweise kleinen Stichprobenumfänge ($n = 3$ bis 63) und den damit verbundenen Zweifeln an der Normalverteilungshypothese wurden parameterfreie Testverfahren durchgeführt. Die hier angewendeten Verfahren sind die nichtparametrischen Gegenstücke zur einfaktoriellen Varianzanalyse und zum t-Test (Mittelwertsvergleich) [98].

Einfluss von Erschütterungen. Für verschiedene Brennstoffarten erfolgte eine Berechnung der relativen Abweichung einer Prüfvariante "ohne Erschütterungen" im Vergleich zu einem Referenzverfahren "mit Erschütterungen". Analog zum Messbehältervergleich wurden für jeden Behälter Mittelwert, Minimum und Maximum der relativen Abweichungen bestimmt.

Außerdem wurden Zusammenhänge zwischen der Eigenmasse des Messgutes und der Höhe der relativen Abweichungen von Messungen "mit" und "ohne Erschütterungen" untersucht. Als Parameter für die Eigenmasse wurde zum einen die Schüttdichte selbst, zum anderen der Wassergehalt der Brennstoffe definiert. Lineare Regressionsanalysen (Signifikanzniveau $\alpha = 5\%$) wurden mit dem Analyse-Funktionen-Modul des Programms MS Excel 2000 durchgeführt.

Schließlich wurde die Wiederholbarkeit der Ergebnisse anhand der mittleren relativen Abweichungen der einzelnen Wiederholungen (3) von ihrem Mittelwert innerhalb der Brennstoffarten untersucht. Dazu erfolgte eine Gegenüberstellung der Mittelwerte von beiden Varianten "mit" und "ohne Erschütterungen".

Einfluss des Wassergehaltes. Zur Erzeugung relativer Abweichungen zwischen den Ergebnissen mit unterschiedlichen Wassergehalten zum Zeitpunkt der Messung in Abbildung 60, Seite 118, wurde zunächst ein einheitlicher Bezugswassergehalt gewählt. Dieser wurde mit $w = 15\%$ als praxisnaher lufttro-

ckener Zustand festgelegt. Weil Materialfeuchten im Versuch nicht punktgenau abgestuft werden können, mussten die Schüttdichtewerte für den Bezugswassergehalt bei allen Proben nach Gleichung (9), durch lineare Interpolation anhand von zwei Datenpunkten (ein Wert über und ein Wert unter $w = 15\%$), ermittelt werden:

$$y = \frac{y_2 - y_1}{x_2 - x_1} \cdot x + y_2 - \frac{y_2 - y_1}{x_2 - x_1} \cdot x_2 \quad (9)$$

Dabei ist

| | |
|-------|--|
| y | Schüttdichte bei Bezugswassergehalt |
| x | Bezugswassergehalt |
| y_1 | Schüttdichte bei Wassergehalt < Bezugswassergehalt |
| y_2 | Schüttdichte bei Wassergehalt > Bezugswassergehalt |
| x_1 | Wassergehalt < Bezugswassergehalt |
| x_2 | Wassergehalt > Bezugswassergehalt |

Nun wurden die relativen Abweichungen der Schüttdichten bei den jeweiligen Wassergehalten zum Messzeitpunkt zur Schüttdichte bei 15 % Wassergehalt in den einzelnen Proben und Behältern berechnet. Anhand von eindimensionalen linearen Regressionsanalysen ($\alpha = 5\%$) wurden dann Zusammenhänge zwischen der Höhe der Abweichungen und den jeweiligen Wassergehalten gesucht. Da die dabei ermittelten Geradengleichungen für alle Proben und Behälter mit 50 l Rauminhalt und mehr sehr ähnlich waren (Tabelle 30), konnten diese Daten in einer Regressionsanalyse zusammengefasst werden ($n = 387$).

Aufgrund der Wahl des Bezugswassergehaltes schneidet die Ausgleichsgerade die Null-Linie der Ordinate bei $w = 15\%$. Zur Vereinfachung wurde die Gerade um den Betrag des Ordinatenschnittpunktes parallel nach unten verschoben, sodass die Gerade durch den Nullpunkt verläuft und auf eine Angabe des Ordinatenschnittpunktes verzichtet werden kann. Die Geradengleichung beschreibt demnach die relativen Abweichungen zum Bezugswassergehalt 0 %. Diese Parallelverschiebung wäre nicht notwendig gewesen, wenn man sich von Beginn an auf den zum Messzeitpunkt wasserfreien Bezugswassergehalt festgelegt hätte – allerdings wäre dann eine lineare Extrapolation auf eine unnatürliche Feuchte (0 %) mit weitem Extrapolationsabstand und größeren Unsicherheiten erforderlich gewesen.

Korrelation von Schüttdichte und Größenverteilung. Anhand von zweidimensionalen linearen Regressionsanalysen mit der bereits bekannten Einflussgröße "Wassergehalt" wurde zunächst geprüft, ob die mittlere Korngröße und

der Medianwert das Ergebnis der Schüttdichtebestimmung signifikant beeinflussen. Zusätzlich wurden Veränderungen der statistischen Kennzahlen, wie z. B. Bestimmtheitsmaß und p-Wert, durch die zusätzliche Aufnahme der unabhängigen Variablen "mittlere Korngröße" bzw. "Medianwert" beobachtet. Abschließend wurden eindimensionale Korrelationen zwischen den Werten der Schüttdichte wasserfrei $d_{(i. wf)}$ und der mittleren Korngröße bzw. dem Medianwert untersucht. Hier wurden lediglich Wertepaare mit Wassergehalten unter 20 % berücksichtigt. Als Schüttdichtewerte wurden bei allen Regressionsanalysen die Ergebnisse aus den Messungen im 200-l-Würfel mit Erschütterungen und korrigiert nach Gleichung (10), Kapitel 5.3.3, verwendet.

5.3 Ergebnisse und Diskussion

5.3.1 Einfluss der Behälterform und -größe

Generell konnten keine signifikanten Unterschiede zwischen den Behälterformen (50-l-Würfel und 56-l-Zylinder) gefunden werden. Die Behältergröße dagegen scheint einen Einfluss auf das Ergebnis zu haben (Abb. 56).

Die Messergebnisse in Abbildung 56 müssen allerdings differenziert interpretiert werden. Im größten Behälter (200 l) werden niedrigere Schüttdichten gemessen, wenn Holzhackschnitzel oder Rinde eingesetzt werden, es kommt aber zu höheren Werten bei hochverdichteten Brennstoffen wie Holzpellets oder Körnern (Getreide). Diese Beobachtung könnte darauf zurückzuführen sein, dass Hackschnitzel im Vergleich zu Körnern in der Regel eine eher längliche und flache Form aufweisen, was dazu führt, dass die Teilchen sich im Behälter an den glatten Wänden platzsparender ausrichten als im Inneren des Schüttwerks. Folglich werden in kleineren Behältern mit einem größeren Wandflächen-Volumen-Verhältnis (Tabelle 26) größere Schüttdichten gemessen. Im Gegensatz zu Hackschnitzeln nähern sich Pellets oder Körner eher der Kugelform an, oder sie sind so feinkörnig, dass solche Effekte unbedeutend sind. Außerdem ist die Partikelreibung – u. a. durch die glatte Oberfläche – reduziert, wodurch sich die Teilchen ohnehin leichter zu einer dichteren Packung ausrichten. Somit führt in großen Behältern auch ein höherer Lagerdruck zu größeren Schüttdichten als in den kleinen Behältern. Dieser Auflagedruck ist bei Körnern und Pellets wegen der insgesamt sehr hohen Schüttdichte besonders groß und wirkt sich bei größeren Behältern (hier im 200-l-Behälter) deshalb stärker aus (Abb. 56).

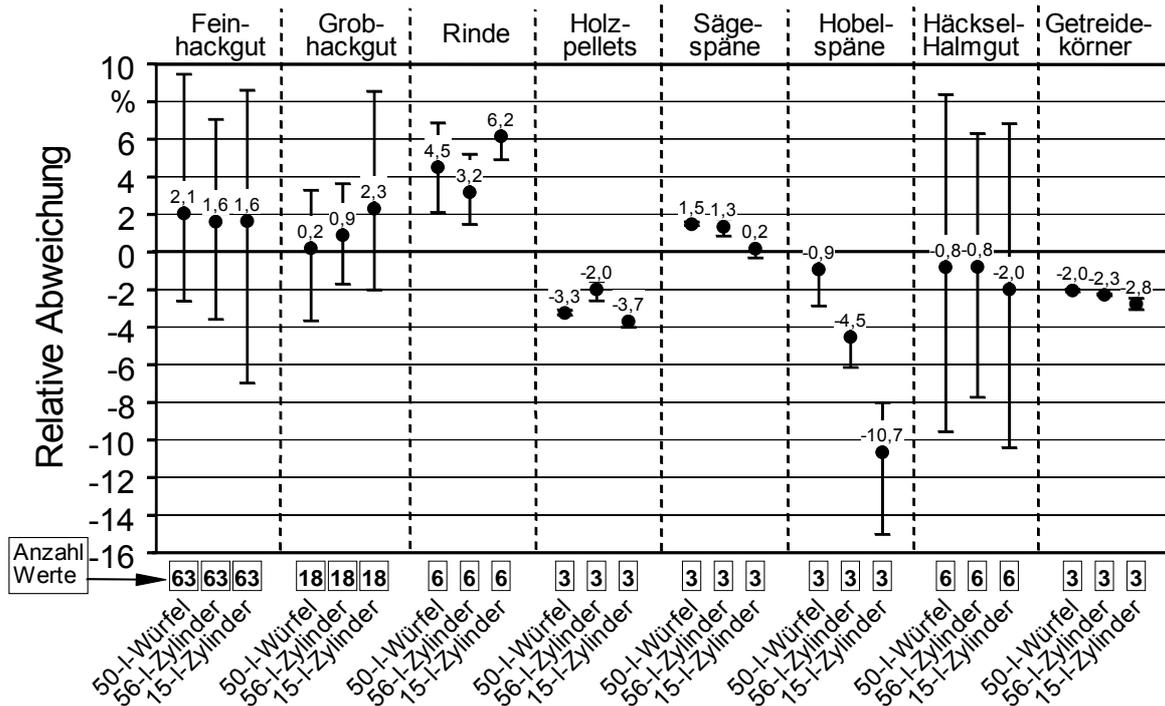


Abb. 56: Relative Abweichungen der Schüttdichte wasserfrei $d_{(i, wf)}$, gemessen in den drei kleineren Messbehältern im Verhältnis zu den Ergebnissen des größten Behälters mit 200 l (alle Messungen mit Erschütterungen durch Aufstoßen; nur Proben bis 20 % Wassergehalt).

Auch bei einem paarweisen Vergleich der Mittelwerte (hier: Wilcoxon-Rangsummentest mit Mann-Whitney-Teststatistik) konnten für die meisten Brennstoffe keine signifikanten Unterschiede zwischen den Behältergrößen und -formen beobachtet werden (Tabelle 29). Die Nullhypothese H_0 (die Mittelwerte unterscheiden sich nicht) wurde in den meisten Fällen im Vergleich zur Alternativhypothese H_1 (die Mittelwerte unterscheiden sich) nicht abgelehnt, d. h., es konnten keine signifikanten Unterschiede (Signifikanzniveau $\alpha = 5\%$) zwischen den Messergebnissen nachgewiesen werden. Ebenso bei einer Rangvarianzanalyse (H-Test) nach Kruskal-Wallis, bei der jeder Behälter mit jedem verglichen wurde, wurden für Fein- und Grobhackgut sowie für Rinde und Häckselgut bei keinem Vergleich signifikante Unterschiede ermittelt. Allerdings wurden gerade bei hochverdichteten Brennstoffen wie Holzpellets oder Getreidekörner deutlich niedrigere Signifikanzen mit einer Irrtumswahrscheinlichkeit von genau 5 % und teilweise sogar darunter festgestellt (Tabelle 29). Zuverlässige und abgesicherte Aussagen können aufgrund der kleinen Datenbasis ($n = 3$) für diese Brennstoffe jedoch nicht getroffen werden.

Tabelle 29: Signifikante Unterschiede (Signifikanzniveau $\alpha = 0,05$) nach Wilcoxon-Rangsummentest (U-Test, hier Mann-Whitney-Teststatistik) von Behälterform und Behältergröße auf das Messergebnis für unterschiedliche Brennstoffarten (alle Messungen mit Erschütterungen durch Aufstoßen; nur Proben bis 20 % Wassergehalt; Anzahl der Werte siehe Abbildung 56).

| Brennstoff | Einfluss von Behältergröße | | | | Einfluss von Behälterform | |
|-----------------|-------------------------------------|---------------------------------------|--------------------------------------|---------------------------------------|--------------------------------|---------------------------------------|
| | Würfel 200 l – 50 l ^a | | Zylinder 56 l – 15 l ^a | | Würfel – Zylinder ^a | |
| | α | H ₀ abgelehnt ^b | α | H ₀ abgelehnt ^b | α | H ₀ abgelehnt ^b |
| Feinhackgut | 0,323 | nein | 0,830 | nein | 0,863 | nein |
| Grobhackgut | 0,681 | nein | 0,728 | nein | 0,716 | nein |
| Rinde | 0,150 | nein | 0,262 | nein | 0,150 | nein |
| Holzpellets | 0,050 | nein | 0,050 | nein | 0,050 | nein |
| Sägespäne | 0,049 | ja | 0,050 | nein | 1,000 | nein |
| Hobelspäne | 0,275 | nein | 0,050 | nein | 0,050 | nein |
| Häcksel-Halmgut | 1,000 | nein | 0,337 | nein | 0,631 | nein |
| Getreidekörner | 0,046 | ja | 0,050 | nein | 0,046 | ja |

^a getestet wurde hier die Nullhypothese H₀ (die Mittelwerte unterscheiden sich nicht) für die jeweiligen Behältergrößen bzw. -formen

^b eine Ablehnung der Nullhypothese H₀ (die Mittelwerte unterscheiden sich nicht) erfolgt dann, wenn die Signifikanz $\alpha < 0,05$, d. h., es treten signifikante Unterschiede auf

5.3.2 Einfluss von Erschütterungen

Durch die Ausübung von Erschütterungen auf den gefüllten Messbehälter wurden bei Messungen im 200-l-Würfel zwischen 7 (Holzpellets) und 17 % (Hobelspäne) höhere Schüttdichten als bei den Varianten ohne Aufstoßen gemessen (Abb. 57). Bei Holzhackschnitzeln nehmen die Schüttdichten durch das Aufstoßen um 15 (Fein- und Mittelhackgut) bzw. 12 % (Grobhackgut) zu. Bei homogenen und hochverdichteten Brennstoffen wie Pellets oder Körnern sind die Unterschiede auch aufgrund der guten Rieselfähigkeit geringer als bei allen anderen Brennstoffen. Die Höhe der Abweichungen sowie die Reihung der Brennstoffe wiederholt sich ebenfalls in den übrigen Messbehältern (Anhang Abb. A12), so dass in diesem Zusammenhang Abhängigkeiten von Größe und Form der Behälter ausgeschlossen werden können.

Die Reihung der Brennstoffarten in Abbildung 57 lässt außerdem vermuten, dass die Schüttdichte selbst den Betrag der Abweichung beeinflusst. Anhand Abbildung 58 kann zwischen der Schüttdichte von Hackschnitzeln (Fein- und Grobhackgut) und der relativen Abweichung der Messungen ("ohne Erschütterungen") vom Referenzverfahren ("mit Erschütterungen") ein signifikanter Zusammenhang festgestellt werden ($r^2 = 0,56$; $s = 1,49$ für eine lineare Regressionsanalyse). Offenbar führt das Ausüben von Erschütterungen bei Brennstoffen mit hohen Schüttdichten zu geringeren relativen Zunahmen im Messergebnis,

weil hier weniger Hohlräume vorliegen. Brennstoffe mit hohen Schüttdichten verdichten sich durch ihre größere Eigenmasse bereits beim Befüllen des Messbehälters stärker als Materialien mit niedrigeren Schüttdichten. Die Ergebnisse von Holzpellets und Getreidekörnern (Abb. 57) machen deutlich, dass dieser Effekt mit zunehmender Homogenität und guter Rieselfähigkeit des Probenmaterials noch verstärkt wird.

Dagegen besteht zwischen dem Wassergehalt einer Probe und der relativen Abweichung der Schüttdichtewerte mit und ohne Erschütterungen kein signifikanter Zusammenhang ($r^2 = 0,05$; $s = 13,4$ für eine lineare Regressionsanalyse).

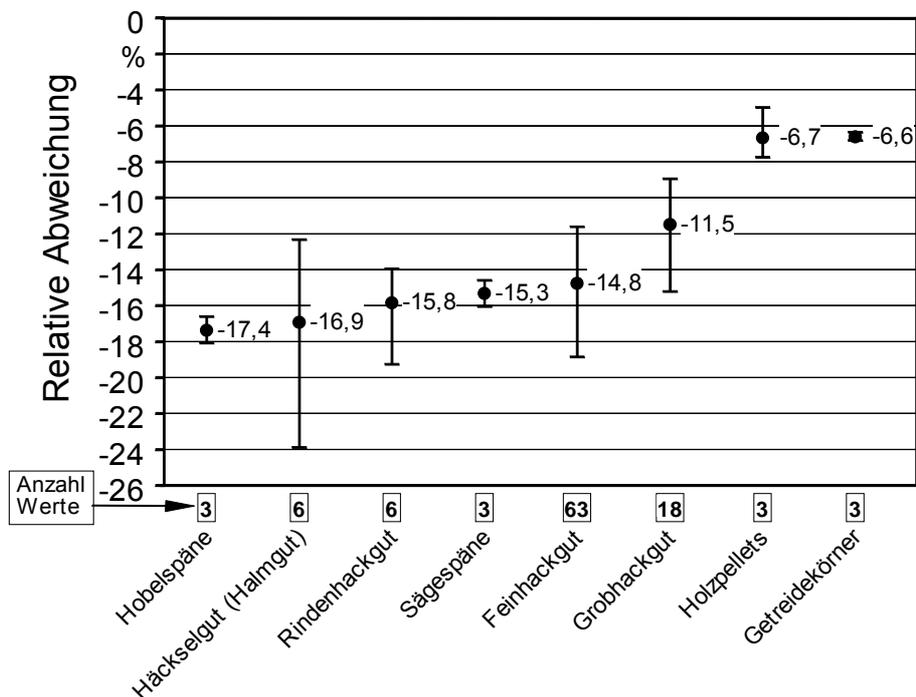


Abb. 57: Relative Abweichungen der Schüttdichte wasserfrei $d_{(i, wf)}$, gemessen "ohne Erschütterungen" im Vergleich zu Bestimmungen "mit Erschütterungen" (Referenzverfahren) für verschiedene Brennstoffklassen. (Wassergehalt der Proben $< 20\%$). Alle Messungen im 200-l-Würfel. Feinhackgut: alle Brennstoffe aus Herstellung mit Trommelhacker. Grobhackgut: Herstellung mit Schneckenhacker.

Das Ausüben von Erschütterungen soll Vibrationseinflüssen während des Transportes oder Verdichtungsprozessen bei Umschlag und Lagerung Rechnung tragen. Durch eine homogenere Verteilung der Schüttung im Behälter wird außerdem eine Verbesserung der Wiederholbarkeit erreicht. Dies wird anhand der mittleren relativen Abweichung vom Schüttdichte-Mittelwert bestätigt, allerdings auf einem niedrigen Niveau. Sie beträgt $0,6\%$ ohne das Ausüben von Erschütterungen und verringert sich im Durchschnitt auf $0,45\%$ für die Variante "mit Erschütterungen", wobei die Bandbreite zwischen $0,01\%$ (Körner) und

1,36 % (Holzpellets) liegt. Besonders deutlich verbessert sich die Wiederholbarkeit bei Messungen im kleinen 15-l-Behälter für Rinde und Hackschnitzel. Für Feinhackgut konnten dabei größere Verbesserungen als für Grobhackgut festgestellt werden.

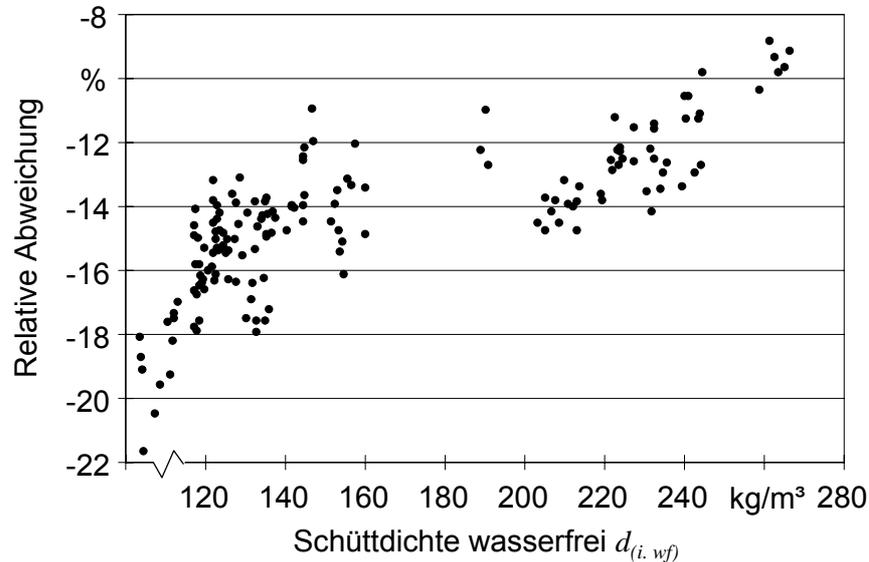


Abb. 58: Relative Abweichungen der Schüttdichte wasserfrei $d_{(i, wf)}$, gemessen "ohne Erschütterungen" im Vergleich zu Bestimmungen "mit Erschütterungen" (Referenzverfahren) vom absoluten Wert der Schüttdichte wasserfrei $d_{(i, wf)}$ für Holzhackgüter (Fein- und Grobhackgut). Messungen im 200-l-Würfel.

5.3.3 Einfluss des Wassergehaltes

Unterschiedliche Wassergehalte während der Messung wirken sich deutlich auf das Ergebnis der Schüttdichtebestimmung aus. Innerhalb einer speziellen Versuchsserie (Versuchsplan in Tabelle 28) wurden die Schüttdichtewerte als Funktion des momentanen Wassergehaltes nachgewiesen. Ein Beispiel für eine solche Messserie bietet Abbildung 59. Während die auf die Frischmasse bezogene Schüttdichte (Schüttdichte roh $d_{(i, roh)}$) mit dem Wassergehalt stetig ansteigt, kommt es bei der wasserfreien, d. h. auf die Trockenmasse bezogenen Schüttdichte $d_{(i, wf)}$, zu einem deutlichen Abfall. Im dargestellten Beispiel (Buchen-Feinhackgut) reduziert sich die Schüttdichte wasserfrei $d_{(i, wf)}$ bei einer Messung mit einem Wassergehalt von 6 % um ca. 14 % im Vergleich zur Messung derselben Probe bei einem Wassergehalt von 39 %. Für die vier beschriebenen Messbehälter konnten im Untersuchungsbereich annähernd lineare Zusammenhänge festgestellt werden (Abb. 59). Oberhalb des Fasersättigungsbereiches (etwa zwischen 18 und 26 % Wassergehalt und darüber [115]) ist dieser Zusammenhang vermutlich auf Reibungs- und Brückenbildungsprozesse zwischen

den Teilchen und den daraus entstehenden Hohlräumen zurückzuführen. Ähnliche Beobachtungen wurden auch von anderen Versuchsanstellern [18, 90] gemacht.

Unterhalb des Fasersättigungsbereiches sind dagegen Schrumpfungen bzw. Schwindungen des Holzvolumens für den Schüttdichte-Anstieg verantwortlich. Eine Abnahme des Holzvolumens unterhalb der Fasersättigungsfeuchte wird durch Wasserentzug aus den Zellwänden (Verlust von "gebundenem" Wasser) hervorgerufen. Die Zellen schwinden und nehmen dadurch einen kleineren Raum ein. Das Schwindmaß β_v von Buche bzw. Fichte beträgt beispielsweise 11,8 bzw. 17,3 % [73]. Oberhalb des Fasersättigungsbereiches sind Schwindungen bzw. Quellungen auszuschließen, da sich das in den Vakuolen befindliche "freie" Wasser mit der Luft austauscht [115]. Durch die Volumenschwindung können mehr Brennstoffteilchen im Behälter aufgenommen werden, was nach Abzug des Wassers zu höheren Atro-Massen führt.

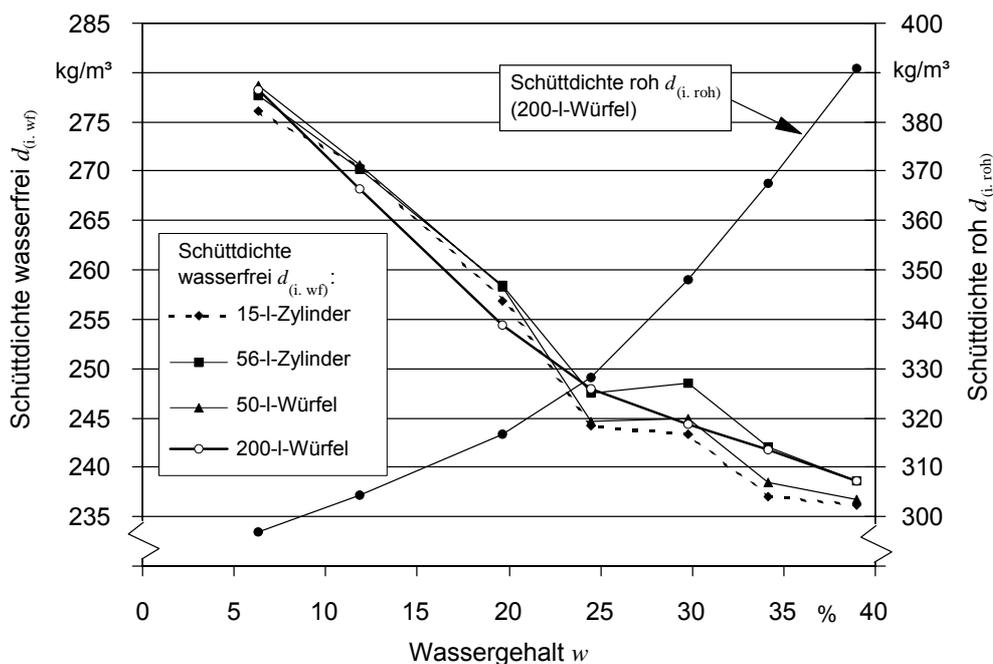


Abb. 59: Auf wasserfreie Masse berechnete Schüttdichte $d_{(i, wf)}$ als Funktion des Wassergehaltes zum Messzeitpunkt sowie Schüttdichte roh $d_{(i, roh)}$ gemessen im 200-l-Würfel. Beispiel hier: Ergebnisse für Feinhackgut (Buche) mit unterschiedlichen Messbehältern bei Anwendung von Erschütterungen (3 Wiederholungen je Wertepaar).

Ferner erbrachten Regressionsanalysen mit den sechs geprüften Brennstoffen, bei denen für den untersuchten Bereich lineare Zusammenhänge unterstellt werden für die vier Messbehälter eine weitgehend übereinstimmende Steigung in der Funktionsgeraden (zwischen -0,45 und -0,53 für Variante "mit Erschütte-

rungen"). In Tabelle 30 sind die wichtigsten Kenndaten der Regressionsanalysen zusammengefasst. Werden Erschütterungen auf den Messbehälter ausgeübt, verbessern sich – abgesehen vom 15-l-Behälter – das Bestimmtheitsmaß r^2 und der Standardfehler s leicht. Außerdem konnten mit zunehmender Behältergröße eine Abnahme der Geradensteigung festgestellt werden. Infolge höherer Messunsicherheiten beim 15-l-Zylinder und einer allgemein ausreichenden Datenbasis wurden für nachfolgende Betrachtungen nur Ergebnisse aus Messbehältern ≥ 50 l "mit Erschütterungen" berücksichtigt.

Tabelle 30: Kennzahlen aus Regressionsanalysen. Geprüft wurden Zusammenhänge von Wassergehalt w und Schüttdichte wasserfrei $d_{(i, wf)}$ bei unterschiedlichen Bestimmungsmethoden mit sechs Hackschnitzelproben

| Messbehälter | Beobachtungen (n) | "ohne Erschütterungen" | | | "mit Erschütterungen" | | |
|--------------------------|-------------------|------------------------|-------|------|-----------------------|-------|------|
| | | Steigung | r^2 | s | Steigung | r^2 | s |
| 200-l-Würfel | 129 | -0,51 | 0,74 | 4,02 | -0,45 | 0,78 | 3,26 |
| 56-l-Zylinder | 129 | -0,54 | 0,77 | 3,94 | -0,50 | 0,80 | 3,31 |
| 50-l-Würfel | 129 | -0,57 | 0,79 | 3,96 | -0,50 | 0,80 | 3,36 |
| 15-l-Zylinder | 129 | -0,58 | 0,79 | 4,10 | -0,53 | 0,78 | 3,75 |
| Messbehälter ≥ 50 l | 387 | -0,54 | 0,76 | 4,01 | -0,49 | 0,79 | 3,35 |

Eine Erstellung von individuellen Regressionsfunktionen für bestimmte Holzarten ist kaum praxisrelevant, da Hackschnitzel vor allem als Mischungen aus mehreren Holzarten vorliegen, auch wenn Unterschiede in der Geradensteigung zu erwarten sind. Bei einem Vergleich der geprüften Fichten- und Buchenproben ergaben sich z. B. bei Messungen im 200-l-Würfel "mit Erschütterungen" für Buchenhackschnitzel (zwei Proben) im Mittel eine Steigung von -0,42, während für Fichtenhackgut (vier Proben) eine Steigung von -0,47 berechnet wurde. Aufgrund dieser relativ geringen Unterschiede wurde für Praxisanwendungen eine allgemeine Korrekturfunktion, Gleichung (10), aus allen Daten für Behältergrößen von 50, 56 und 200 l und für Bestimmungen "mit Erschütterungen" abgeleitet. Dabei stellt die Größe y den Korrekturbedarf für die gemessene wasserfreie Schüttdichte in % dar, die Größe w entspricht dem Wassergehalt in %.

$$y = -0,49 w \quad (10)$$

Die Anwendung der Gleichung (10) führt beispielsweise dazu, dass für Holzhackschnitzel ein Schüttdichtewert (wasserfrei), der bei 40 % Wassergehalt bestimmt wird, um fast 10 % reduziert werden muss, damit das Messergebnis mit Messwerten vergleichbar ist, die bei 20 % Wassergehalt zustande kommen.

Unterhalb des Fasersättigungsbereiches verläuft die hier bestimmte Schüttdichtefunktion nahezu parallel zur Schwindung des Holzvolumens. Das zeigt Abbildung 60, in der neben der abgeleiteten Korrekturfunktion zusätzlich als graue Kurve mit kreisförmigen Datenpunkten auch der mathematische Zusammenhang zwischen der volumenabhängigen Holz-Rohdichte und dem Wassergehalt [26, 29] eingetragen ist. Dieser für die Rohdichte bekannte wassergehaltsabhängige Verlauf, der auch als Schwindung bezeichnet wird (Gleichung (11) gemäß DIN 52182 [29], aufgelöst nach ρ_0), lässt sich allerdings nicht – wie für die Schüttdichte dargestellt – für den Bereich oberhalb des Fasersättigungspunktes fortschreiben.

$$\rho_0 = \frac{100 \cdot \rho_u}{100 + u - 0,85 \cdot \rho_u \cdot u} \quad (11)$$

Dabei ist

- ρ_0 Rohdichte des Holzes im absolut trockenen Zustand (Darr-Rohdichte)
 ρ_u Rohdichte des Holzes beim Feuchtegehalt u
 u Holzfeuchte bezogen auf die Trockenmasse

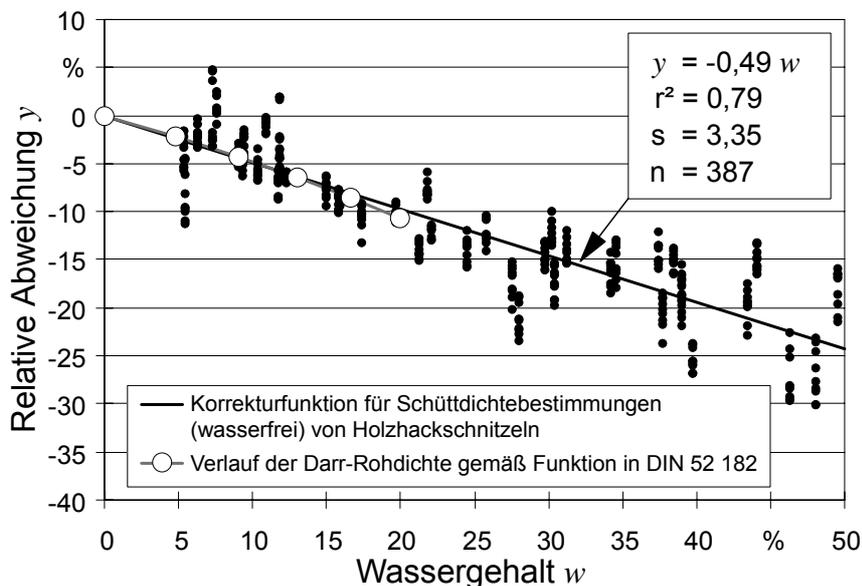


Abb. 60: Korrekturfunktion für Schüttdichtebestimmungen (wasserfrei) von Holzhackschnitteln in Abhängigkeit vom Wassergehalt während der Messung. Die Funktion beinhaltet alle Daten "mit Erschütterungen" mit Ausnahme der Messungen im 15-l-Behälter. Berücksichtigte Brennstoffe: Fichte und Buche, jeweils als Fein- und Grobhackgut. y Korrektur des auf wasserfreie Masse bezogenen Schüttdichte-Messwertes (in %), w Wassergehalt in %, r^2 Bestimmtheitsmaß, n Anzahl der Messungen, s Standardfehler

5.4 Korrelation von Schüttdichte und Größenverteilung

In keiner der durchgeführten Regressions- und Korrelationsanalysen konnte ein signifikanter Zusammenhang zwischen Schüttdichte wasserfrei $d_{(i, wf)}$ und mittlerer Korngröße nachgewiesen werden. Das gleiche gilt für die Parameter Schüttdichte wasserfrei $d_{(i, wf)}$ und Medianwert. Bei zweidimensionalen Regressionsanalysen ($n = 6$) mit dem Wassergehalt als zweite unabhängige Variable wurden für drei Fichtenhackgüter (fein, mittel, nadelreich) p-Werte für den Medianwert als Einflussgröße zwischen 0,31 und 0,68 und für die mittlere Korngröße p-Werte zwischen 0,48 und 0,77 festgestellt (Zusammenhang ist signifikant, wenn $p\text{-Wert} < 0,05$). Die Signifikanzschwellen sind demnach bei beiden Größen weit überschritten. Bei einer stufenweisen Regression wurden allerdings durch die zusätzliche Aufnahme des Medianwertes Erhöhungen des Bestimmtheitsmaßes r^2 zwischen 0,05 (von 0,88 auf 0,93 für Feinhackgut) und 0,02 (von 0,74 auf 0,76 für nadelreiches Material) beobachtet. Obwohl hier keine Signifikanzen vorliegen, lässt sich für Fichtenfeinhackgut eine Verbesserung im Bestimmtheitsmaß erkennen. Auffallend ist außerdem, dass – wenn auch auf niedrigem Niveau –

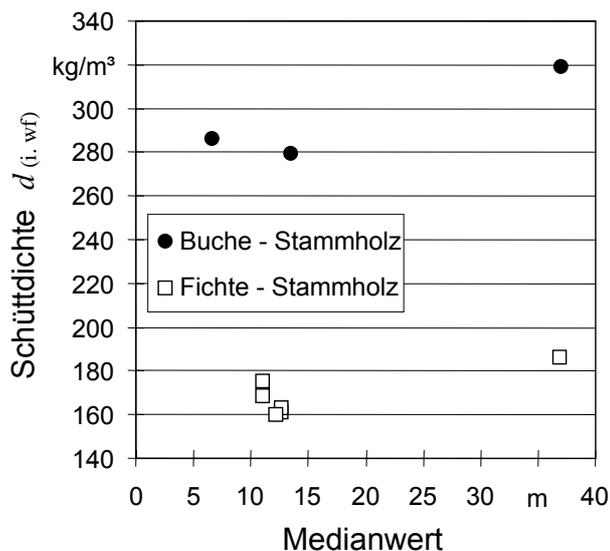


Abb. 61: Zusammenhang zwischen Medianwert (Trommelsiebung) und Schüttdichte wasserfrei $d_{(i, wf)}$, Werte mit Erschütterungen im 200-l-Würfel und Korrekturfaktor nach Gleichung (10), für zwei Brennstoffe (zum Messzeitpunkt lufttrocken, $w < 20\%$). Annahme: Teilchendichten sind aufgrund der gleichen Herkunft innerhalb des Rohstoffs identisch.

der Medianwert bessere statistische Kenndaten liefert als die mittlere Korngröße.

Bei einer direkten Korrelationsanalyse ($n = 6$, $w < 20\%$) zwischen der Schüttdichte wasserfrei $d_{(i, wf)}$ (Werte in Gleichung (10) korrigiert) und den Medianwerten konnte für Fichten-Stammholz (Abb. 61) ein Bestimmtheitsmaß r^2 von 0,64 bei einem p-Wert von 0,06 ermittelt werden. Demnach weisen beide Parameter aufgrund der hier vorliegenden Datenbasis beinahe signifikante Zusammenhänge auf. Wesentlich ungünstigere Kenndaten ergeben Korrelationen mit Schüttdichten, welche nicht mit dem in Gleichung (10) eingeführten "Schwindungsfaktor" korrigiert wurden ($r^2 = 0,21$; $p\text{-Wert} = 0,37$).

Eine Aussage über den Zusammenhang zwischen Schüttdichte und Größenverteilung lässt sich an dieser Stelle nicht treffen. Angenommen, die Teilchendichten innerhalb des Rohstoffs unterscheiden sich nicht, können aus Abbildung 61 keine klaren Tendenzen abgeleitet werden. Festzuhalten jedoch ist, dass sich das Luftvolumen in einem Schüttwerk mit Feinhackgut, in dem viele kleine Hohlräume auftreten, auch nach mehrmaligem Ausüben von Erschütterungen kaum von dem Luftvolumen eines grobkörnigen Schüttgutes mit weniger, aber größeren Hohlräumen unterscheidet.

5.5 Schlussfolgerungen

Aufgrund der Erfahrungen bei der Versuchsdurchführung und den erzielten Messergebnissen können folgende Schlussfolgerungen gezogen werden:

- Unterschiedliche Behältergrößen bewirken bei Holzhackschnitzeln nur 2 bis 3 % Abweichung im Messergebnis. Es gibt keine Anzeichen, dass das Behältervolumen sehr viel größer als 50 l sein muss; für hochverdichtete und feinkörnige Brennstoffe (Pellets, Körner etc.) sind auch Behältergrößen unter 50 l tolerierbar. Eine zylindrische Form weist durch eine höhere Stabilität und einfachere Handhabung Vorteile auf.
- Der Wassergehalt des Brennstoffes während der Messung ist von großer Bedeutung und muss protokolliert werden. Eine Vergleichbarkeit von Schüttdichten mit unterschiedlichen Wassergehalten während der Messung ist nur dann gegeben, wenn die Daten angepasst werden; das kann beispielsweise mit Hilfe der aus den Ergebnissen abgeleiteten Korrekturformel geschehen.
- Einflüsse des Wassergehaltes auf das Messergebnis sind nicht beschränkt auf Wassergehalte unterhalb des Fasersättigungsbereiches (gewöhnlich zwischen 18 und 26 % Wassergehalt [115]), sondern müssen über die gesamte Bandbreite des Wassergehaltsspektrums berücksichtigt werden.
- Das Ausüben von Erschütterungen auf den mit Probenmaterial gefüllten Messbehälter vor der Messung ist im Hinblick auf eine verbesserte Wiederholbarkeit der Messung sinnvoll. Hierbei können besonders Feinhackgut, Rinde und Getreidekörner hervorgehoben werden. Eine Vergleichbarkeit von Messungen mit und ohne Erschütterungen ist nicht gegeben.
- Zusammenhänge zwischen der relativ einfach zu bestimmenden Schüttdichte und Parametern aus der Korngrößenanalyse können bei Holzhackgut aus identischen Rohstoffen nicht nachgewiesen werden.

6 Verfahren zur Bestimmung der Rohdichte

Die Rohdichte ("envelope density"), auch Teilchen- oder Partikeldichte genannt, eines Körpers darf nicht mit der Reindichte ("skeleton density") verwechselt werden. Bei letzterer geht das äußere Volumen abzüglich des Porenvolumens (d. h. der Hohlräume) in die Dichteberechnung ein. Die Reindichte ist beispielsweise bei porösen Körpern interessant, bei denen die Dichte des eigentlichen

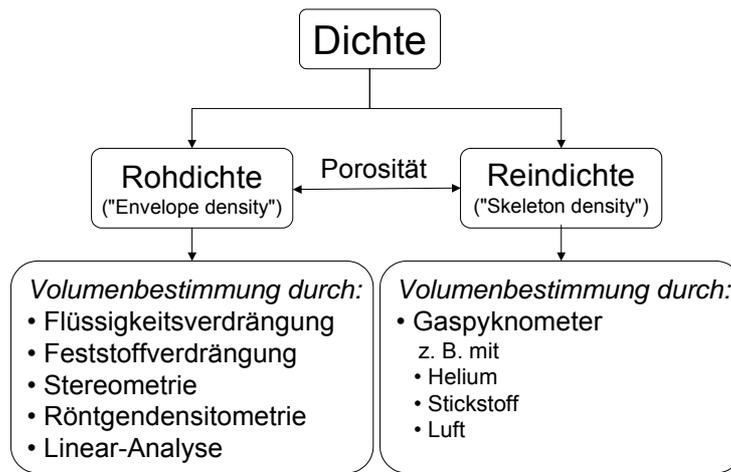


Abb. 62: Methoden der Dichtebestimmung bei Feststoffen

Aufbaumaterials bestimmt werden soll. Bei der Rohdichtebestimmung dagegen wird das Porenvolumen mit einbezogen, sodass für das Volumen nur die äußere Hülle des Körpers ("envelope") relevant ist. Eine Übersicht hierzu sowie zu möglichen Bestimmungsmethoden des Volumens gibt Abbildung 62.

6.1 Übliche Messverfahren

Die Rohdichte eines Körpers errechnet sich aus dem Quotienten von Masse und Volumen einschließlich Porenraum. Während die Massebestimmung keine Schwierigkeiten bereitet, ist die Messung des Volumens – insbesondere von unregelmäßigen Körpern – mit einigen Problemen und Fehlerquellen behaftet. Als praktikable Möglichkeiten für die Dichtebestimmung von biogenen Festbrennstoffen kommen vor allem die nachfolgenden Verfahren in Frage (Abb. 63):

- Auftriebsmessung, d. h. Bestimmung des vom Prüfkörper in einer Flüssigkeit verursachten Auftriebs
- Flüssigkeitsverdrängung, d. h. Volumenbestimmung durch die vom Körper verdrängte Flüssigkeit

- Feststoffverdrängung, d. h. Volumenbestimmung durch ein vom Körper verdrängtes pulverförmiges Medium
- Stereometrie, d. h. Bestimmung des Volumens aus den geometrischen Abmessungen des Körpers

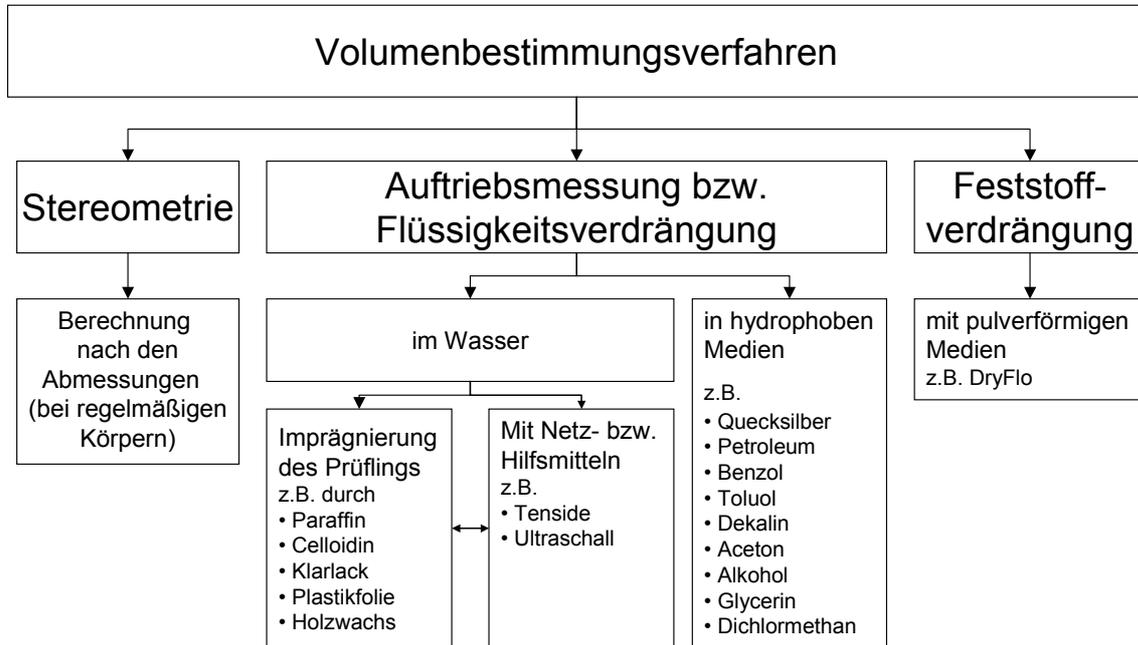


Abb. 63: Verfahren zur Volumenbestimmung bei biogenen Festbrennstoffen

Prinzipiell kommen auch Verfahren der Röntgendensitometrie, bei denen die Dichte anhand unterschiedlicher Absorptionen von Röntgenstrahlen bestimmt wird sowie die Linear-Analyse, bei der Helligkeitsunterschiede unter einem Lichtmikroskop ausgenutzt werden, in Frage (Abb. 62). Beide Verfahren sind aufwändig und kostspielig. Als praktikable Möglichkeiten für die Dichtebestimmung von biogenen Festbrennstoffen scheiden sie daher aus.

6.1.1 Stereometrie

Haben die Proben einfache geometrische Formen, genügt es häufig, das Volumen anhand der Abmessungen, d. h. stereometrisch, zu bestimmen. Für die stereometrische Bestimmung werden die Abmessungen mit einem Hilfsmittel wie Schiebelehre, Messuhr und/oder Millimeterpapier bestimmt und nach der Volumenformel für den jeweils vorliegenden Körper verrechnet.

Dies trifft vor allem für größere regelmäßige Körper wie z. B. Briketts zu; Pellets dagegen haben unregelmäßige Abbruchkanten, was bei der Längenbestimmung zu Messfehlern führen kann. Daher wird häufig auf Verfahren der Auftriebsmessung bzw. Flüssigkeitsverdrängung zurückgegriffen.

6.1.2 Hydrostatische Verfahren

6.1.2.1 Auftriebsmessung

Die Auftriebsmessung zählt neben dem Verdrängungsverfahren (hydrostatische Verfahren) zu den Messungen im Flüssigkeitsbad (siehe unten). Die Volumenbestimmung erfolgt nach dem Archimedischen Prinzip, wonach der Auftrieb eines Körpers gleich der Masse der von ihm verdrängten Flüssigkeitsmenge ist. Dabei wird die Masse des Prüflings zunächst in Luft und anschließend während des vollständigen Eintauchens in eine Flüssigkeit (meist Wasser) gemessen. Der scheinbare Massenverlust der getauchten Probe zeigt seinen Auftrieb an, womit nach Gleichung (12) anschließend die Rohdichte errechnet wird.

$$\rho_u = \frac{m_u}{m_u - m_w} \cdot \rho_w \quad (12)$$

Dabei ist

| | |
|----------|---|
| ρ_u | Rohdichte des Prüflings (bei gegebenem Wassergehalt) |
| m_u | Masse des Prüflings in Luft (einschließlich Wassergehalt) |
| m_w | Masse des Prüflings im Flüssigkeitsbad (meist Wasser) |
| ρ_w | Dichte der Flüssigkeit bei ermittelter Temperatur |

6.1.2.2 Flüssigkeitsverdrängung

Das Volumen eines Körpers kann auch bei vollständigem Eintauchen in eine Flüssigkeit durch die Masse der von ihm verdrängten Flüssigkeit bestimmt werden. Der Prüfkörper wird dazu an einem möglichst dünnen Draht befestigt, dessen Verdrängung nach Gleichung (13) von der Gesamtverdrängung abgezogen werden kann.

$$\rho_u = \frac{m_u}{m_{w.ver} - m_{D.ver}} \cdot \rho_w \quad (13)$$

Dabei ist

| | |
|-------------|--|
| ρ_u | Rohdichte des Prüflings (bei gegebenem Wassergehalt) |
| m_u | Masse des Prüflings in Luft (einschließlich Wassergehalt) |
| $m_{w.ver}$ | Masse der vom Prüfling und vom Draht verdrängten Flüssigkeit |
| $m_{D.ver}$ | Masse der vom Draht verdrängten Flüssigkeit |
| ρ_w | Dichte der Flüssigkeit bei ermittelter Temperatur |

6.1.2.3 Fehlerquellen hydrostatischer Verfahren

Hygroskopie. Biogene Festbrennstoffe sind hygroskopische Materialien und nehmen beim Eintauchen in Wasser Feuchte auf, was vor allem bei kleinen Teilchen wie Pellets zu Messfehlern führen kann. Durch eine Versiegelung der Oberfläche kann die Wasseraufnahme vermindert oder sogar unterbunden werden. Die durch eine solche Versiegelung eintretende Volumen- und Massenzunahme des Prüflings ist jedoch zu berücksichtigen (z. B. bei Paraffin). Bei dünn-schichtigen Imprägnierungen, wie z. B. Flüssigwachs oder Lack, kann die Volumenzunahme allerdings vernachlässigbar gering sein.

Eine weitere Möglichkeit, das Eindringen von Flüssigkeit in den Prüfkörper zu verhindern, ist die Verwendung hydrophober Medien wie z. B. Quecksilber, Xylol oder Toluol. Da diese Art von Flüssigkeiten gesundheitlich und ökologisch bedenklich sind, kommen derartige Verfahren in offenen Systemen nur noch selten zur Anwendung und werden daher in dieser Arbeit nicht berücksichtigt.

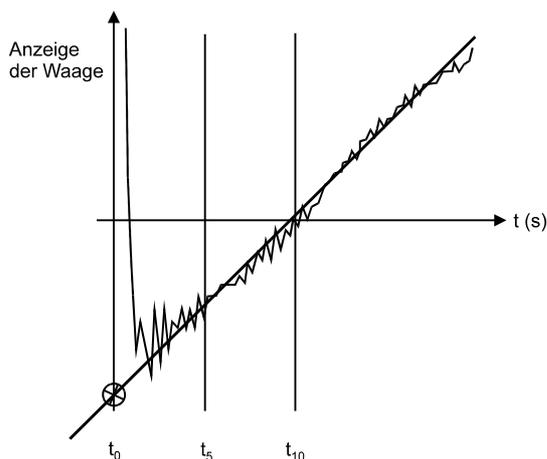


Abb. 64: Extrapolation der Waagenanzeige nach Eintauchen des Prüflings zum Eintauch-Zeitpunkt t_0 [46]

Schließlich kann die lineare Massenzunahme, verursacht durch die Flüssigkeitsaufnahme des eingetauchten Prüflings, zwischen zwei Zeitpunkten (hier t_5 und t_{10}) auf den Eintauch-Zeitpunkt t_0 extrapoliert werden (Abb. 64 [46]). Aufgrund einer gewissen Einschwingzeit der Waage kann der Messwert erst einige Sekunden nach dem Eintauchen des Prüflings abgelesen werden. Aufschluss über den ursprünglichen Wert zum Eintauch-Zeitpunkt t_0 gibt die rechnerische Verlängerung der Ausgleichsgeraden.

Oberflächenspannungen. Beim Eintauchen der Prüflinge in Flüssigkeiten treten außerdem an den Grenzflächen Oberflächenspannungen auf. Dabei bilden sich an der Prüflingsoberfläche Luftblasen, was zu einer Überschätzung des Volumens führen kann. Durch Zugabe von Netzmitteln, wie z. B. Flüssigseife, Äther oder durch Anwendung von Ultraschallwellen können Oberflächenspannungen reduziert bzw. die auftretenden Bläschen rasch zerstört werden. Die durch das Netzmittel verursachten Dichteänderungen des Eintauchmediums sind bei der Dichteberechnung zu berücksichtigen.

6.1.3 Feststoffverdrängung

Um die bei der Auftriebs- und Wasserverdrängungsmessung auftretenden messtechnischen Unsicherheiten zu vermeiden, kann anstelle eines flüssigen Eintauchmediums ein fluidähnlicher pulverförmiger Feststoff verwendet werden. Dieser kann normalerweise nicht in den Probenkörper, sondern allenfalls in Spalten oder Vertiefungen der Oberfläche eindringen. Das hierfür als Fluidstoff verwendete trockene Pulver besteht aus hochfeinen starren mineralischen Kügelchen, die von der Probe wie eine Flüssigkeit verdrängt werden. In einem vibrierenden Zylinderkolben ordnen sich die Kügelchen in der dichtesten Packung an, während sie durch einen Presskolben bis zu einem vorgegebenen Druck komprimiert werden.

6.2 Material und Methoden der Versuchsdurchführung

Geprüft wurden insgesamt zwölf verschiedene Bestimmungsvarianten. Eine Übersicht über die eingesetzten Verfahren bzw. Verfahrensvarianten sowie eine Kurzbeschreibung mit Merkmalen der verwendeten Bestimmungsmethoden sind im Versuchsplan (Kapitel 6.2.4, Tabelle 32) nachzulesen.

6.2.1 Verwendete Brennstoffproben

Da die Rohdichte nur bei der Herstellung hochverdichteter Presslinge beeinflusst werden kann, liegt der Schwerpunkt der Betrachtungen bei Pellets und Briketts. Für Holz im Naturzustand sind dagegen die Roh- bzw. Darrdichten bekannt [43, 47, 77, 92, 115].

Alle untersuchten Presslinge waren nach Aussage der Hersteller ohne Zusatz von Bindemitteln oder sonstigen Zuschlagstoffen hergestellt worden. Die geprüften Pelletsorten (HP 5) entsprechen den Anforderungen nach DIN 51 731 [27] oder ÖNORM M 7135 [94], während die Holzbriketts vom Hersteller keinen speziellen Norm-Prüfungen unterzogen worden waren. Weitere Angaben zu den hier betrachteten sechs Brennstoffen zeigt Tabelle 31.

Tabelle 31: Übersicht über die geprüften Brennstoffarten

| Brennstoffart | Handelsname bzw. Bezeichnung | Herkunft / Pressverfahren | Geometrische Form | Durchschnittliche Abmessungen (mm) | Masse (g) ^a |
|----------------------|---|-------------------------------------|--|---|------------------------|
| Pellet | Ökopell Pellet 1 (kurz) | Fa. Allspan / Kollergangpresse | zylinderförmig | Durchmesser: 6 Länge: 9 | 0,3 |
| | Pellis Pellet 2 (lang) | Fa. Umdasch / Kollergangpresse | zylinderförmig | Durchmesser: 6 Länge: 16 | 0,6 |
| | Binder Pellet 3 (lang) | Fa. Binder / Kolbenstrangpresse | zylinderförmig | Durchmesser: 6 Länge: 15 | 0,5 |
| Brikett ^b | Brik Brikett 1  | Fa. Schönbacher / Extruderpresse | quaderähnlich, quadratischer Querschnitt mit abgerundeten Kan- ten u. Hohlraum | Kantenlänge: 65 Gesamtlänge: 200 Loch-Ø: 16 | 870 |
| | Brikett 2  | Fa. Ruf / Kammerpresse | quaderförmig mit abgerundeten Kan- ten ohne Hohlraum | 152 × 114 × 62 | 1 020 |
| | Brikett 3  | Fa. Ruf / Kammerpresse | Vollzylinder | Durchmesser: 83 Höhe: 76 | 430 |

^a Mittlere Masse^b Zusätzlich wurden bei jeder Brikettart die Dichten von ausgesägten Teilstücken mit etwa 30 mm Länge, Höhe und Breite bestimmt

6.2.2 Messgeräte, Versuchsaufbau und -durchführung

Zur Vergrößerung des Probenumfangs wurden bei den Varianten "Stereometrie", "GeoPyc" und "Netzmittel 2 %" jeweils vier Pellets zu einer Probe ("4er-Gruppen") zusammengefasst. Da bei den beiden erstgenannten Verfahren die Rohdichten zerstörungsfrei bestimmt werden können, konnte für die drei genannten Varianten identisches Probenmaterial verwendet werden. Ergebnisunterschiede sind daher nicht durch die Stichprobe, sondern ausschließlich durch die betreffenden Verfahren zu begründen. Bei den durchgeführten Mehrfachmessungen im Wasserbad konnte durch die Verwendung einer geeigneten Tauchschale (Abb. 66, links) der Zeitaufwand erheblich reduziert werden.

Die Massenbestimmung der Pellets erfolgte mit einer Analysenwaage der Fa. Sartorius vom Typ LA 310S (Anzeigengenauigkeit 10^{-4} g, Messbereich 310 g). Die Massen der Briketts wurden mit einer Analysenwaage der Fa. Mettler vom Typ PE 6000 (Anzeigengenauigkeit 0,1 g, Messbereich 6 kg) bestimmt.

6.2.2.1 Stereometrische Volumenbestimmung

Die stereometrische Volumenbestimmung wurde sowohl für einzelne Pellets als auch für Gruppen mit je vier Pellets durchgeführt. Aufgrund der Gruppenbildung

konnten auch größere Probenmengen erfasst werden. Das Volumen (V) zylindrischer Körper errechnet sich aus dem Produkt von Grundfläche und Höhe (h) nach Gleichung (14).

$$V = \left(\frac{d}{2}\right)^2 \cdot \pi \cdot h \quad (14)$$

Für die Messung des Pelletdurchmessers (d) wurde eine Bügelmessschraube mit konstantem Anpressdruck (Genauigkeit: 0,01 mm) nach DIN 863 [36] verwendet (Abb. 65, links), während die Höhen- bzw. Längenmessung mit einer Feinmessuhr (Genauigkeit: 0,01 mm) nach DIN 878 [37] mit einem austauschbaren Messeinsatz (Kugelpopf mit 2,5 mm Durchmesser) erfolgte.

Wegen der unregelmäßigen Abbruchkanten an den Pelletenden war eine exakte Längenmessung für die Volumenbestimmung als Zylinder schwierig. Bei der Längenmessung wurde ein Kugelpopf im tiefsten Punkt der Aushöhlung am konkav geformten Pelletende angesetzt, während das nach außen gewölbte Ende auf einem Sockel stand. Der Abstand zwischen Kugelpopf und Sockel wurde von der Messuhr angezeigt und als Pelletlänge notiert (Abb. 65, rechts). Es wurde angenommen, dass der über die Unterkante des Kugelpopfs stehende Pelletteil (Volumen V_1 geht nicht in die Messung ein, Abb. 65) gleich dem Volumen ist, der am konvexen Pelletende (Volumen V_2 geht in die Messung ein) abgebrochen ist. Abschließend erfolgte die Dichtebestimmung unter der Annahme

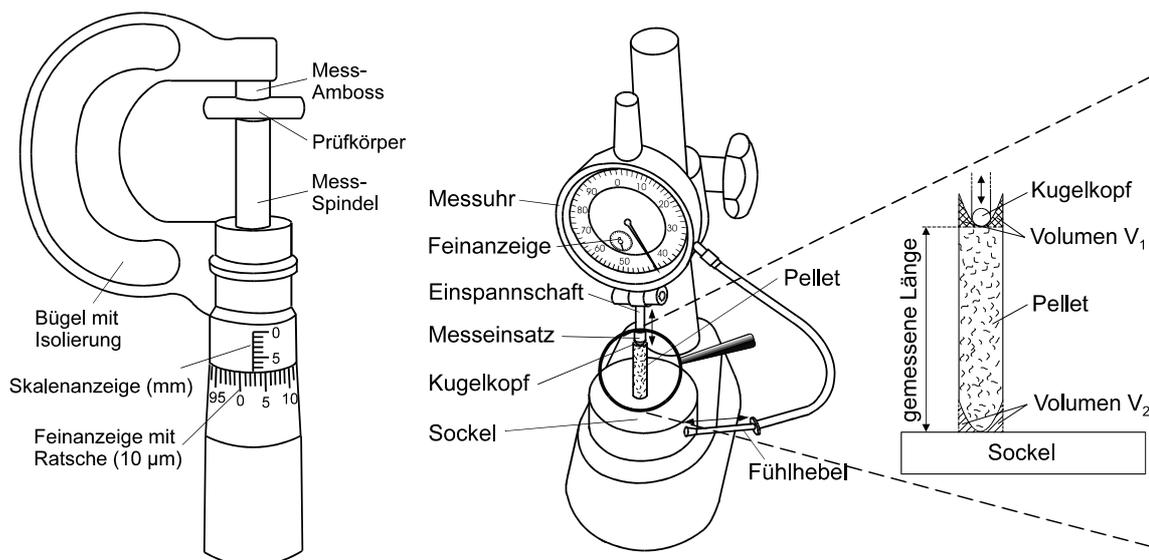


Abb. 65: Stereometrische Volumenbestimmung von Pellets; links: Bügelmess-Schraube nach DIN 863 [36]; rechts: Messaufbau zur Längenmessung von Pellets

einer zylindrischen Form. Neben der Betrachtung einzelner Pellets wurden auch Versuchsreihen durchgeführt, bei denen vier Pellets durch Addierung der jeweiligen Längen bei der Auswertung zu einer Probe zusammengefasst wurden.

Anders als bei den Pellets erfolgte die Höhen- und Durchmesserbestimmung der Briketts mit einem Mess-Schieber, die Querschnitte wurden auf Millimeterpapier angerissen und der Flächeninhalt wurde durch Auszählen der im Anriss befindlichen Quadrate ermittelt.

6.2.2.2 Auftriebsmessung

Messungen des Auftriebs im Wasser wurden auf einer Analysenwaage (Fa. Sartorius, Typ LA 310S, Genauigkeit 10^{-4} g, Messbereich 310 g) mit einem integrierten Dichtebestimmungsprogramm und speziellen Dichtebestimmungsset (Abb. 66, links) durchgeführt. Das Set dient der Arbeitserleichterung und ist als Waagenzubehör erhältlich. Hierbei belastet das auf einem Tisch stehende Becherglas die Waagschale nicht. Außerdem findet die Auftriebsbestimmung einer Probe nicht – wie normalerweise üblich – unter Flur d. h. an der Wiegezelle hängend, sondern als Oberflurmessung in einem windgeschützten Raum statt. Nur bei Briketts musste aufgrund des größeren Raumbedarfs und der höheren Masse unterflurig gemessen werden (Abb. 66, rechts). Die Prüflinge wurden für die Auftriebsbestimmung an einer Wiegezelle (Fa. Mettler, Typ PE 6000, Genauigkeit: 0,1 g) hängend ins Wasserbad (zylinderförmiger Plexiglas-Flüssigkeitsbehälter, 190 mm Durchmesser, 500 mm Höhe) getaucht.

6.2.2.3 Flüssigkeitsverdrängung

Bei der Bestimmung der Flüssigkeitsverdrängung (Abb. 66, Mitte) steht das mit Wasser gefüllte Becherglas auf der Waagschale. Hierbei ist zu beachten, dass die Gesamtmasse von Behälter, Wasser und des vom Prüfling verdrängten Wassers den Messbereich der Waage nicht überschreitet. Die Prüflinge werden dabei in eine Drahtschlaufe eingeführt und anschließend bis zum Anschlag ins Wasser getaucht, während die Masse des verdrängten Wassers an der tarierten Waage (Fa. Mettler, Typ AE 163, Genauigkeit 10^{-4} g, Messbereich 163 g) abgelesen wird.

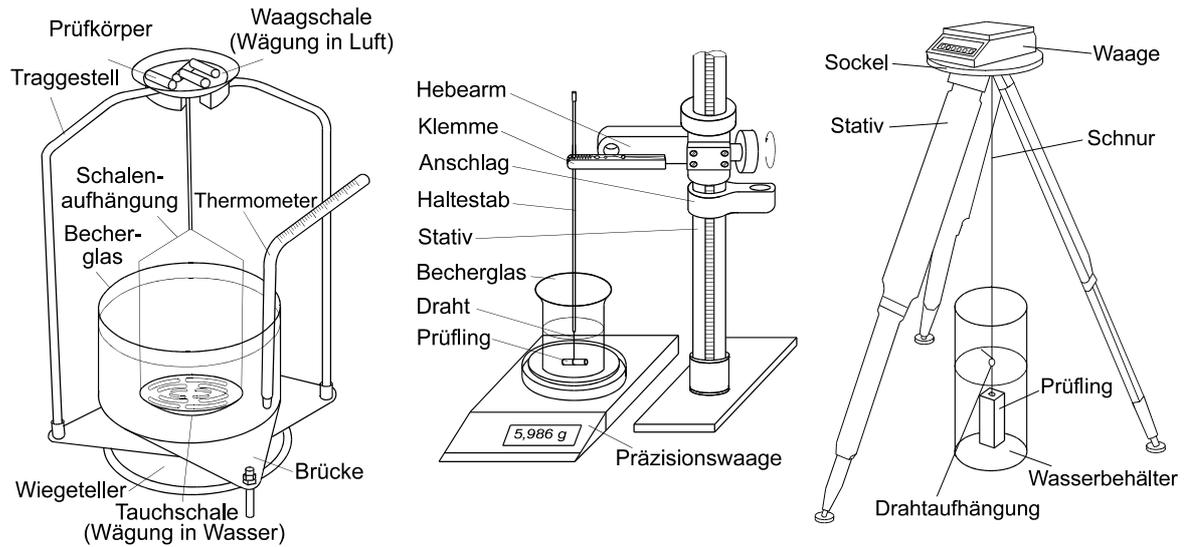


Abb. 66: Volumenbestimmung von Presslingen im Wasserbad; links: Dichtebestimmungsset (Fa. Sartorius); Mitte: Messaufbau zur Volumenbestimmung von Pellets nach dem Wasserverdrängungsverfahren [7]; rechts: Messaufbau zur Volumenbestimmung von Briketts nach dem Auftriebsverfahren

6.2.2.4 Anwendung von Netz- und Hilfsmitteln

Als Netzmittel wurde Spülmittel ($\rho = 1,025 \text{ g/cm}^3$) in 1-, 2- oder 10-prozentiger Konzentration verwendet. Zum Vergleich wurden auch Messungen ohne Netzmittelzugabe durchgeführt. Bei der Berechnung der Rohdichten mussten die Gleichungen (12) und (13) um die durch die Netzmittelzugabe verursachte Dichteänderung im Tauchmedium ρ_W korrigiert werden.

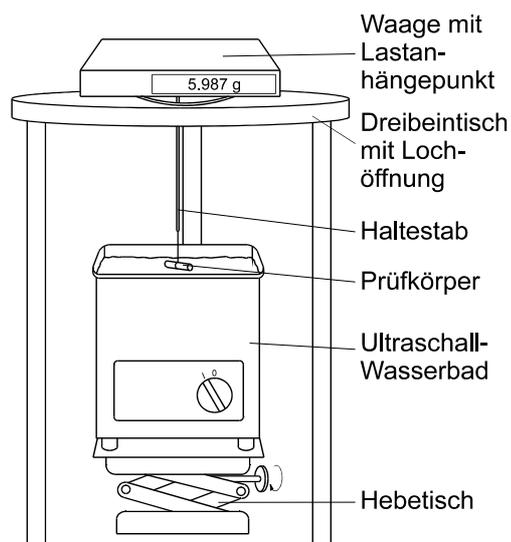


Abb. 67: Messaufbau zur Volumenbestimmung von Pellets im Ultraschallbad

Zur Entspannung des Wassers wurden in einer zusätzlichen Versuchsvariante Ultraschallwellen eingesetzt. Dabei wurden die Pellets bei Unterflurmessung in ein Ultraschallbad (Fa. Bandelin electronic, Typ TK 52, Frequenz: 35 kHz) getaucht. Die Waage stand auf einem dreibeinigen Tisch mit einer Lochöffnung in der Mitte. Durch das Loch konnte der Haltestab mit dem Prüfling an der Unterflurwägeeinrichtung der Waage befestigt werden. Das Tauchbe-

cken befand sich dabei auf einem Hebetisch, welcher den Eintauchvorgang regelte. Stärkere Wasserbewegungen wurden somit vermieden (Abb. 67).

6.2.2.5 Oberflächenversiegelung der Prüflinge

Die Oberflächenversiegelung erfolgte bei allen Prüflingen in drei weiteren Varianten mit Acryl-Klarlack (Fa. Peter Kwasny GmbH), flüssigem Holzwachs als Alkydharz-Wachs-Kombination (Fa. ATW GmbH) sowie einem Paraffin-Gemisch aus verschiedenen langen Kohlenwasserstoffketten (Schmelzpunkt ca. 50-60 °C, $\rho = 0,888 \text{ g/cm}^3$). Zur Dichtebestimmung des Paraffins wurden Messungen mit zehn Paraffinwürfeln (ca. 25 mm Kantenlänge) nach der Verdrängungsmethode durchgeführt. Bevor die Prüflinge zur Imprägnierung in die Flüssigkeit hineingetaucht wurden, war es erforderlich, das Paraffin durch Erhitzung auf ca. 140 °C zu verflüssigen. Bei allen Versiegelungsarten wurde die durch die Beschichtung verursachte Massenzunahme des Prüflings notiert. Anhand von Herstellerangaben über die Dichte der Imprägnierungsmittel wurde bei der Dichteberechnung das Volumen der Versiegelung vom Gesamtvolumen des imprägnierten Prüflings abgezogen. Dies erfolgte bei der Klarlackbeschichtung unter der Annahme, dass das aufgetragene Mittel nicht in den Prüfling eindringt, während bei der Holzwachsbeschichtung aufgrund der Leinöl-Komponente in der Flüssigkeit eine 50-prozentige Absorption (Eindringen) durch den Prüfling unterstellt wurde.

Im Gegensatz zur Holzwachsbeschichtung erschien bei der Paraffinimprägnierung die Bestimmung der tatsächlichen Paraffin-Absorption erforderlich. Dazu wurden in einem Vorversuch die Volumina von identischen Pelletproben im unbeschichteten und beschichteten Zustand nach dem Feststoffverdrängungsverfahren gemessen. Nach Abzug des Paraffinvolumens (bekannt aus Massenzunahme der Prüflinge und Paraffindichte) vom gesamten Prüflingsvolumen konnte mit Hilfe der Volumendifferenzen beider Bestimmungen der Paraffinanteil, der in den Pellet eindringt, auf ca. 12,3 % geschätzt werden. Die Berechnung der Rohdichte erfolgte bei der Paraffinbeschichtung nach Gleichung (15), wobei die Paraffin-Absorption mit $1 - 0,123 = 0,877$ als Multiplikator im Nenner in die Gleichung eingeht.

$$\rho_u = \frac{m_u}{(m_{u,P} - m_{w,P}) - \frac{m_{u,P} - m_u}{\rho_P} \cdot 0,877} \cdot \rho_w \quad (15)$$

Dabei ist

| | |
|-----------|---|
| ρ_u | Rohdichte des Prüflings (bei gegebenem Wassergehalt) |
| m_u | Masse des Prüflings in Luft ohne Paraffin (einschließlich Wassergehalt) |
| $m_{u,P}$ | Masse des Prüflings in Luft mit Paraffin (einschließlich Wassergehalt) |
| $m_{w,P}$ | Masse des Prüflings im Tauchmedium mit Paraffin |
| ρ_P | Dichte des Paraffins (= 0,888 g/cm ³) |
| ρ_w | Dichte des Tauchmediums bei ermittelter Temperatur |

Als weitere Messvariante wurden die Oberflächen der Brikettarten ohne Hohlraum (Brikett B2 und B3) mit einer PE-Frischhaltefolie für Lebensmittel (Fa. Cofresco Frischhalteprodukte) versiegelt. Die Folien wurden dabei möglichst straff über die drei Außenseiten (Mantelfläche und zwei Stirnseiten) der Prüflinge gespannt. Das Eindringen von Wasser unter die Folie konnte allerdings mit dieser Methode nicht vollständig verhindert werden. Das Volumen der Folienummantelung wurde durch Messungen an abmessungs- und formgleichen PVC-Briketts mit und ohne Folienversiegelung geschätzt und vom gemessenen Volumen des ummantelten Prüflings abgezogen (Kapitel 6.2.3).

6.2.2.6 Bestimmung der Feststoffverdrängung

Die Bestimmung der Rohdichten nach dem Feststoffverdrängungsverfahren erfolgte mit einem mikroprozessorgesteuerten Pyknometer GeoPyc 1360 (Fa. Micromeritics, Tabelle A3). Ein pulverförmiges, graphitbeschichtetes starres Medium ("DryFlo"), welches die Probe wie eine Flüssigkeit umgibt, aber nicht in deren Poren eindringt, wird dabei von einem Anpresskolben bis zu einer voreingestellten Kraft verdichtet (Abb. 68). Der bis dahin zurückgelegte Weg des Kolbens im Vergleich zu einer bereits durchgeführten Leermessung (Medium ohne Prüflinge) bei gleicher Verdichtungskraft ist das Maß für das Volumen der eingelegten Probe.

Zunächst wird der mit "DryFlo"-Pulver gefüllte Glaszylinder und der dazu passende Anpresskolben (ohne Probenmaterial) in das Gerät eingespannt und zur Gewinnung von Bezugsgrößen eine Leermessung mit mehreren (hier: drei) Verdichtungszyklen durchgeführt. Proben- und Pulvervolumen sollen im verwendeten Behälter (hier: Zylinder mit Innendurchmesser 19,1 mm) im Verhältnis von etwa eins zu zehn stehen. Die Abmessungen des Glaszylinders und die Pulvermenge müssen gewährleisten, dass während des Verdichtungsvorgangs das Probenmaterial komplett von "DryFlo" umspült wird. Die Größe des ausgewählten Messbehälters bestimmt wiederum die vom Hersteller empfohlene und am

Gerät einzustellende Verdichtungskraft (38,0 N) und einen behälterspezifischen Konvertierungsfaktor (0,2964 cm³/mm). Der Betrag der gemessenen Rohdichte ist linear abhängig vom Konvertierungsfaktor, d. h., wird dieser um 10 % reduziert, erhöht sich auch das Ergebnis der Rohdichtemessung um 10 %. Der Anpresskolben wird bei der Messung in einer Vielzahl von Teilschritten voranbewegt bis die voreingestellte Verdichtungskraft erreicht ist. Durch zusätzliche oszillierende Drehbewegungen der Rotationsscheibe und des Zylinders sollen kontrollierte Verdichtungen erreicht werden. Die horizontale Bewegung des Kolbens wird durch den Impulszähler eines Schrittmotors erfasst. Pro Zählimpuls bewegt sich der Kolben dabei um $2,64 \times 10^{-3}$ mm. Nachdem der definierte Anpressdruck erreicht ist, zieht sich der Kolben zur Auflockerung des Pulverbetts zurück. Der Zylinder wird dann wieder gerüttelt und der Kolben bewegt sich bis zum gleichen Anpressdruck abermals nach vorne. Nach Beendigung der Leermessung wird der Glaszylinder mit dem Anpresskolben herausgeschraubt und das Probenmaterial zum "DryFlo" hinzugegeben. Nach erneutem Anschrauben von Glaszylinder und Anpresskolben wird die Probenmessung nun mit derselben Anzahl von Verdichtungszyklen und derselben Verdichtungskraft durchgeführt. Das Gerät errechnet anschließend das Probenvolumen anhand des Konvertierungsfaktors und der Impulszählungen zwischen Leer- und Probenmessung.

Die Messung ist zerstörungsfrei, somit können mehrere Messungen am gleichen Prüfling vorgenommen werden. Nach Eingabe der Probenmassen können bei diesem System die Rohdichten sofort abgelesen, ausgedruckt oder am PC verarbeitet werden. Die Dichtebestimmung einer Einzelprobe dauert ca. 10 bis 15 Minuten.

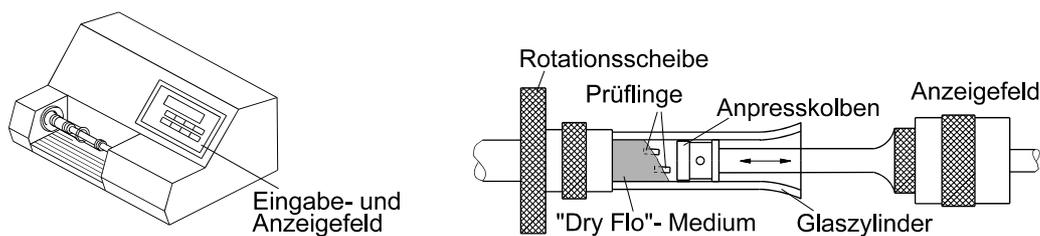


Abb. 68: Bestimmung der Rohdichte von Presslingen nach dem Feststoff-Verdrängungsverfahren (nach Micromeritics) [7]

6.2.3 Wahl des Stichprobenumfangs

Nach erfolgter Probenahme ist zur Gewinnung genauer und wiederholbarer Messwerte einerseits eine ausreichend große Stichprobenanzahl notwendig, andererseits gilt es, Zeit- und Arbeitsaufwand so gering wie möglich zu halten.

So ist ab einem gewissen Stichprobenumfang die Änderung des Stichprobenfehlers so gering, dass eine Erweiterung des Stichprobenumfangs den Mehraufwand nicht mehr rechtfertigt. Es ist daher notwendig, die Stichprobenanzahl so zu wählen, dass der geforderte relative Fehler (Genauigkeit der Messung) mit einer bestimmten Wahrscheinlichkeit nicht überschritten wird.

In Vorversuchen war festgestellt worden, dass bei Pellets (Pellet 1, kurz; Variante "ohne alles", Zufallsstichprobe mit Umfang $m = 52$) eine Standardabweichung σ für die gemessene Rohdichte in Höhe von 0,078 bei einem Mittelwert \bar{x} , von 1,148 g/cm³ zu erwarten ist¹. Bei der Wahl der Pelletart und der Messvariante wurde ein Worst-Case-Szenario mit einer besonders ungünstigen Kombination von Standardabweichung (möglichst groß) und Mittelwert (möglichst klein) gewählt. Mit Hilfe dieser beiden vorläufigen Messgrößen lässt sich der erforderliche Stichprobenumfang anhand Gleichung (16) [101] festlegen, wobei ein Zielwert für den maximalen Stichprobenfehler von 2 % angestrebt wurde.

$$n \geq \frac{\lambda_{0,95}^2 \cdot \sigma^2}{\delta^2 \cdot \bar{x}^2} \cdot c \quad (16)$$

Dabei ist n der Stichprobenumfang, λ die Grenze der Standardnormalverteilung (Tabellenwert für $\alpha = 5\%$: 1,96), σ die Standardabweichung (aus Vorversuchen), δ die geforderte Genauigkeit und \bar{x} der Mittelwert (aus Vorversuchen). Da mit Gleichung (16) in der Regel der benötigte Stichprobenumfang unterschätzt wird, geben SHIFFLER und ADAMS [104] für $m < 61$ einen Korrekturfaktor c (für $m = 52$: $c = 1,0134$) an, mit dem der errechnete Stichprobenumfang n multipliziert wird. Bei einer Irrtumswahrscheinlichkeit von 5 % ergab sich demnach ein geforderter Stichprobenumfang von mindestens 45 Pellets. Zur Festigung der Aussagesicherheit wurde ein Umfang von 52 Proben gewählt, wobei in der Datenauswertung durchweg jeweils auf den Minimal- und Maximalwert einer Messreihe verzichtet wurde (Ausreißereliminierung; 50+2).

6.2.4 Versuchsplan

Die Volumenbestimmung der Prüflinge wurde in zwölf verschiedenen Varianten mit sechs Brennstoffarten bei unterschiedlicher Anzahl von Wiederholungen durchgeführt. Insgesamt wurde die Rohdichte von 2.703 Proben (2.148 Pellets und 555 Briketts) ermittelt. Eine Übersicht über die eingesetzten Verfahren bzw.

¹Standardabweichung σ und Mittelwert \bar{x} werden hier als Werte aus der Grundgesamtheit angenommen.

deren Varianten sowie eine Kurzbeschreibung der jeweiligen Methodik und die geprüften Brennstoffarten gibt Tabelle 32. Die Massenbestimmung der Proben erfolgte ohne Beschichtungen, die Volumenbestimmung dagegen mit Imprägnie-

Tabelle 32: Versuchsplan zum Verfahrensvergleich Rohdichtebestimmung

| Messverfahren | Variante | geprüfter Brennstoff (Art×Anz. Wdhl.; Verfahren) | Kurzbeschreibung der Volumenbestimmung |
|---|---------------------------|--|---|
| Stereometrie | Stereometrie-einzeln | Pellets einzeln (3×52) | Bestimmung der geometrischen Abmessungen mit Schieblehre, Maßband, Messschraube und -uhr oder durch Anreißen auf Papier; bei Pellets: Bestimmung einzelner Prüflinge sowie durch Zusammenfassung von vier Pellets zu einer größeren Probe |
| | -4er-Gruppen ^a | Pellets 4er-Gruppen (3×52) | |
| | -Anriss | Briketts: (3×15; Anriss) | |
| | -Durchmesser | (1×15; Durchmesser) | |
| | -Umfang | (1×15; Umfang) | |
| | ohne alles | Pellets einzeln (3×52; A und V) Briketts (3×15; A) | Bestimmung des vom Prüfling verdrängten Wasservolumens im Tauchbad (V) oder dessen scheinbare Masse im Wasser (A) |
| | Netzmittel 2 %-einzeln | Pellets einzeln (3×52; A) Pellets 4er-Gr. (3×52; A) Briketts (3×15; A) | wie "ohne alles" unter Zugabe von 2 % Spülmittel zur Benetzung im Tauchbad; bei Pellets: Bestimmung einzelner Prüflinge sowie durch Zusammenfassung von vier Pellets zu einer größeren Probe |
| | -4er-Gruppen ^a | Brikett-Teilstücke (3×20; A und V) | |
| | Netzmittel 1 % | Pellets einzeln (3×52; A) | wie "ohne alles" unter Zugabe von 1 % Spülmittel zur Benetzung im Tauchbad |
| Wasserverdrängung (V) bzw. Auftrieb im Wasser (A) | Netzmittel 10 % | Pellets einzeln (3×52; A) Briketts (1×15; A) | wie "ohne alles" unter Zugabe von 10 % Spülmittel zur Benetzung im Tauchbad |
| | Ultraschall | Pellets einzeln (3×52; A) | Bestimmung des Auftriebs im Tauchbad; Anwendung von Ultraschallwellen im Wasserbad zur Benetzung des Prüflings |
| | Klarlack/Netzmittel 2 % | Pellets einzeln (3×52; A) Briketts (3×15; A) | wie "Netzmittel 2 %" inklusive Einsprühen der Prüflinge mit Klarlack zur Versiegelung |
| | Holzwachs/Netzmittel 2 % | Pellets einzeln (3×52; A) Briketts (3×15; A) | wie "Netzmittel 2 %" inklusive Eintauchen der Prüflinge in flüssiges Holzwachs zur Versiegelung |
| | Paraffin | Pellets einzeln (3×52; A) Briketts (3×15; A) | wie "ohne alles" inklusive Eintauchen der Prüflinge in flüssiges Paraffin zur Versiegelung |
| | Paraffin/Netzmittel 2 % | Pellets einzeln (3×52; A) Briketts (3×15; A) | wie "Paraffin" und "Netzmittel 2 %" |
| | PE-Folie/Netzmittel 2 % | Briketts (2×15; A) | wie "Netzmittel 2 %" inklusive Umantelung der Prüflinge ohne Hohlräume mit Plastikfolie |
| | Feststoffverdrängung | GeoPyc ^a | Pellets 4er-Gruppen (3×52) Brikett-Teilstücke (3×15) |

A: Auftrieb im Wasser; V: Wasserverdrängung;

^a Für die Verfahren "GeoPyc, 4er-Gruppen", "Stereometrie, 4er-Gruppen" und "Netzmittel 2 %, 4er-Gruppen" konnte bei Pellets identisches Probenmaterial verwendet werden, da die Messungen mit den beiden erstgenannten Verfahren zerstörungsfrei sind.

runghülle. Anschließend wurde das Volumen der Imprägnierungshüllen rechnerisch ermittelt und vom gemessenen Gesamtvolumen abgezogen.

6.2.5 Datenauswertung (Varianzanalyse)

Zum Vergleich der geprüften Messverfahren wurde für Bestimmungen an Pellets eine zweifaktorielle Varianzanalyse mit Hilfe der Statistik-Software SPSS (Befehl: UNIANOVA) durchgeführt. Als abhängige Variable wurden dabei die Rohdichte-Messwerte der einzelnen Messverfahren (150 je Messverfahren) und als unabhängige Variable die Pelletbezeichnung (drei Pelletarten) sowie die geprüften Messverfahren bzw. -varianten (14) definiert.

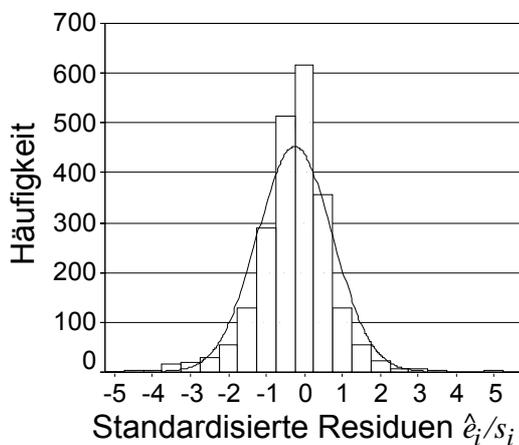


Abb. 69: Häufigkeitsverteilung der standardisierten Residuen \hat{e}_i/s_i für die durchgeführten Rohdichtebestimmungen (Histogramm), $n = 2.100$, Mittelwert ist 0

Nach Prüfung der Residuen auf Normalverteilung konnte bei 34 von 42 Datensätzen anhand des Kolmogorov-Smirnov Tests mit Signifikanzkorrektur nach Lilliefors die Hypothese der Normalverteilung aufrechterhalten werden. Da Varianzanalysen bei Verletzung der Normalverteilungsannahme relativ robust reagieren [98], ist deren Anwendung hier gerechtfertigt. Auch die graphische Analyse der standardisierten Residuen \hat{e}_i/s_i anhand eines Histogramms (Abb. 69) zeigt keine auffälligen

Abweichungen von der Gauß'schen Glockenkurve. Relativ anfällig dagegen ist die Varianzanalyse bei Verletzung der Varianzhomogenitätsannahme. Da nach Durchführung des Levene-(Pfanzagl-)Tests ungleiche Varianzen festgestellt worden sind, wurde für Mittelwertvergleiche der Tamhane-Test [113] bevorzugt. Aus sogenannten Monte-Carlo-Untersuchungen geht hervor, dass der Machtverlust des Tamhane-Tests auch bei heterogenen Varianzen sehr gering ist und das multiple Niveau sehr gut gehalten wird [69, 71]. Außerdem wurden gleiche Stichprobengrößen miteinander verglichen, was bei einer Verletzung der Varianzgleichheit besonders wichtig ist [98].

6.2.6 Vorversuche

Um einzelne Imprägnierungsmittel auszuwählen und deren Effektivität zu beurteilen, war es nötig, Vorversuche durchzuführen, bei denen die behandelten Presslinge (Pellet "Binder", $n = 10$; Brikett "Brik", $n = 5$) für 55 bzw. 60 Sekunden ins Wasser getaucht wurden. Die scheinbare Massenveränderung bzw. die Wasseraufnahme wurde alle fünf Sekunden protokolliert. Die Ergebnisse zeigen, dass die relative Wasseraufnahme bei Briketts höher als bei Pellets ist (Abb. 70). Die Paraffinversiegelung bietet bei Briketts einen deutlich besseren Schutz als alle anderen Varianten, während bei Pellets, zumindest in der messentscheidenden Anfangsphase, kaum Unterschiede auftreten. Paraffin- und klarlackversiegelte Prüflinge haben bei Briketts offensichtlich Vorteile gegenüber unbehandelten Varianten. Die Verwendung von Holzwachs kann dagegen die Wasseraufnahme zu Tauchbeginn bei beiden Brennstoffen kaum vermindern. Insgesamt aber bleibt die Wasseraufnahme in der unbehandelten Variante mit 0,13 % bei Pellets und 0,61 % bei Briketts während der ersten fünf Sekunden relativ gering.

Zumindest bei Briketts erscheint eine Oberflächenversiegelung für Bestimmungen im Wasserbad sinnvoll. Eine Paraffinbeschichtung ist zwar am effektivsten, aber auch am aufwändigsten. Die bei Pellets zusätzlich untersuchte einprozentige Celloidin-Beschichtung (1 g Cedukol, 29,3 cm³ Äther, 28 cm³ Ethanol) zeigt eine sehr ähnliche Imprägnierungswirkung wie Paraffin; sie wurde daher in den weiteren Versuchen nicht mehr berücksichtigt.

Um den Einfluss einer Folienummantelung bei Briketts ohne Hohlräume (Brikett 2 und 3) zu bewerten, wurden an jeweils einem formidentischen Referenzkörper aus PVC mit und ohne Ummantelung Dichtemessungen nach dem Auftriebsverfahren durchgeführt. Die Rohdichte der Messungen ohne Folie lag bei Brikett 2 (quaderförmig, abgerundet) lediglich 0,7 % und beim kleineren Brikett 3 (Vollzylinder) 2,1 % erwartungsgemäß über den Werten der Messungen mit Folie. Somit wurden die Rohdichtewerte aus den Versuchen mit Folienummantelung um den entsprechenden Faktor von 0,7 bzw. 2,1 % korrigiert.

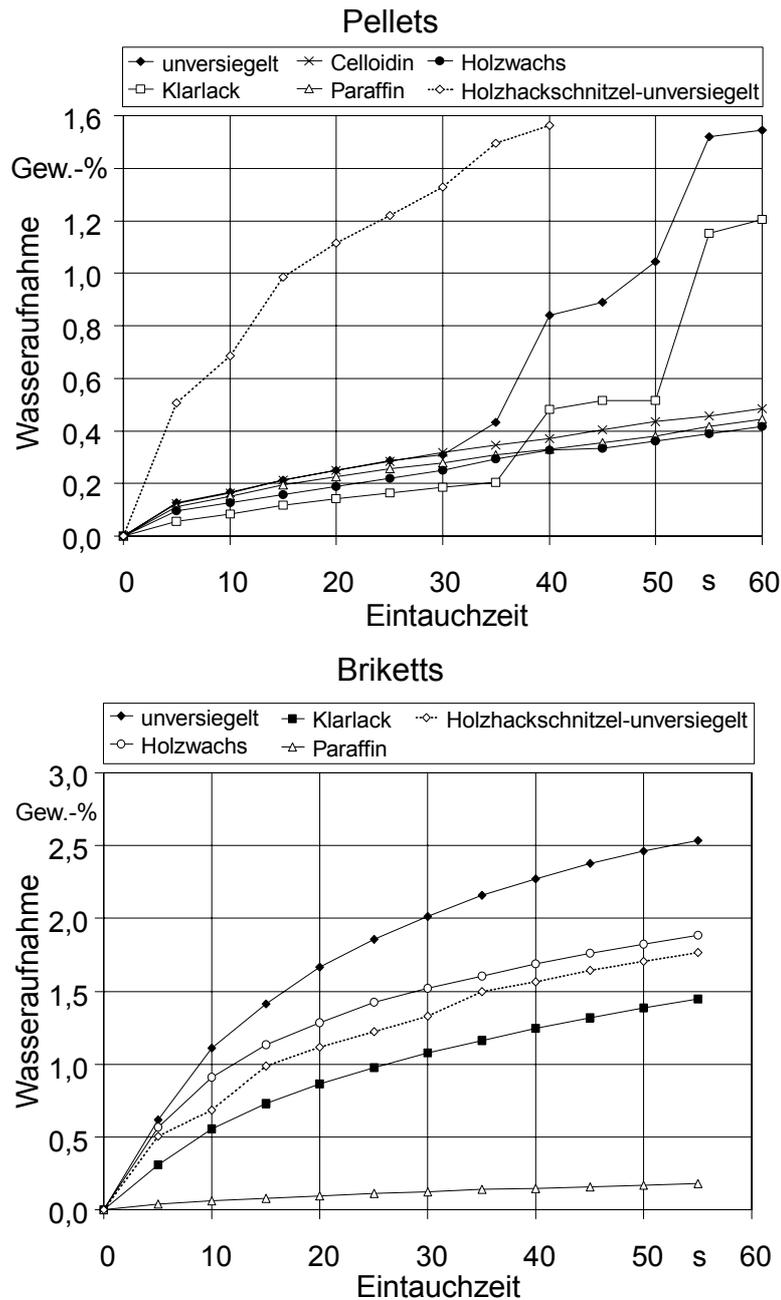


Abb. 70: Wasseraufnahme unversiegelter und mit verschiedenen Imprägnierungsmitteln versiegelter Pellets (oben) und Briketts (unten). Zum Vergleich unversiegelte Holz hackschnitzel

6.3 Ergebnisse und Diskussion

Aufgrund fehlender Standardprobenkörper bzw. einer fehlenden Referenzmethode ist die Verifikation der erzielten Ergebnisse und somit auch die Bewertung der Messverfahren schwierig. Es können hier lediglich die beobachteten relativen Messwertunterschiede sowie eine zweifaktorielle Varianzanalyse für eine Beurteilung herangezogen werden.

6.3.1 Messungen von Pellets

Die relativen Unterschiede sind für die drei verwendeten Holzpelletsorten gemeinsam in Abbildung 71 dargestellt. Darin zeigt sich, dass sich die gemessenen Durchschnittswerte – je nach Messverfahren und Variante – um bis zu 9 % unterscheiden können.

Generell kommt es bei den Bestimmungen im Wasserbad durchweg zu höheren Messwerten als bei stereometrischer Messung. Beim Vergleich der Tauchverfahren konnten bei Bestimmungen nach der Verdrängungsmethode höhere Ergebnisse als bei der Messung des Auftriebs festgestellt werden. Am niedrigsten liegen die gemessenen Rohdichtewerte beim Einsatz des Feststoff-Pyknometers ("GeoPyc").

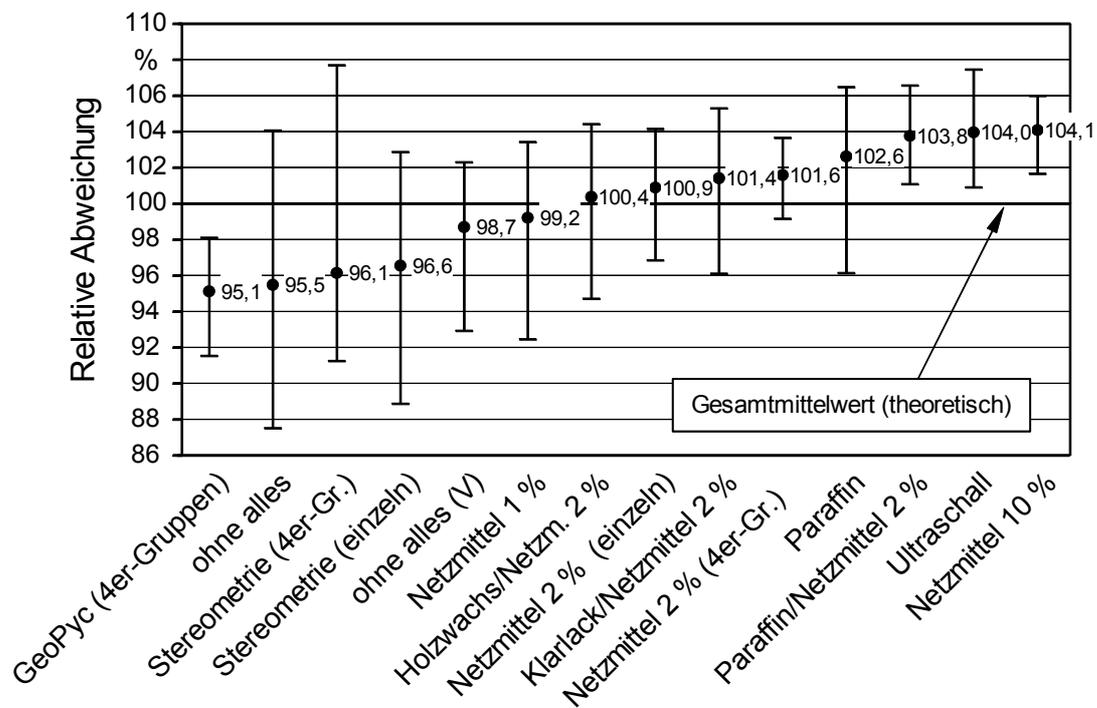


Abb. 71: Relative Abweichungen der Messwerte von ihrem jeweiligen theoretischem Gesamtmittelwert für drei Pelletarten. Alle Messungen nach dem Auftriebsverfahren, außer "GeoPyc" (Feststoffverdrängung), "ohne alles (V)" (Flüssigkeitsverdrängung) und "Stereometrie". Anzahl der Messwerte je Verfahren: 150; bei den dargestellten Extremwerten (Spannweiten) handelt es sich ebenfalls um Mittelwerte aus drei Versuchsreihen [7]

Zusätzlich wurde eine zweifaktorielle Varianzanalyse mit 2.100 Messwerten durchgeführt (nähere Erläuterungen Kapitel 6.2.5), bei der sich zeigte, dass sich alle Variablen hochsignifikant voneinander unterscheiden. Anhand von Tamhane-Tests (Signifikanzniveau $\alpha = 5\%$) wurde ermittelt, welche Verfahren zu unterschiedlichen Ergebnissen führen. Dabei wurden die Mittelwerte der Messver-

fahren auf sogenannte "homogene Untergruppen" verteilt, innerhalb derer sich die Mittelwerte nicht signifikant voneinander unterscheiden. Die Ergebnisse sind in Tabelle 33 zu finden. Die hier angegebenen Mittelwerte errechnen sich aus den Messungen mit allen drei Pelletarten und dienen als theoretische Rechenwerte nur zum Verfahrensvergleich. Große Streuungen der Messwerte um den Mittelwert können zwischen den Untergruppen Überschneidungen hervorrufen, sodass manche Verfahren in mehreren Gruppen zu finden sind (z. B. Variante "Netzmittel 2 % (einzeln)"). Die Mittelwerte der Verfahren "Netzmittel 2 % (einzeln)" unterscheiden sich demnach nicht signifikant von den Werten der Variante "Holzwachs/Netzmittel 2 %" und "Klarlack/Netzmittel 2 %" (Untergruppe 4 und 5). Die Werte der Verfahren "Holzwachs/Netzmittel 2 %" und "Klarlack/Netzmittel 2 %" allerdings unterscheiden sich, weil sie in keiner gemeinsamen Untergruppe zu finden sind. Nachfolgend werden die wichtigsten Unterschiede zwischen den Messverfahren diskutiert.

Tabelle 33: Mittelwerte und "homogene Untergruppen" aus einer zweifaktoriellen Varianzanalyse für drei Pelletarten (nach Tamhane-Tests, Signifikanzniveau: 5 %, n = 2.100)

| Messverfahren ^a | Untergruppe | | | | | | |
|------------------------------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| GeoPyc (4er-Gruppen) | 1,191 | | | | | | |
| ohne alles | 1,196 | 1,196 | | | | | |
| Stereometrie (4er-Gruppen) | 1,204 | 1,204 | | | | | |
| Stereometrie (einzeln) | | 1,209 | | | | | |
| ohne alles (V) | | | 1,236 | | | | |
| Netzmittel 1 % | | | 1,243 | | | | |
| Holzwachs/Netzmittel 2 % | | | | 1,257 | | | |
| Netzmittel 2 % (einzeln) | | | | 1,264 | 1,264 | | |
| Klarlack/Netzmittel 2 % | | | | | 1,270 | | |
| Netzmittel 2 % (4er-Gruppen) | | | | | 1,272 | | |
| Paraffin | | | | | | 1,285 | |
| Paraffin/Netzmittel 2 % | | | | | | | 1,300 |
| Ultraschall | | | | | | | 1,302 |
| Netzmittel 10 % | | | | | | | 1,304 |

^a Alle Messungen nach dem Auftriebsverfahren, außer "GeoPyc" (Feststoffverdrängung), "ohne alles (V)" (Flüssigkeitsverdrängung) und Stereometrie.

6.3.1.1 Benetzungsmittel

Die Zugabe eines Netzmittels zum Wasserbad führt mit steigenden Konzentrationen zu einer Verbesserung der Wiederholbarkeit (Tabelle 34) und im Durchschnitt zu signifikant höheren Messwerten (Abb. 71, Tabelle 33). Es kann ver-

mutet werden, dass die höheren Messwerte – zumindest bei den "Wasserbad-Verfahren" – dem mutmaßlichen "wahren" Dichtewert am nächsten kommen; das ergeben theoretische Überlegungen über die Wirkung der Störgrößeneinflüsse. Solche Störeinflüsse gehen z. B. von Bläschen aus, die sich beim Eintauchen der Prüflinge in nicht-entspanntes Wasser infolge einer erhöhten Oberflächenspannung an den Grenzflächen bilden können. Die Luftblasen bewirken einen zusätzlichen Auftrieb, der zu einer erhöhten Volumenmessung führt, was gleichbedeutend mit einem geringeren Dichtewert ist. Im Umkehrschluss bedeutet dies, dass störeffekt-minimierende Maßnahmen den gemessenen Dichtewert erhöhen. Folglich lassen sich höhere Dichtewerte als die zuverlässigeren Messungen interpretieren.

Die Verwendung eines Netzmittels ist somit hinsichtlich der Störgrößenminimierung besonders effektiv. Die Ergebnisse in Abbildung 71 zeigen sogar, dass große Zuschlagmengen von Flüssigseife besonders vorteilhaft sind. Aus der Betrachtung der Varianten "ohne alles", Netzmittel mit 1, 2 und 10 % wird ersichtlich, dass der Mittelwert der Rohdichte mit der Netzmittelkonzentration kon-

Tabelle 34: Ergebnisse der Rohdichtebestimmungen für Pellets

| Messverfahren/Varianten | Pellet 1 (kurz) ^a | | Pellet 2 (lang) ^a | | Pellet 3 (lang) ^a | |
|--|------------------------------------|---|------------------------------------|---|------------------------------------|---|
| | Mittelwert (g/cm ³) | Variationskoeffizient ^c (%) | Mittelwert (g/cm ³) | Variationskoeffizient ^c (%) | Mittelwert (g/cm ³) | Variationskoeffizient ^c (%) |
| <i>Stereometrie</i> | | | | | | |
| einzel | 1,206 | 4,19 | 1,223 | 2,64 | 1,199 | 2,50 |
| 4er-Gruppen ^b | 1,200 | 1,98 | 1,230 | 1,39 | 1,182 | 6,72 |
| <i>Auftrieb im Wasser bzw. Wasserverdrängung (V)</i> | | | | | | |
| ohne alles | 1,148 | 6,81 | 1,245 | 2,40 | 1,195 | 2,64 |
| ohne alles (V) | 1,239 | 3,20 | 1,252 | 1,58 | 1,218 | 1,90 |
| Netzmittel 2 %, einzeln | 1,245 | 3,37 | 1,279 | 1,04 | 1,267 | 1,13 |
| Netzmittel 2 %, 4er-Grupp. ^b | 1,282 | 1,29 | 1,282 | 0,77 | 1,253 | 1,27 |
| Netzmittel 1% | 1,237 | 4,06 | 1,253 | 1,90 | 1,238 | 2,08 |
| Netzmittel 10% | 1,314 | 1,31 | 1,303 | 0,98 | 1,295 | 0,93 |
| Ultraschall | 1,300 | 1,82 | 1,309 | 1,32 | 1,297 | 0,91 |
| Klarlack / Netzmittel 2 % | 1,281 | 3,01 | 1,275 | 1,46 | 1,254 | 2,23 |
| Holz wachs / Netzmittel 2 % | 1,273 | 2,21 | 1,258 | 1,87 | 1,240 | 2,37 |
| Paraffin | 1,296 | 2,64 | 1,289 | 1,44 | 1,271 | 2,36 |
| Paraffin / Netzmittel 2 % | 1,311 | 1,58 | 1,298 | 1,16 | 1,290 | 0,95 |
| <i>Feststoffverdrängung</i> | | | | | | |
| GeoPyc, 4er-Gruppen ^b | 1,201 | 2,27 | 1,199 | 1,31 | 1,174 | 1,57 |

^a Durchschnittliche Längen: Pellet 1: 9 mm; Pellet 2: 16 mm; Pellet 3: 15 mm

^b Aufgrund zerstörungsfreier Messungen konnte identisches Probenmaterial verwendet werden

^c Der Variationskoeffizient ist als Maß für die Wiederholbarkeit anzusehen

tinuierlich ansteigt, zugleich sinkt auch die Amplitude der gemessenen Einzelwerte bzw. die in Tabelle 34 dargestellten Variationskoeffizienten. Die Varianzanalyse in Tabelle 33 sichert diese Beobachtung auch statistisch ab, denn mit zunehmender Netzmittelkonzentration finden sich alle vier Varianten in jeweils höheren Untergruppen. Das in Abbildung 72 gezeigte Beispiel mit den Absolutwerten für die Sorte "Pellet 3" bestätigt diesen Trend ebenfalls.

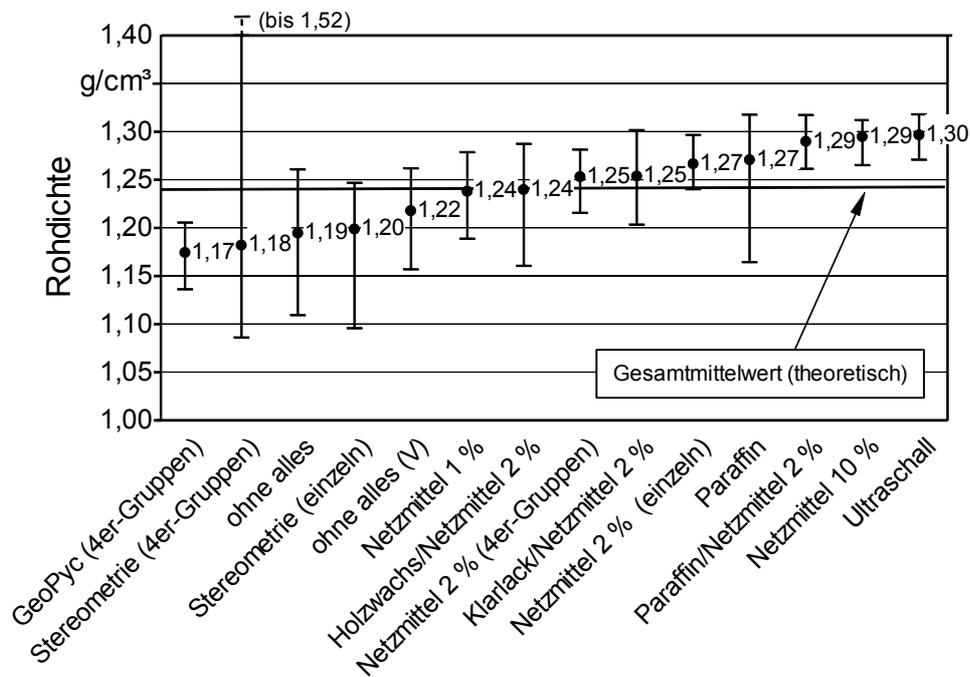


Abb. 72: Spannweiten und Mittelwerte der geprüften Messverfahren zur Rohdichtebestimmung bei Pellet 3 (lang). Anzahl der Messwerte je Verfahren: 50

6.3.1.2 Ultraschallbad

Für Messungen im Ultraschallbad gelten die gleichen Beobachtungen wie für den Einsatz von Netzmitteln, auch hierbei handelt es sich um eine Maßnahme zur Vermeidung der Bläschenbildung. Aufgrund der von Ultraschallwellen ausgelösten wechselnden Komprimierung und Dehnung des Mediums implodieren die Luftblasen an den Grenzflächen. Dieser Effekt ist mindestens ebenso wirksam wie eine Netzmittelzugabe, das zeigen die für alle Pelletsorten fast durchweg an der Spitze liegenden Messwerte für die Rohdichte (Abb. 71 und Tabelle 34).

Angesichts der hohen Rohdichte-Messwerte muss aber die Frage gestellt werden, ob nicht auch feine Vertiefungen oder Risse an der Pelletoberfläche durch eine vollständige Eliminierung von Luftblaseneffekten übermäßig mit Wasser

gefüllt werden, wodurch – besonders im Stirnflächenbereich – eine sehr unebene Wasser-Pellet-Grenzfläche entstünde, die zu einer übertrieben geringen Volumenbestimmung führen würde. Nach dem gegenwärtigen Kenntnisstand gibt es jedoch noch zu wenig Anhaltspunkte, die diese Annahme unterstützen; zumal auch die Frage noch nicht geklärt ist, auf welchen Oberflächenverlauf des Presslings (bzw. auf welches Rauigkeitsmaß) die Rohdichtebestimmung eigentlich abzielen sollte.

6.3.1.3 Imprägnierungsmittel

Die Verwendung von Imprägnierungsmitteln (in Kombination mit einer 2 %-igen Netzmittelzugabe) führt lediglich bei einer Paraffinbeschichtung zu höheren Dichtemesswerten als bei unbehandelten Pellets (z. B. bei Variante "Netzmittel 2 %"). Bei Verwendung von Klarlack oder Holzwachs konnte jedoch keine signifikante Abweichung der Mittelwerte gegenüber der Nullvariante festgestellt werden (Varianzanalyse Tabelle 33). Nur bei der Paraffinimprägnierung sinkt auch die Messwertamplitude verglichen mit unbehandelten Prüflingen (Abb. 71 und Tabelle 34); das heißt, es kommt hier zu einer besseren Wiederholbarkeit. Deutliche Verbesserungen der Wiederholbarkeit lassen sich aber erst durch eine Netzmittelzugabe erreichen (vgl. Variationskoeffizienten in Tabelle 34). Offenbar weisen besonders die paraffinbeschichteten Prüflinge eine geringere Oberflächen-Rauigkeit auf, sodass sie dadurch besser benetzt werden, was im Ergebnis zu niedrigeren Volumina und höheren Rohdichten führt. Die wasserabweisende Wirkung einer Paraffinhülle war in Vorversuchen bereits nachgewiesen worden (Abb. 70).

6.3.1.4 Stereometrische Messungen

Nach Tabelle 33 bringt die Anwendung stereometrischer Messmethoden im Durchschnitt keine signifikant unterschiedlichen Messwerte als der Verzicht auf die oben genannten Hilfsmittel (Netzmittel, Ultraschall, Imprägnierung). In allen diesen Fällen führt die Messung offenbar tendenziell zu einer Überschätzung des Volumens (verglichen mit dem globalen Mittelwert) und somit zu einem geringeren Rohdichtewert bei gleichzeitig größerer Messunsicherheit (höhere Amplitude). Unter der Annahme, dass sich das Volumen konkav und konvex geformter Pelletenden gegenseitig aufhebt (siehe vorhergehendes Kapitel), erweist sich eine stereometrische Bestimmung aufgrund starker Ergebnisschwankungen auch bei einer Mehrfachbestimmung (Gruppenbildung) als ungeeignetes

Verfahren (siehe große Spannweiten in Abbildung 72). Im Hinblick auf die einfache Anwendung des Verfahrens ist es dennoch wünschenswert, weitere Varianten stereometrischer Messungen zu testen. So könnten z. B. die unregelmäßigen Abbruchkanten abgeschliffen oder abgesägt und der verbleibende regelmäßige Körper vermessen werden.

6.3.1.5 Feststoff-Pyknometermessung

Mit der feststoff-pyknometrischen Volumenbestimmung werden ebenfalls sehr niedrige Rohdichtewerte gemessen. Die Durchschnittswerte lagen hier bei zwei von drei Pelletsorten am niedrigsten, obgleich durch das Fehlen der bei den übrigen Verfahren auftretenden Störgrößen (Bläschenbildung, Wassereindringen) eigentlich besonders hohe Dichtemesswerte erwartet worden waren. Möglicherweise dringt das pulverförmige Medium nicht ausreichend in alle an der Oberfläche befindlichen Hohlräume ein. Denkbar ist aber auch, dass die Messwertabweichung durch eine unzureichende Anpassung des Konvertierungsfaktors zustande kam, welche durch Verwendung von Normkörpern (z. B. PVC-Pellets) und anschließendem Messwertabgleich hätte behoben werden können. Der hier verwendete Konvertierungsfaktor basiert auf betriebsinternen Erfahrungen des Geräteherstellers nach Messungen an einer Vielzahl von Prüflingsarten, -formen und -abmessungen und ist daher ein allgemeiner Durchschnittswert für stark unterschiedliche Formfaktoren und Oberflächenbeschaffenheiten. Gerade diese Formfaktoren, wie z. B. die Sphärizität und der Heywoodfaktor [109], oder auch die Rauigkeit der Oberfläche scheinen die Messung so zu beeinflussen, dass die Bestimmung an Pellets ohne individuelle Kalibrierung vorsichtig interpretiert werden muss.

Eine allgemeine Empfehlung zur Korrektur des Konvertierungsfaktors ist wegen fehlender Referenzmethoden und Standardproben schwierig. Geht man vom theoretischen Gesamtmittelwert aus (Abb. 71), stellt eine 5 %-ige Erhöhung der Rohdichtewerte – realisiert durch eine 5 %-ige Absenkung des Konvertierungsfaktors – eine denkbare Alternative dar. Auch die Anpassung der Werte an ein ausgewähltes Verfahren mit niedrigen Abweichungen, z. B. an "Netzmittel 2 % (4er-Gruppen)", ist vorstellbar (hier: Reduzierung des Konvertierungsfaktors um 6,5 %). Die einfache Handhabung und die Tatsache, dass die erforderliche Vorbereitungszeit für die Messung relativ gering ist – zumal keine Imprägnierung erfolgt – sprechen für den Einsatz des Gerätes. Die Wiederholbarkeit (durchschnittlicher Variationskoeffizient 1,72 %) könnte vermutlich durch eine Vergrößerung des Stichprobenumfangs auf bis zu 25 g pro Wiederholung erheblich

verbessert werden. Im vorliegenden Versuch wurden Probenmengen von lediglich 1 bis 4 g bestimmt, da eine direkte Vergleichbarkeit zu anderen Verfahren bei der Verwendung von identischem Probenmaterial wünschenswert erschienen war.

6.3.1.6 Allgemeine Beobachtungen

Grundsätzlich ist bei allen Messverfahren darauf zu achten, dass ein möglichst großer Probenumfang gewählt wird, da sich die Wiederholbarkeit der Messwerte dadurch verbessert. Das zeigt sich auch an den Ergebnissen mit Sammelproben à vier Pellets (Tabelle 34). Diese Vorgehensweise ist aber nicht bei allen Messverfahren möglich; im vorliegenden Fall konnte es lediglich bei Messungen mit dem Dichtebestimmungsset (Abb. 66, links) sowie nach dem stereometrischen und feststoff-pyknometrischen Verfahren durchgeführt werden. Die Mehrfachbestimmung ist vor allem bei kleinen (kurzen) Pellets sinnvoll. Hier waren Reduzierungen der Messwertamplituden (Anhang Abb. A13) sowie der Variationskoeffizienten besonders deutlich (Tabelle 34).

Da es sich bei der stereometrischen und der feststoff-pyknometrischen Bestimmung um eine zerstörungsfreie Messung handelt, konnte bei beiden Verfahren sowie bei der anschließend untersuchten Variante "Netzmittel 2 %, 4er-Gruppen" identisches Probenmaterial verwendet werden. Beim Vergleich dieser Messergebnisse kommt somit keine durch die Probenahme verursachte Streuung vor. Während bei den beiden erstgenannten Verfahren keine signifikanten Unterschiede im Mittelwert auftreten (vgl. Varianzanalysen in Tabelle 33), kam es bei der Bestimmung im Tauchbad bei allen drei Pelletsorten zu sehr viel höheren Messergebnissen (vgl. auch Variationskoeffizienten in Tabelle 34). Außerdem war die Messwertamplitude geringer (Abb. 71). Folglich bestätigt sich, dass die Bestimmung des Auftriebs im Wasser mit einer Netzmittelzugabe bessere Wiederholbarkeiten und zuverlässigere Messwerte hervorbringt.

Bei Betrachtung aller drei Messserien (drei Pelletsorten) ist festzustellen, dass die in Abbildung 71 und Tabelle 33 aufgezeigte Rangfolge der Messverfahren sich weitgehend einheitlich auch bei den drei Einzelmessserien beobachten lässt (Tabelle 34); wenngleich es vereinzelt zu Verschiebungen um zwei bis drei "Plätze" kommt (vgl. z. B. Abb. 71 mit Abb. 72, Anhang Abb. A13 und Abb. A14). Somit sind die hier erkennbaren Grundtendenzen durch relativ übereinstimmende Parallelmessungen verhältnismäßig gut abgesichert.

6.3.1.7 Mindest-Stichprobenumfang

Für zukünftige Methodenfestlegungen ist die Frage nach dem erforderlichen Stichprobenumfang zu klären. Tabelle 35 gibt die notwendige Stichprobengröße an, mit der bei einer 95 %-igen Wahrscheinlichkeit angenommen werden kann, dass der gefundene Mittelwert um höchstens 1, 2 bzw. 3 % vom wirklichen Mittelwert abweicht. Die Berechnungen basieren auf Gleichung (16), Seite 133 [101] und auf den Messdaten der vorgestellten Versuche.

Demnach wird durch die Verwendung von Netz- und Hilfsmitteln der erforderliche Mindest-Stichprobenumfang deutlich reduziert. Während bei der Variante "ohne alles" für eine Genauigkeit von 1 % mindestens 186 Prüflinge untersucht werden müssten (Pellet P1, kurz), kann der Stichprobenumfang durch Optimierung des Messverfahrens bei der gleichen Pelletart auf etwa 15 bis 20 Prüflinge verringert werden. Zwar lässt sich die Anzahl der gezogenen Stichproben bei einer geringeren Genauigkeit von mehr als 1 % weiter reduzieren; zur Bereitstellung reproduzierbarer und vergleichbarer Ergebnisse erscheint dies aber nicht sinnvoll, zumal auch nach DIN 52182 [29] zur Bestimmung der Rohdichte von Holz eine Messgenauigkeit von 1 % erforderlich ist. Bei größeren Pellets (P2 und P3) kann der Stichprobenumfang sogar auf etwa 10 bis 15 Proben reduziert werden.

Tabelle 35: Mindest-Stichprobenumfang bei ausgewählten Messverfahren am Beispiel dreier unterschiedlicher Pelletarten. Berechnung nach Gleichung (16); Signifikanzniveau $\alpha = 5\%$; Annahme der Normalverteilung nach Kolmogorov-Smirnov-Test in 14 von 15 Fällen gerechtfertigt; Korrekturfaktor für n nach SHIFFLER und ADAMS [104] berücksichtigt.

| Messverfahren/Varianten | Mindest-Stichprobenumfang für die geforderte Genauigkeit ($\alpha = 5\%$) von | | | | | | | | |
|-------------------------|---|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| | 1 % | | | 2 % | | | 3 % | | |
| | P1 ^a | P2 ^a | P3 ^a | P1 ^a | P2 ^a | P3 ^a | P1 ^a | P2 ^a | P3 ^a |
| ohne alles | 186 | 24 | 28 | 47 | 6 | 7 | 21 | 3 | 4 |
| Netzmittel 2 %, 4er-Gr. | 8 | 3 | 9 | 2 | 1 | 3 | 1 | 1 | 1 |
| Netzmittel 10% | 8 | 5 | 5 | 2 | 2 | 2 | 1 | 1 | 1 |
| Ultraschall | 16 | 11 | 4 | 4 | 3 | 1 | 2 | 2 | 1 |
| Paraffin/Netzmittel 2 % | 12 | 8 | 8 | 3 | 2 | 2 | 2 | 1 | 1 |
| GeoPyc, 4er-Gruppen | 25 | 13 | 30 | 7 | 4 | 8 | 3 | 2 | 4 |

^a durchschnittliche Längen: Pellet P1: 9 mm; Pellet P2: 16 mm; Pellet P3: 15 mm

Die starke Abflachung der Kurven in Abbildung 73 bei großen Stichprobenzahlen zeigt andererseits, dass sich eine noch größere Anzahl von Stichproben als nicht sehr effektiv erweist. So sind für eine Verbesserung der Genauigkeit

bzw. des relativen Fehlers von 1 % auf 0,5 % in der Variante "Paraffin/Netzmittel 2 %" bei Pellet 1 (kurz) statt 12 nun 46 Wiederholungen und bei Pellet 2 (lang) 29 anstelle von 8 Prüflingen erforderlich. Bei der Ultraschallwellen-Methode müssen für eine derartige Fehlerreduzierung sogar 62 Proben bei Pellet 1 und 42 bei Pellet 2 untersucht werden. Infolge der steilen Kurvenverläufe für $n < 10$ erscheint eine Reduzierung des Stichprobenumfangs in diesem Bereich nicht sinnvoll.

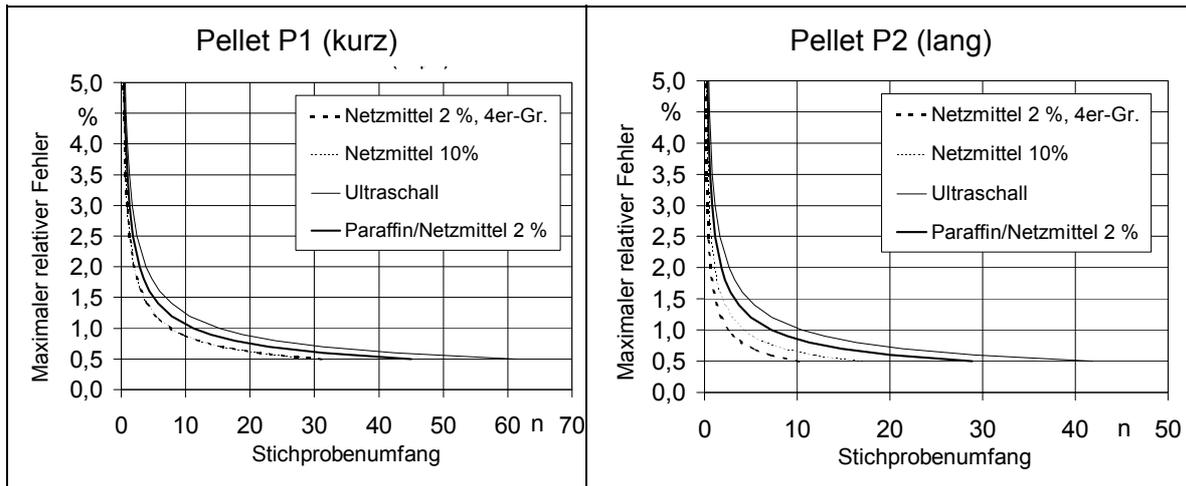


Abb. 73: Abhängigkeit der Schätzgenauigkeit bzw. des maximalen relativen Fehlers vom Stichprobenumfang bei verschiedenen Verfahren der Rohdichtebestimmung für zwei ausgewählte Pelletarten

6.3.2 Messungen von Briketts

Ähnlich wie bei Pellets kommt es auch bei Briketts zu verfahrensbedingten Messwertabweichungen, die bei den gemessenen Durchschnittswerten – je nach Verfahren und Brikettart – bis zu 11 % ausmachen können. Im Gegensatz zur Dichtebestimmung bei Pellets sind aber bei Briketts die Spannweiten der Messwerte innerhalb einer Messreihe bei den meisten Prüfverfahren geringer (Tabelle 36 und Abb. 74). Das liegt an den deutlich größeren Abmessungen, die zu einer günstigeren spezifischen Oberfläche S_V (hier: volumenbezogene Oberfläche bzw. Oberfläche/Volumen-Verhältnis) führen. Die volumenbezogene Oberfläche liegt bei Briketts im Vergleich zu den untersuchten Pellets ($S_V \approx 6,9$ bis $7,2 \text{ cm}^2/\text{cm}^3$) um ein Vielfaches niedriger ($0,6$ bis $0,9 \text{ cm}^2/\text{cm}^3$). Aufgrund der geringeren spezifischen Oberfläche haben Störgrößen wie die Oberflächenspannung oder Wasseraufnahme bei der Bestimmung im Wasserbad nur einen relativ geringen Einfluss. Beispielsweise sind anhaftende Luftbläschen im Vergleich zur Masse bzw. zur Größe des Prüflings sehr klein und beeinträchtigen somit die Messung kaum.

Tabelle 36: Vergleich der Rohdichtebestimmungsverfahren für Briketts

| Messverfahren/ Varianten | Brikett 1 (quaderförmig, abgerundet, hohl)  | | Brikett 2 (quaderförmig, abgerundet)  | | Brikett 3 (Vollzylinder)  | |
|--|--|--|---|--|--|--|
| | Mittelwert (g/cm ³) | Variations- koeffizient ^a (%) | Mittelwert (g/cm ³) | Variations- koeffizient ^a (%) | Mittelwert (g/cm ³) | Variations- koeffizient ^a (%) |
| <i>Stereometrie</i> | | | | | | |
| Anriss | 1,248 | 1,67 | 0,972 | 0,96 | 1,056 | 0,80 |
| Durchmesser | - | - | - | - | 1,052 | 0,80 |
| Umfang | - | - | - | - | 1,046 | 0,80 |
| <i>Auftrieb im Wasser bzw. Wasserverdrängung (V)</i> | | | | | | |
| ohne alles | 1,237 | 0,86 | 0,984 | 0,19 | 1,104 | 0,40 |
| Netzmittel 2% | 1,244 | 0,68 | 0,965 | 2,16 | 1,071 | 0,44 |
| Netzm. 2%, Stücke, V | 1,232 | 1,03 | 0,951 | 4,05 | 1,031 | 6,82 |
| Netzmittel 10% | 1,262 | 0,65 | - | - | - | - |
| Klarlack/Netzmittel 2% | 1,247 | 0,66 | 0,910 | 0,50 | 1,062 | 0,43 |
| Holzwachs/Netzm. 2% | 1,235 | 1,24 | 0,880 | 0,37 | 1,010 | 2,17 |
| Paraffin | 1,279 | 0,44 | 0,971 | 1,96 | 1,120 | 1,75 |
| Paraffin/Netzmittel 2% | 1,261 | 2,07 | 0,974 | 0,88 | 1,109 | 2,11 |
| PE-Folie/Netzm. 2 % | - | - | 0,960 | 0,97 | 1,055 | 2,57 |
| <i>Feststoffverdrängung</i> | | | | | | |
| GeoPyc, Teilstücke | 1,225 | 1,18 | 0,884 | 4,66 | 1,000 | 7,48 |

^a der Variationskoeffizient ist als Maß für die Wiederholbarkeit anzusehen

Tauchverfahren. Bei den Tauchverfahren ergibt sich – anders als bei den Pellets – kein eindeutiger Trend zugunsten der einen oder anderen Variante (Abb. 74). Es wurden aber auch keine zusätzlichen Abstufungen bei der Netzmittelkonzentration untersucht. Im Vergleich zu Pellets erfordert die Messung bei Briketts allerdings einen deutlich höheren apparativen Aufwand, verursacht durch die großen Flüssigkeitsbehälter und die große Flüssigkeits- und Netzmittelmenge. Bei den Tauchverfahren kann die Messung außerdem nur stattfinden, wenn Prüflinge mit einer Dichte um 1 g/cm³ durch ein angehängtes Gewicht vollständig unter den Wasserspiegel gezwungen werden, wobei die zusätzliche Masse und sein Volumen bei der Auswertung berücksichtigt werden müssen. Generell ist die Anwendung der Tauchmethoden bei Briketts mit einigen Unwägbarkeiten verbunden, die ihren Nutzen für die Messpraxis fraglich erscheinen lassen.

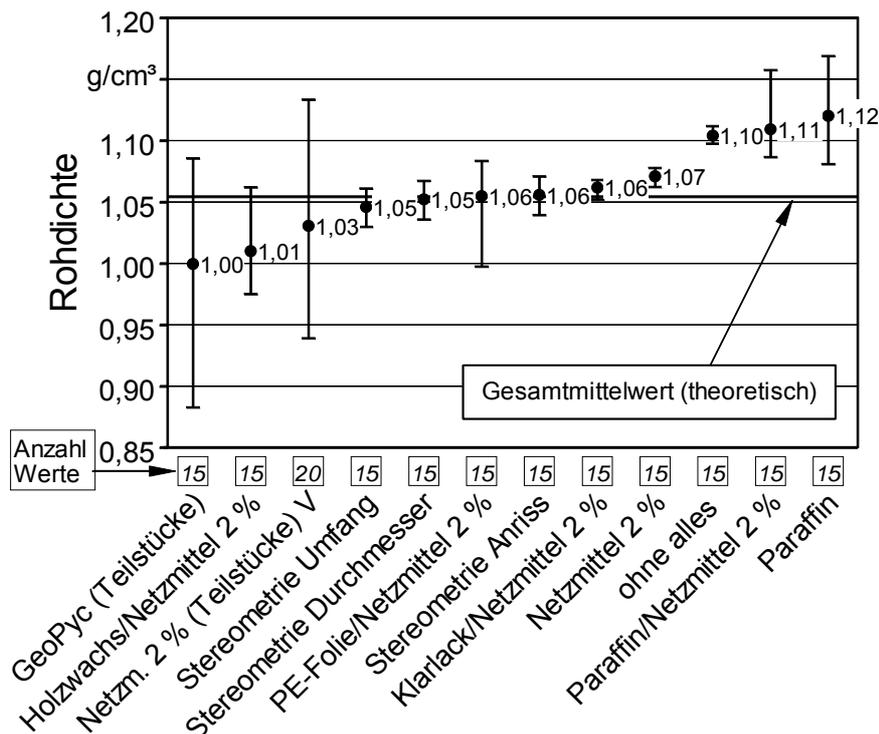


Abb. 74: Spannweiten und Mittelwerte der geprüften Messverfahren zur Rohdichtebestimmung (hier: Beispiel für Brikett 3, Vollzylinder)

Feststoffverdrängung. Übereinstimmend mit den Messungen bei Holzpellets werden mit dem GeoPyc-Gerät bei allen drei Brikettarten (Abb. 74, Abb. A15 und Abb. A16) die niedrigsten Messwerte erzielt. Da hierbei jedoch eine Zerkleinerung der Briketts auf eine mit dem Gerät handhabbare Größe (maximal 50 mm Länge und 40 mm Breite) erfolgen musste, ist dieses Ergebnis vorsichtig zu interpretieren. Die Anwendung der GeoPyc-Methode erscheint für Briketts schon wegen der erforderlichen Probenvorbereitung weniger empfehlenswert.

Stereometrie. Grundsätzlich ist bei regelmäßigen Körpern die stereometrische Bestimmung als schnellste und genaue Methode vorzuziehen. Quaderförmige Briketts haben jedoch häufig abgerundete bzw. unscharfe Ecken und Kanten, was die Bestimmung der Querschnittsfläche erschwert. Dieser Schwierigkeit kann durch Anreißen der Querschnittsfläche auf Millimeterpapier begegnet werden. Durch Auszählen der angerissenen Kästchen kann dabei die Querschnittsfläche berechnet werden. Eine weitere messtechnische Vorgehensweise ist das Ausschneiden der angerissenen Querschnittsfläche. Dazu wird das Massenverhältnis von ausgeschnittener Querschnittsfläche zu der Papiermasse vor dem Ausschneiden bestimmt und multipliziert mit dessen Oberfläche (z. B. DIN A4: 623,7 cm²). Fertigungsbedingte zylindrische Hohlräume wie bei Brikett 1 (Tabelle 36) lassen sich rechnerisch berücksichtigen. Entscheidend für die Ge-

nauigkeit der stereometrischen Messung ist die Stabilität an Kanten und Ecken, hier kommt es leicht zu einem Abbrechen von Teilstücken. Falls abgebrochene Ecken oder Kanten die Messung als zu ungenau erscheinen lassen, ist auch ein Absägen der beschädigten Stellen (im Querschnitt) zweckmäßig.

Folienummantelung. Bei Prüflingen ohne Hohlräume ist auch eine Oberflächenversiegelung mit dünner Plastikfolie denkbar. Diese Messvariante (mit Anwendung des genannten Korrekturfaktors, Kapitel 6.2.2.5) führte im Mittel zu vergleichbaren Rohdichtewerten wie bei der stereometrischen Bestimmung. Offenbar können mit Hilfe des Korrekturfaktors bei dieser Methode Einflüsse von Unebenheiten auf der Presslingsoberfläche, welche zum Einschluss von Hohlräumen zwischen Folie und Prüfling führen, minimiert werden. In den Versuchen erfolgte die Ummantelung der Prüflinge manuell mit einer PE-Frischhaltefolie für Lebensmittel; bei Anwendung eines Folienschweißgerätes für Spezialfolien können mit dieser Methode möglicherweise auch die relativ großen Spannweiten der Ergebnisse verkleinert werden.

Volumenreduzierung. Bei einem Vergleich der Spannweiten für die Varianten "Netzmittel 2 % (Teilstücke)" und "Netzmittel 2 %" zeigt sich bei zwei Brikettarten, dass eine Reduzierung des Probenvolumens auf Würfel mit einer Kantenlänge von etwa 30 mm nicht sinnvoll ist (Abb. 74, Abb. A15 und Abb. A16). Vermutlich führen unterschiedliche Pressdichten innerhalb der Briketts, insbesondere bei Brikett 2 und 3 (Herstellung nach dem Presskammerverfahren) zu hohen Variationskoeffizienten (4,05 bzw. 6,82 %). Brennstoffe aus einem kontinuierlichen Pressverfahren wie Brikett 1 (Extruderpresse) haben scheinbar homogenere Pressdichten, denn der Variationskoeffizient ist hier deutlich niedriger (1,03 %, Tabelle 36).

Mindestprobenumfang. Die Festlegung des Stichprobenumfangs gestaltet sich bei Briketts schwieriger als bei Holzpellets und ist offenbar sowohl von der Homogenität der einzelnen Prüflinge als auch von der Bestimmungsmethode selbst abhängig (Tabelle 37). Wenn eine 1 %-ige Genauigkeit gefordert wird (d. h. der gefundene Mittelwert soll mit 95 %-iger Wahrscheinlichkeit höchstens 1 % vom wirklichen Mittelwert abweichen), müssen bei der Bestimmung im Wasserbad je nach Brikettsorte bis zu 30 (Brikett B3) Wiederholungen durchgeführt werden, bei einer stereometrischen Bestimmung genügt dagegen ein Probenumfang von maximal 12 Prüflingen (Brikett 1).

Tabelle 37: Mindest-Stichprobenumfang bei ausgewählten Messverfahren am Beispiel dreier unterschiedlicher Brikettarten. Berechnung nach Gleichung (16); Signifikanzniveau $\alpha = 5\%$; Annahme der Normalverteilung nach Kolmogorov-Smirnov-Test in 6 von 9 Fällen gerechtfertigt; Korrekturfaktor für n nach SHIFFLER und ADAMS [104] berücksichtigt

| Messverfahren/ Varianten | Mindest-Stichprobenumfang für die geforderte Genauigkeit von | | | | | | | | |
|-----------------------------|---|---|---|---|---|--|---|---|---|
| | 1 % | | | 2 % | | | 3 % | | |
| | B1  | B2  | B3  | B1  | B2  | B3  | B1  | B2  | B3  |
| Stereometrie Anriss | 12 | 4 | 3 | 3 | 1 | 1 | 2 | 1 | 1 |
| Netzmittel 2 % | 2 | 30 | 3 | 1 | 8 | 1 | 1 | 4 | 1 |
| Paraffin/Netzm. 2 % | 19 | 4 | 19 | 5 | 1 | 5 | 3 | 1 | 3 |

6.3.3 Systematische Fehlerquellen im Tauchbad

Bei Bestimmungen im Wasserbad können nicht nur Oberflächenspannungen und hygroskopische Eigenschaften, sondern auch systematische Fehler die Berechnung der Rohdichte beeinflussen. Allerdings sind diese Fehler meist gering. So ist z. B. eine unwissentliche Erhöhung der Wassertemperatur um 10 K aufgrund einer veränderten Dichte des Tauchmediums nur mit einem sehr geringen Fehler verbunden (0,14 %). Auch die Vernachlässigung des hier zugegebenen Netzmittels ($\rho = 1,025 \text{ g/cm}^3$) bei der Dichteberechnung in Höhe von 2 % führt lediglich zu einem Fehler von 0,06 % (bei 10 % Netzmittelzugabe: 0,27 %). Falls der Prüfling mit Hilfe einer Drahtaufhängung (Drahtdurchmesser: 1 mm) getaucht wird und versehentlich um 1 cm tiefer ins Tauchmedium gelangt, verändert sich das Ergebnis bei Briketts kaum (0,006 %). Allerdings ist bei Pellets der Unterschied infolge der geringen Größe mit 1,04 % wesentlich höher. Mit Ausnahme letzterer Fehlerquelle erscheinen die möglichen systematischen Fehler vernachlässigbar gering. Jedoch hinsichtlich der bestehenden und unvermeidbaren physikalischen Messunsicherheiten (z. B. Bläschenbildung, Hygroskopie) ist eine Minimierung von Fehlern wünschenswert.

6.4 Schlussfolgerungen

Aufgrund von hygroskopischen Eigenschaften der Prüfkörper und/oder ihren unregelmäßigen Abmessungen ist die Bestimmung der Rohdichte stets mit erheblichen Unsicherheiten behaftet; diese können aber durch Optimierung der Messtechnik reduziert werden. Anhand der durchgeführten Versuche lassen sich hierfür folgende Schlussfolgerungen ziehen:

- Regelmäßige Körper – wie die meisten Brikettarten – sollten stereometrisch bestimmt werden, da das Ergebnis im Vergleich zur Auftriebsmessung von weniger Fehlerquellen beeinflusst wird.
- Für die Volumenbestimmung unregelmäßiger Körper, wie z. B. Pellets, ist eine Messung im Tauchbad sinnvoll, allerdings bestehen hier vielfältige methodische Varianten, die zu deutlich unterschiedlichen Ergebnissen führen können.
- Zur Reduzierung der Oberflächenspannungen ist die Zugabe eines Netzmittels unerlässlich; dessen Anwendung ist kostengünstig und einfach zu realisieren. Höhere Konzentrationen (bis 10 %) führen zu Verbesserungen der Wiederholbarkeit. Für zukünftige Betrachtungen wäre außerdem die Auswirkung von noch höheren Netzmittelkonzentrationen (z. B. 20 %) interessant.
- Im Handel befindliche Flüssigseifen enthalten deutlich unterschiedliche chemische Komponenten, welche das Ergebnis beeinflussen können. Dagegen garantiert die Anwendung eines reinen Tensids mit genau definierten physikalischen und chemischen Eigenschaften, wie z. B. die Ether-Verbindung Triton® X-100, eine reproduzierbare Netzmittelzusammensetzung. Die Zugabe wirksamer Konzentrationen kann sich bei standardisierten Tensiden an der kritischen Mizellbildungs-Konzentration (CMC) orientieren, oberhalb derer keine weitere Abnahme der Oberflächenspannung zu erwarten ist.
- Messungen im Ultraschallbad führen zu ähnlich günstigen Effekten, sind aber mit zusätzlichen Anschaffungen und mit einem komplizierteren Messaufbau verbunden. Außerdem ist zu klären, ob durch eine zu starke Bläschenzerstörung durch Ultraschallwellen die Rohdichtewerte künstlich erhöht werden.
- In den ersten fünf Sekunden des Tauchvorgangs dringt nur wenig Wasser in den Presslingskörper ein. Quellungen beeinflussen dabei das Messergebnis kaum. Der Messwert sollte dennoch rasch abgelesen werden. Hier ist eine computergestützte Datenerfassung mit einer automatischen Messwertable- sung, z. B. zwei Sekunden nach dem Eintauchen, zweckmäßig.

- Mehrfachbestimmungen von Pelletgruppen sind sinnvoll, um die erforderliche Anzahl von Wiederholungsmessungen zu senken; hierfür wird ein geringfügig aufwändigerer Messaufbau mit einer Tauchschale im Wasserbad benötigt.
- Der Einsatz von Imprägnierungsmitteln ist hilfreich, kann aber bei einer hohen Netzmittelzugabe oder bei einer Ultraschallanwendung entfallen. Bei Verzicht auf eine Oberflächenimprägnierung kann eine Erhöhung der Probenanzahl sinnvoll sein, da die Wiederholbarkeit der Einzelmessung abnimmt.
- Die durch die eingesetzten Imprägnier- und Netzmittel auftretenden Volumen- bzw. Dichteänderungen sollten bei der Berechnung und Auswertung berücksichtigt werden.
- Beim Einsatz von Feststoff-Pyknometern müssen an Formfaktoren angepasste Kalibrierungen vorgenommen werden. Die Entwicklung von Standardproben aus Einzelteilchen mit Pellet-ähnlichen Abmessungen, Oberflächenrauigkeit und bekannter Rohdichte wäre hilfreich.

7 Einordnung der Ergebnisse im Standardisierungsprozess

Basierend auf den Ergebnissen dieser Arbeit ist für die Bestimmung der untersuchten Qualitätsparameter eine Vereinheitlichung von Prüfmethoden und deren Anpassung an spezifische Materialeigenschaften biogener Festbrennstoffe notwendig. Zwar bieten die vorhandenen Richtlinien und Normen hierfür eine gute Ausgangsbasis, allerdings sind die methodischen Unterschiede bei den beschriebenen Vorgehensweisen oft sehr groß, was zu stark voneinander abweichenden Messergebnissen führen kann. Bei der Schüttdichtebestimmung zeigen z. B. die vorliegenden Untersuchungen, dass bei einem Verzicht auf das Ausüben von Erschütterungen mit bis zu 17 % niedrigeren Messwerten zu rechnen ist als bei Messungen "mit Erschütterungen". Ähnliches wurde bei der Bestimmung der Rohdichte beobachtet, wo sich die Messergebnisse der meisten Prüfvarianten statistisch signifikant voneinander unterscheiden. Die Heterogenität der Brennstoffarten verursacht bei der Methodenauswahl zusätzliche Unsicherheiten, sodass häufig – je nach Zustandsform des Brennstoffes – mehrere Messverfahren in Frage kommen.

Der Auftrag der Europäischen Kommission an das Europäische Komitee für Normung (CEN), im Bereich der Standardisierung biogener Festbrennstoffe aktiv zu werden, unterstreicht die Dringlichkeit der Vereinheitlichung von Brennstoffen und Prüfmethoden. Im Jahr 2000 wurde unter der Schirmherrschaft des Schwedischen Normeninstitutes (SIS) das Technische Komitee TC 335 "Solid Biofuels" gegründet. Das TC 335 erarbeitet unter Mitarbeit von Vertretern aus zahlreichen EU-Ländern in fünf Arbeitsgruppen die jeweiligen Anforderungen bzw. Prüfvorschriften. Dabei sollen 29 Technische Standards verfasst werden, wobei allein innerhalb der Arbeitsgruppe 4 siebzehn Richtlinien zu formulieren sind, welche Methoden zur Bestimmung physikalischer und mechanischer Merkmale beschreiben. Eine optimale Umsetzung der Aktivitäten ist umso wichtiger, da bei einer Implementierung der europäischen Standards vorhandene nationale Normen außer Kraft gesetzt werden. Auf nationaler Ebene wird das Technische Komitee daher zusätzlich von sogenannten Spiegel-Komitees begleitet, durch welche Hersteller von Feuerungsanlagen oder von Maschinen zur Brennstoffbereitstellung, Brennstoffhändler, -produzenten sowie Anlagenbetreiber die Möglichkeit haben, ihre Interessen einzubringen. Nach mehrjähriger Tä-

tigkeit der Arbeitsgruppen liegen für viele Standards bereits Entwürfe vor, während für manche lediglich Arbeitstitel existieren.

Die Ergebnisse dieser Arbeit stehen dem Technischen Komitee während der Ausarbeitung der Standards zur Verfügung und haben bereits vielfältigen Eingang in die Auswahl der Messverfahren, in die Beschreibung der Vorgehensweisen sowie in die Auswertungsmethodik gefunden. Die Inhalte der Standards sind daher mitunter folgerichtige Resultate dieser Arbeit. Beispiele hierfür werden im Folgenden blockweise für die untersuchten Parameter gegeben. Nach Abschluss der vorliegenden Untersuchungen wurde außerdem ein EU-Verbundforschungsvorhaben, kurz BIONORM (NNE5-2001-00158), durchgeführt, in dessen Rahmen vor allem einzelne messtechnische Aspekte weiter vertieft wurden.

Wassergehalt. Nach dem aktuellen EU-Normenentwurf soll die Bestimmung des Wassergehaltes ("moisture content" nach CEN/TS 14774-1 [11]) mit einem Referenzverfahren und anhand einer vereinfachten Vorgehensweise [12] auch weiterhin durch die Ermittlung der Massendifferenz im Trockenschrank (bei 105 ± 2 °C) erfolgen. Keine der hier geprüften übrigen Trocknungsverfahren oder Schnellbestimmungsmethoden konnte die Zuverlässigkeit des Trockenschrankverfahrens und dessen unkomplizierte Handhabung übertreffen. Im Gegensatz zu bisherigen Standards werden allerdings detaillierte Vorgehensweisen gefordert, welche die vielfältigen Materialeigenschaften biogener Festbrennstoffe berücksichtigen. Beispielsweise soll aufgrund von stark hygroskopischen Eigenschaften der Brennstoffe die Rückwaage innerhalb von 10 bis 15 Sekunden nach der Entnahme aus dem Trockenschrank erfolgen.

Abgeleitet aus den Ergebnissen dieser Arbeit führen Bestimmungen im Trockenschrank bei 105 °C zu einer erhöhten Freisetzung flüchtiger Bestandteile. Zur Reduzierung des Verlustes von flüchtigen Nicht-Wasser-Bestandteilen soll daher nach dem neuen EU-Standard die Trocknungszeit nicht mehr als 24 Stunden betragen. Um innerhalb dieses relativ kurzen Zeitraums – in den Kapiteln 3.2.5.2 und 3.2.5.3 wurden wesentlich längere Trocknungszeiten ermittelt – den vollständigen Austrieb des Wassers aus der Probe zu gewährleisten, müssen zusätzliche Forderungen gestellt werden: Die bis zur Massenkonstanz benötigte Trocknungszeit ist unter anderem von der Luftwechselrate im Schrank, der Teilchengröße und –verteilung der Probe sowie von deren Schichthöhe abhängig. Daher wurde pro Stunde eine Luftwechselrate von 3 bis 5 und eine Schichtmenge von 1 g/cm² in der Probenschale festgelegt. Die Regelung der Schichtmenge ist eine Forderung, die sich sowohl aus den in der vorliegenden Untersuchung ermittelten langen Trocknungszeiten für Holzhackschnitzel (36 bzw. 48 Stunden), als auch aus den Trocknungsverlaufskurven von Scheithöl-

zern ergibt (Kapitel 3.2.5.2). Demnach kann die Bestimmung von ganzen Holz-scheiten bis zu sieben Tage dauern, was vollkommen unpraktikabel ist. Eine Reduzierung der Probenmenge ist bei Scheitholz daher unvermeidbar und muss durch Schneiden in entsprechend dünne Scheiben realisiert werden. Auf eine Herabsetzung der Trocknungstemperatur wurde im EU-Standard infolge der längeren Trocknungszeiten (für Hackschnitzel ca. 12 h länger, wenn bei 80 °C anstelle bei 105 °C getrocknet wird) verzichtet.

Größenverteilung. Der dem CEN momentan vorliegende Entwurf zur Bestimmung der Größenverteilung ("particle size distribution" nach CEN/TS 15149-1 [14] und CEN/TS 15149-2 [15]) sieht die Messung nach dem Plansiebverfahren als Referenzmethode vor. Plansiebmaschinen sind – im Gegensatz zu Rotationssiebmaschinen – handelsüblich und dadurch weit verbreitet; außerdem wird dieses Verfahren aufgrund der in dieser Arbeit beobachteten akzeptablen Wiederholbarkeiten mit mittleren Variationskoeffizienten von 1,0 % (Kapitel 4.3.3) der Rotationssiebung vorgezogen. Basierend auf den vorliegenden Erkenntnissen ist eine Vergleichbarkeit der Siebergebnisse beider Verfahren vor allem bei Fein- und Mittelhackgut nicht gegeben, wobei Rotationssiebungen den Anteil der feinen Partikelfractionen deutlich weniger überschätzen als Verfahren der Plansiebung (Kapitel 4.3.1 und 4.3.2). Teil 1 und 2 des EU-Standards [14, 15] weisen auf diesen Nachteil des Plansiebverfahrens in einer Anmerkung ausdrücklich hin. Die Rotationssiebung wird infolgedessen separat im Teil 3 des EU-Standards [16] als innovative Methode geschildert und es wird insbesondere erwähnt, dass eine Überschätzung des Feinanteils durch diese Methode reduziert wird. Allerdings ist die beschriebene Rotationssiebmaschine zur Zeit nicht kommerziell erhältlich. Gerade daher richtet sich dieser Teil der Norm vor allem an Forschungs- und Entwicklungsprojekte oder an individuelle Qualitätsmanagementsysteme mit bilateral definierten Qualitätsansprüchen. Formulierungen und Inhalt des Normenentwurfes sind neben dem Austausch von Messergebnissen und Erfahrungen aus dieser Arbeit auch nach Absprache mit dem Entwickler des Trommelsiebmaschinen-Prototyps [75, 76] entstanden.

Im Rahmen von zukünftigen Untersuchungen sind weitere Verfahrensvergleiche mit anderen Plansiebmaschinen verschiedener Schüttelfrequenzen und Schwingungsamplituden wünschenswert. Für die Rotationssiebung können Sensitivitätsanalysen zum Einfluss des Wassergehaltes der Probe, der Aufgabegeschwindigkeit, des Neigungswinkels der Trommel sowie der Rotationsgeschwindigkeit bestehende messtechnische Unsicherheiten beseitigen. Außerdem sind zusätzliche Erfahrungen zur Optimierung des Einsatzes von Bildanalyse-systemen sinnvoll.

Schüttdichte. Abgeleitet aus den Ergebnissen, Erfahrungen und Auswertungen der durchgeführten Schüttdichtemessungen wurde am Technologie- und Förderzentrum (TFZ) eine Standardvorschrift zur Bestimmung der Schüttdichte ("bulk density" nach CEN/TS 15103 [13]) erarbeitet. Mittlerweile liegt diese in einem dritten Entwurf vor. Unter Berücksichtigung der speziellen Materialeigenschaften biogener Brennstoffe ist versucht worden, die Vorgaben bestehender Prüfvorschriften aus amerikanischer, deutscher und schwedischer Norm [1, 25, 112] vorteilhaft zu kombinieren (siehe auch Gegenüberstellung der Vorschriften in Tabelle 25) und teilweise zu erweitern. So wird z. B. die Verwendung eines zylinderförmigen 50-l-Behälters mit einem bestimmten Höhe-Durchmesser-Verhältnis empfohlen (ähnlich ASAE S269.4 [1]). Die Wahl dieser Behälterform und -größe erfolgte aufgrund der in der vorliegenden Untersuchung ermittelten akzeptablen Spannweiten der Messergebnisse, welche für einen würfelförmigen Behälter gleicher Größe sowie für einen kleineren Behälter gleicher Form höher waren (Abb. 56). Auf die Beschreibung eines größeren Behälters (z. B. 100 oder 200 l) wurde in dem EU-Standard bewusst verzichtet, da dessen Handhabung mit einem komplizierteren Messaufbau (beispielsweise Flaschenzug mit Wiegezelle) einhergeht oder eine zweite Person hinzugezogen werden muss, während sich die Wiederholbarkeit nur geringfügig verbessert.

Gleichfalls ist das Aufstoßen des mit Material gefüllten Behälters nur mit einer mäßigen Verbesserung der Wiederholbarkeit verbunden (Kapitel 5.3.2). Allerdings simuliert das Ausüben von Erschütterungen Vibrationseinflüsse und Verdichtungsprozesse während der Brennstoffbereitstellung und soll gerade deshalb angewendet werden (durch dreimaliges Aufstoßen aus 150 mm Höhe). Infolge der großen Unterschiede zwischen den Messergebnissen mit und ohne Erschütterungen (z. B. bei Hackschnitzeln zwischen 12 und 15 %, Abb. 57) wird in dem EU-Standard die Vorgehensweise beim Aufstoßen genau formuliert.

Die Behälterbefüllung soll analog SS 187179 [112] erfolgen (Einschütten des Probenmaterials aus einer Höhe von 20 bis 30 cm über der Oberkante des Behälters), während das Abziehen der Probenoberfläche gemäß DIN 51 705 [25] durchgeführt werden soll (Entfernen aller überstehenden oder blockierenden Teilchen mit einer Vierkanteleiste). Letzteres ist im Vergleich zur Vorgehensweise nach ASAE S269.4 [1] (Tabelle 25) wesentlich leichter anzuwenden. Außerdem wird in einer Anmerkung darauf hingewiesen, dass eine echte Vergleichbarkeit von Brennstoffproben aufgrund von Schwindung und Brückenbildung nur dann gegeben ist, wenn Schüttdichten bei ähnlichen Wassergehalten bestimmt werden (Kapitel 5.3.3). Die vorhandene Datenbasis soll diesbezüglich im Rahmen des BIONORM-Projektes erweitert werden.

Rohdichte. Aufgrund der umfangreichen Messerfahrungen in der vorliegenden Arbeit wurde auch die Federführung für die Erstellung eines europäischen Normenentwurfes zur Bestimmung der Rohdichte ("particle density" nach CEN/TS 15150 [17]) von Pellets und Briketts dem Technologie- und Förderzentrum (TFZ) übertragen. Wegen fehlender Erfahrungsberichte aus Literatur und Praxis haben sich die in dieser Arbeit gewonnenen Erkenntnisse für eine Standardisierung des Prüfverfahrens als besonders wichtig erwiesen. Beispielsweise hat sich im Rahmen der durchgeführten Versuche herausgestellt, dass die Volumenbestimmung unregelmäßiger hygroskopischer Körper im Tauchbad mit gewissen Unsicherheiten und Fehlerquellen behaftet ist, während die Messung regelmäßig geformter Körper anhand stereometrischer Methoden kein Problem darstellt. Da die meisten Presslinge unregelmäßige Abmessungen haben, ist die Anwendung von Tauchverfahren allerdings unumgänglich. Die in der Norm beschriebenen Vorgehensweisen erfolgen bei Pellets und Briketts durch eine Bestimmung des Auftriebs im Wasserbad mit Netzmittelzugabe einer genau definierten Ether-Verbindung (Triton® X-100 mit einer Konzentration von 1,5 ‰) ohne Oberflächenversiegelung (analog Variante "Netzmittel 2 ‰", Kapitel 6.2.2.2, 6.2.2.4 und 6.2.4). Aus der Vielfalt der hier geprüften Bestimmungsvarianten wurde die Auftriebsmessung mit Netzmittelzugabe ausgewählt, da in den hier durchgeführten Versuchen sowohl für Pellets als auch für Briketts – im Vergleich zu anderen Varianten – relativ niedrige mittlere Variationskoeffizienten ermittelt wurden (1,1 % für Pellets und Briketts), was auf gute Wiederholbarkeiten schließen lässt (vgl. Ergebnisse in Tabelle 34 und Tabelle 36). Außerdem unterstützen unkomplizierte Versuchsaufbauten (Abb. 66) die kostengünstige Realisierung von Messungen, welche vor allem bei Pellets durch den Einsatz von handelsüblichen Dichtebestimmungssets erleichtert werden können.

Auf generelle Oberflächenversiegelungen der Prüflinge wird in dem EU-Standard verzichtet, da der zusätzliche Aufwand bei der Probenvorbereitung durch keine eindeutigen Ergebnisverbesserungen gerechtfertigt werden kann (vgl. Ergebnisse in Tabelle 34 und Kapitel 6.4). Für Pellets wird die Zusammenfassung von mindestens vier Prüflingen zu einer größeren Probe gefordert, basierend auf den deutlichen Reduzierungen der Ergebnisspannweiten in dieser Arbeit bei Bestimmungen von Gruppen mit jeweils vier Pellets (Abb. 71). Ebenso wurde gemäß der Berechnungen zum Mindest-Stichprobenumfang in Kapitel 6.3.1.7 und 6.3.2 die Durchführung von mindestens zehn Wiederholungen festgelegt. Demnach können bei Gruppenbildung für alle drei untersuchten Pelletarten anhand von zehn Messungen die Rohdichten mit einer Genauigkeit von 1 % bestimmt werden.

8 Zusammenfassung

In nationalen und internationalen Klimaschutzprogrammen wird eine Ausweitung des Anteils biogener Festbrennstoffe an der Energieproduktion gefordert. Eine Normierung der Energieträger kann diesen Prozess unterstützen. Die sich ergebende Vergleichbarkeit von Qualitätsmerkmalen werden Handel und Verbreitung der Brennstoffe erleichtern. Zur Definition normierter Brennstoffeigenschaften gehört auch eine standardisierte Merkmalsbestimmung nach genau beschriebenen Prüfmethoden, da die Streubreite von Messergebnissen bei Anwendung unterschiedlicher Messverfahren sehr weit sein kann. Die Entwicklung bzw. Adaption von Methoden zur Messung von physikalisch-mechanischen Qualitätsparametern steht dabei erst am Anfang. Für deren Bestimmung fordert die Praxis zuverlässige, vergleichbare und zeitsparende Methoden, wobei große Variabilitäten der Brennstoffbasis zu berücksichtigen sind.

In der vorliegenden Arbeit sind 50 Bestimmungsverfahren für vier Qualitätsmerkmale – Wassergehalt (21), Größenverteilung (4), Schütt- (8) und Rohdichte (17) – anhand von Vergleichsmessungen auf Messgenauigkeit, Wiederholbarkeit, Messbereich, Zeitbedarf sowie auf ihre Handhabung geprüft worden. Bei der Bestimmung des Wassergehaltes – als wichtigstem Parameter – ist aufgrund der großen Relevanz für praktische Anwendungen die Bewertung von Schnellbestimmungsverfahren im Vordergrund gestanden, während für die übrigen Parameter Entscheidungshilfen zur Formulierung von standardisierten Messverfahren erarbeitet worden sind.

Wassergehalt. Energieausbeute, Lagerfähigkeit und Lieferpreise sind stark abhängig vom Wassergehalt; deshalb kommt diesem Parameter eine besonders große Bedeutung zu. Die Versuchsergebnisse mit Holzhackschnitzeln zeigen, dass die Abweichung bei den verschiedenen Trocknungsverfahren gegenüber der Referenzmethode (Trockenschrank 105 °C) relativ gering ist im Vergleich zur Streubreite bei den meisten Schnellbestimmungsverfahren. Erwartungsgemäß wird sowohl bei einer Trocknungstemperatur von 80 °C, als auch bei der Gefriertrocknung im Mittel ein um 0,6 bzw. 0,4 Prozentpunkte niedrigerer Wassergehalt gemessen. Überraschend kommt es aber auch bei der Mikrowellen- und Infrarot-Trocknung im Median zu Abweichungen nach unten, wobei die Streubreite deutlich höher ist. Weitaus größere Schwankungen wurden aber bei den "zerstörungsfreien" Schnellbestimmungsverfahren beobachtet, wenngleich

die Mediane der absoluten Abweichungen lediglich bei $-2,3$ bis $+1,4$ Prozentpunkten liegen. Auffallend gute Ergebnisse lieferte das Infrarot-Reflexionsverfahren (MESA). Ähnliches gilt für die kapazitive Messmethode (Arnold). Lineare Regressionsanalysen bestätigen die Genauigkeitsvorteile der trocknenden Verfahren und der beiden oben genannten kontinuierlichen Messverfahren. Praxisnahe Simulationen von Kalibriermodellen ergaben ähnliche Rangfolgen für die Güte der Systeme. Eine weitergehende Betrachtung der Einzelergebnisse weist darauf hin, dass die Genauigkeit der Messung mit zunehmendem Wassergehalt abnimmt. Ferner konnte bei manchen Verfahren ein signifikanter Einfluss der Schüttdichte nachgewiesen werden.

Für Scheitholz sind die Schnellbestimmungsmethoden auf Geräte beschränkt, bei denen der Wassergehalt als Funktion der elektrischen Leitfähigkeit berechnet wird. Die Messbereiche der Geräte reichen aber häufig nicht über den Fasersättigungsbereich (ca. 18 bis 26 % Wassergehalt) hinaus. Bei allen Messgeräten wurden mit zunehmendem Wassergehalt (bereits ab ca. 20 %) erhebliche Abweichungen zur Referenzmethode beobachtet; wobei die Messgenauigkeiten zwischen 30 und 50 % Wassergehalt häufig unakzeptabel niedrig sind. Diese Einschätzung wird auch durch in der Literatur berichtete Messwerte bestätigt. Generell führt die Schnellbestimmung des Wassergehaltes von Scheitholz eher zu einer Unterschätzung dieses Parameters.

Größenverteilung. Die Größenverteilung von Schüttgütern ist vor allem für die Brennstoffbereitstellung durch mechanische Förder- oder Beschickungsanlagen wichtig, denn große und lange dünne Teilchen können Schäden verursachen oder Durchsatzleistungen vermindern. Die hier geprüften Messverfahren liefern nur teilweise vergleichbare Ergebnisse.

Im Vergleich zu den übrigen Messmethoden wird der Feinanteil bei der Plansiebung generell eher höher eingeschätzt. Das ist darauf zurückzuführen, dass lange und dünne Teilchen die Sieblöcher zum Teil schon bei der Materialaufgabe senkrecht passieren. Wird feineres Material untersucht, vergrößert sich dieser systematische Fehler.

Bei der Trommelsiebung ist diese Fehleinschätzung geringer. Durch die Rotation der Trommel werden den Teilchen immer wieder andere Löcher angeboten, somit verringert sich die Durchgangswahrscheinlichkeit für lange und dünne Partikel. Außerdem richten sich die Teilchen auf den rotierenden Siebböden häufiger horizontal aus.

Noch größere Messwertabweichungen als bei den Siebverfahren treten bei dem hier geprüften Bildanalyse-System auf – vor allem mit Bestimmung des Feretschen Durchmesser. Hierfür können z. B. Partikelüberlagerungen während des

Fallens durch die Projektionsebene verantwortlich sein. Verbesserungen im Bereich der Teilchenvereinzelung sind daher wünschenswert.

Im Gegensatz zur Klassifizierung nach dem Feretschen Durchmesser stimmen die Ergebnisse der Trommelsiebung und der bildanalytischen Klassifizierung nach dem Äquivalentdurchmesser relativ gut überein. Mit der Zunahme der Hackschnitzelgröße nimmt allerdings diese Übereinstimmung ab, während sie für die Horizontalsiebung zunimmt.

Bei Prüfung der Wiederholbarkeit der Verfahren zeigt die Trommelsiebung die geringsten mittleren Variationskoeffizienten (durchschnittlich 0,70 %), während Plansiebungen nur einen geringfügig höheren Wert (1,04 %) aufweisen. Bei der Bildanalyse steigen hingegen die Variationskoeffizienten im Äquivalentdurchmesser-Modus mäßig (2,18 %) und im Feret-Modus (6,19 %) stark an, was vermutlich auf unterschiedliche Ausrichtungen der Teilchen während des Fallens zurückzuführen ist.

Bei Messungen mit einer Standardprobe aus definierten Teilchengrößen ergeben sich ähnliche verfahrensbedingte Messunterschiede wie bei konventionellen Brennstoffen. Die beste Übereinstimmung mit dem wirklichen Medianwert konnte bei Trommel- und Plansiebungen nachgewiesen werden. Bei einer Betrachtung der Fehlgutanteile zeigt sich, dass bei der Trommelsiebung mit 8,3 % der Teilchenmasse weniger Fehlgut anfällt als beim Plansiebverfahren (18,4 %), wobei in beiden Fällen die Teilchen eher "zu klein" sortiert werden. Vor allem aufgrund der guten Wiederholbarkeit der Siebverfahren ist die Standardisierung dieser Prüfmethode sinnvoll, wobei zwei Vorschriften mit separaten Beschreibungen von Plan- und Trommelsiebung wünschenswert sind.

Schüttdichte. Auch die Schüttdichte ist eine Kenngröße für die Gestaltung von Förder- und Dosiereinrichtungen, spielt aber ebenfalls eine entscheidende Rolle bei der Auslegung von Lager- und Transportkapazitäten. Bei den hier durchgeführten Vergleichsmessungen ergaben sich keine signifikanten Unterschiede im Schüttdichteergebnis, die auf die Messbehälterform (Zylinder oder Würfel) zurückzuführen sind. Die Messbehältergröße scheint dagegen eine gewisse Rolle zu spielen, auch wenn in Varianzanalysen keine signifikanten Unterschiede nachzuweisen sind. So wurden bei einer nach Brennstoffarten differenzierten Betrachtung im größten Behälter (200-l-Würfel) für Holzhackschnitzel und Rinde niedrigere Schüttdichten gemessen, während für hochverdichtete Brennstoffe wie Pellets oder Getreidekörner höhere Werte festgestellt worden sind. Die Ausrichtung der Partikel im Behälter – je nach deren Größe, Form und Dichte – ist hier vermutlich die wesentliche Einflussgröße.

Einen sehr offensichtlichen Effekt auf das Ergebnis der Schüttdichte wasserfrei $d_{(i. wf)}$ hat der Wassergehalt der Probe zum Zeitpunkt der Messung. Mit abnehmendem Wassergehalt wurden steigende Schüttdichten beobachtet. Für diesen Zusammenhang wurde eine lineare Korrelationsgleichung abgeleitet. Unterhalb des Fasersättigungsbereiches (zwischen 18 und 26 % Wassergehalt) sind vermutlich Quellungs- und Schrumpfungseffekte für die Zunahme der Schüttdichte verantwortlich, während oberhalb des Fasersättigungsbereiches Reibungs- und Brückenbildungsprozesse zwischen den Teilchen Hohlräumbildungen verursachen.

Das Aufstoßen des gefüllten Messbehälters ist mit wesentlich höheren Schüttdichtewerten verbunden als der Verzicht auf das Ausüben von Erschütterungen. Die Zunahmen der Messwerte im Vergleich zur Variante "ohne Erschütterungen" sind am geringsten für hochverdichtete Brennstoffe (7 % für Holzpellets) und am höchsten für Materialien mit niedrigen Schüttdichten (17 % für Hobelspäne). Bei Fein- und Mittelhackgut erhöht sich die Schüttdichte um 15 %, bei Grobhackgut um 12 %.

Rohdichte. Die Rohdichte ist vor allem für Presslinge ein Qualitätsmerkmal und beeinflusst unter anderem Festigkeitseigenschaften sowie einige feuerungstechnisch relevante Parameter. Während die Bestimmung der Masse unproblematisch ist, birgt die Genauigkeit der Volumenmessung gewisse Zweifel. Gleichwohl erfolgt die Berechnung des Volumens von Presslingen mit regelmäßigen Abmessungen wiederholbar, einfach und zeitsparend durch die Bestimmung nach stereometrischen Methoden.

Volumina unregelmäßiger Körper können durch Messungen des Auftriebs in einer Flüssigkeit, durch Flüssigkeitsverdrängung oder Verdrängung von Feststoffen (z. B. pulverförmige Medien) bestimmt werden. Allerdings sind diese Methoden mit Messunsicherheiten, hervorgerufen durch Oberflächenspannungen, Hygroskopie der Prüflinge oder begrenzte Stichprobenumfänge, behaftet.

Bei Bestimmungen im Wasserbad hat sich die Zugabe von Netzmitteln zur Reduzierung der Oberflächenspannungen als besonders effektiv erwiesen. Mit steigenden Netzmittelkonzentrationen (0, 1, 2, 10 %) wurden bessere Wiederholbarkeiten mit höheren Messwerten festgestellt. Imprägnierungen erweisen sich nur bei einer Paraffinbeschichtung als vorteilhaft, während Versiegelungen mit Klarlack, Holzwachs und Celloidin zu keinen entscheidenden Verbesserungen beitragen.

Messungen mit einem Feststoff-Pyknometer ergeben im Vergleich zu allen anderen Verfahren die niedrigsten Rohdichtewerte. Eine Anpassung der vorgegebenen Kalibrierung an Formfaktoren der Brennstoffe ist aber möglich.

Für die Einhaltung einer Messgenauigkeit von 1 % sind bei den meisten Verfahren 15 bis 20 Wiederholungen notwendig; für größere Pellets kann der Stichprobenumfang gegebenenfalls auf 10 bis 15 Proben reduziert werden.

Bei Bestimmungen von Briketts kommt es zu besseren Wiederholbarkeiten als bei Messungen von Pellets, vor allem aufgrund einer homogeneren Grundgesamtheit mit deutlich größeren Abmessungen der Prüfkörper. Unregelmäßige Brikettquerschnitte können auf Millimeterpapier angerissen werden, woraus sich die Querschnittsflächen berechnen lassen. Bei Messungen im Wasserbad ergibt sich allerdings kein eindeutiger Trend zu Gunsten der einen oder anderen Variation im Messverfahren.

Aufgrund der großen Relevanz der Ergebnisse sind Erkenntnisse und Anregungen bereits in die vom CEN TC 335 erarbeiteten Normenentwürfe eingeflossen.

9 Summary

National and international climate protection programmes demand extending the contribution of solid biofuels to the energy production. This process can be supported by creating standards for biofuels. The resultant comparability of quality characteristics will facilitate their commerce and dissemination. A standardised property determination following exactly described testing methods is essential for the definition of standardised fuels, too. However, when different measuring methods are applied a great variety of measuring results may occur. The development and adoption of methods respectively for the measurement of physical-mechanical quality parameters are still at the beginning. For the determination of fuel properties practical applications demand reliable, repeatable and time saving methods, whereby a great variability of the fuel basis is to be regarded.

In the present study 50 determination methods for four quality parameters – moisture content (21), size distribution (4), bulk (8) and particle density (17) – were tested on measuring accuracy, repeatability, measuring range, time demand and on their manageability by comparative trials. Due to its great relevance for practical applications the trials on moisture content determination (as the most important parameter) were focused on the evaluation of rapid determination methods, whereas the trials on the remaining parameters aim on the formulation of decision aids for standardised measuring methods.

Moisture content. Energy output, storage capability and delivery prices are largely depending on the moisture content (MC); therefore this parameter is of great importance. Trial results on wood chips show, that for the drying methods the deviation to the reference method (drying cabinet at 105 °C) is relatively low, compared to the data distribution for most rapid test methods. As expected, the cabinet drying at 80 °C and the freeze drying method reduce the MC-results, which are about 0.4 to 0.6 percentage-points lower. Surprisingly, the microwave and infrared drying methods also followed this trend with a greater data range. Largely higher variations were found for the "undestructively" operating rapid testers, although the median of the absolute deviations were only between –2.3 to +1.4 percentage-points. Obviously good results were provided by the infrared reflectometric method (MESA). A similarly positive judgement can also be made for the capacitive method (Arnold). Linear regression analyses confirm the high accuracy for the drying methods but also for the two above mentioned rapid

testers. Practical simulations of calibration models lead to similar quality orders of the tested systems. Additionally, a more detailed data evaluation shows, that the accuracy of measurements declines with increasing moisture contents. Furthermore, a significant influence of the bulk density was proven for some methods.

Rapid determination methods for wood logs are limited to devices which calculate the moisture content as a function of the electrical conductivity. The measuring range of most devices does not exceed the fibre saturation point (approx. between 18 and 26 % moisture content, wet base). For all devices increasing moisture contents (already above 20 %) are connected with considerable deviations to the reference method. The accuracies between 30 and 50 % moisture content are mostly unacceptably low. This assessment is also confirmed by literally reported measuring values. Generally rapid MC determination of wood logs tends to underestimate this parameter.

Size distribution. The size distribution of bulky goods is of great importance during fuel provision by mechanical conveying and charging units. Thus, large and long, slim particles can cause severe damages. The here tested measuring methods are only partly comparable.

Compared to all other methods, a horizontal screening operation generally tends to overestimate the share of small particles. This can be traced back to the fact, that long and thin particles may pass the screen holes vertically, already during the material addition. This systematic error increases whenever finer material is assessed.

This error is reduced by applying a rotary screening equipment, where changing holes are offered to the particles by the rotation of the drum, which is thus shortening the available time for any long and thin particles to slip through a hole. Additionally, the particles are mostly orientated horizontally when arriving at the rotating screens in the drum.

Even larger deviations occur, when the image analysis method is applied, particularly if the classification mode according to the Feret's diameter is used. The high distortion with the here applied equipment was probably due to overlapping projection areas during the particle's fall through the projection plane. Improvements in the field of fuel separation are wishful.

In opposition to this, there is a remarkable conformity between the results from rotary screening and from the classification according to the Equivalent diameter using the image analysis method. However, this conformity is much lower, when coarse wood chips are used, whereas it increases for horizontal screenings.

Tests on the method's repeatability show for rotary screening the smallest mean coefficients of variations (CV) of 0.70 %, while for horizontal screening the CV was only slightly higher (1.04 %), followed by the Equivalent diameter (2.18 %) and a large increase for the Feret's diameter classification (6.19 %). The higher result deviations for the image analysis system are probably due to varying particle orientations when falling.

For measurements on a standard sample with defined particle sizes the deviations between the methods follow the order, that was already demonstrated by the measurements for conventional fuels. Conformity with the "true" median value was best for the two screening methods. Regarding the shares of misplaced material, rotary screening causes less misplacements (8.3 % of the total sample mass) compared to horizontal screening (18.4 %), whereby both screening methods classify the particles more likely as "too small". Nevertheless, as both screening methods show acceptable repeatabilities a standardisation of these methods seems reasonable. Separate procedure descriptions for horizontal and rotary screenings are desirable.

Bulk density. Bulk density is also an important property for the design of conveying and charging units. Moreover, it plays a decisive role for the determination of storage and transportation room demands. During the here conducted trials no significant deviations were found for the container shapes (cylinder or cube). The container size, however, had an impact, although analyses of variance prove no significant deviations. Assessing different fuel types, the largest container (200-l-cube) produces lower bulk densities when wood chips or bark are applied, but higher values are achieved, when high density fuels such as wood pellets or grain kernels are regarded. An important influencing parameter is probably the orientation of the particles within the container, depending on the particle's size, shape and density.

Large effects on the bulk density value (dry base) were found for variable moisture contents during the measurement. With decreasing moisture contents increasing bulk densities (dry base) were observed. Thus, for this relation a linear correlation function was derived. Below the fibre saturation point (between 18 and 26 % moisture content, wet base) shrinking effects are presumably responsible for the bulk density increase, while above the fibre saturation point friction and bridging processes among the particles lead to the build-up of cavities.

The application of shocks on the material filled container leads to considerably higher bulk density values than the renunciation of shocks. The increase in bulk densities compared to measurements without shock treatment is lowest for high density fuels (7 % for wood pellets) and highest for materials with low bulk den-

sities (17 % for wood shavings). Wood chip bulk densities usually increase between 12 % (coarse chips) and 15 % (fine and medium chips).

Particle density. Particle density is a quality parameter which is mainly related to compressed biofuels. It influences strength characteristics and some combustion relevant properties. While mass determination is an easy task, volume measurements are connected with large uncertainties. Nevertheless, the volume calculation of compressed fuels with regular shapes is conducted repeatable, simple and time saving by stereometric methods.

Volumes of irregularly shaped particles can be measured by the determination of buoyancy, displacement of liquids or displacement of solids (e.g. powder like media). However, these methods provoke sources of error due to surface tensions, hygroscopic fuel properties and limited sample sizes.

For determinations in water the addition of wetting agents to reduce surface tensions proved to be particularly effective. With increasing concentrations (0, 1, 2, 10 %) the addition of wetting agents leads to a better reproducibility particularly when higher particle densities are prevailing. Impregnations were only advantageous for paraffin coatings, while for the use of varnish, wood wax and celloidin decisive improvements did not occur.

Measurements by displacement of solids (powder pycnometry) produce the lowest particle densities compared to all other methods. However, considering shape factors, an adaption of the given calibration is possible.

A minimum of 15 to 20 measurements are required for most methods when a measuring accuracy of 1 % shall be achieved; for larger pellets the number of replications can be reduced to 10 to 15 measurements, if applicable.

Determinations of briquettes were higher repeatable than measurements of pellets. This can mostly be attributed to a far larger sample size obtaining greater dimensions. Irregular cross sections of briquettes can be scribed on millimetre paper, from which the cross section areas can be calculated. However, for measurements in water there is no clear tendency in favour of one or another method variation.

In consequence of the great relevance of the results, findings and suggestions of this study are already introduced to the international draft standards elaborated by CEN TC 335.

10 Literaturverzeichnis

- [1] **American Society of Agricultural Engineers:** ASAE Standard S269.4: Cubes, Pellets and Crumbles - Definitions and Methods for Determining Density, Durability and Moisture Content. Hrsg.: American Society of Agricultural Engineers (ASAE), St. Joseph, MI, USA, 1996
- [2] **Arnold Vertriebs GmbH:** Kalibrier- und Abgleichanleitung für Arnold Feuchtemesssonden. Selbstverlag, Arnold Vertriebs GmbH (früher; jetzt: ACO Automation Components), Industriestr. 2, D-79793 Wutöschingen-Horheim, 5 S.
- [3] **Batel, W.:** Einführung in die Korngrößenmeßtechnik. 3. Auflage, Springer-Verlag, Berlin, 1971, 214 S.
- [4] **Böhm, T.:** Chemisch-stoffliche Qualitätsmerkmale biogener Festbrennstoffe – Ursachen und Einflussmöglichkeiten anhand ausgewählter Energieträger. Diplomarbeit, Institut für Landtechnik Freising-Weihenstephan, 1998, 115 S.
- [5] **Böhm, T. und H. Hartmann:** Wassergehalt von Holzhackschnitzeln – Ein Vergleich der Bestimmungsmethoden. Landtechnik, Vol. 55, Nr. 4, 2000, S. 280-281
- [6] **Böhm, T. und H. Hartmann:** Größenverteilung von Holzhackschnitzeln – Ein Vergleich der Bestimmungsmethoden. Landtechnik, Vol. 57, Nr. 3, 2002, S. 152-153
- [7] **Böhm, T. und H. Hartmann:** Measuring particle density of wood pellets. In: Proceedings 2nd World Conference and Technology Exhibition on Biomass for Energy, Industry and Climate Protection, 10.-14. Mai 2004 in Rom, ETA-Florence und WIP-Munich (Hrsg.), Florenz, Italien, 2004, S. 683-686
- [8] **Böhner, G., Wagner, L. und M. Säcker:** Elektrische Messung hoher Holzfeuchten bei Fichte. Holz Roh Werkst. 51, 1993, S. 163-166
- [9] **Boltze, T.:** Parameterschätzung für die Feuchtemessung mit Mikrowellen. Fortschritt-Berichte VDI, Reihe 8: Mess-, Steuerungs- und Regelungstechnik, Nr. 568, VDI Verlag GmbH, Düsseldorf, 1996, 146 S.
- [10] **Bundesministerium für Umwelt, Naturschutz und Reaktorsicherheit:** Nationales Klimaschutzprogramm. Beschluss der Bundesregierung vom 18. Oktober 2000, Fünfter Bericht der Interministeriellen Arbeitsgruppe "CO₂-Reduktion", Bundesministerium für Umwelt, Naturschutz und Reaktorsicherheit (BMU), Berlin, 2000
- [11] **CEN/TS 14774-1:** Solid Biofuels – Methods for determination of moisture content – Oven dry method, Part 1: Total moisture – Reference method. 2004
- [12] **CEN/TS 14774-2:** Solid Biofuels – Methods for determination of moisture content – Oven dry method, Part 2: Total moisture – Simplified method. 2004
- [13] **CEN/TS 15103:** Solid Biofuels – Method for the determination of bulk density. 2005
- [14] **CEN/TS 15149-1:** Solid Biofuels – Methods for the determination of particle size distribution, Part 1: Oscillating screen method using sieve apertures of 3,15 mm and above. 2005

- [15] **CEN/TS 15149-2:** Solid Biofuels – Methods for the determination of particle size distribution, Part 2: Vibrating screen method using sieve apertures of 3,15 mm and below. 2005
- [16] **CEN/TS 15149-3:** Solid Biofuels – Methods for the determination of particle size distribution, Part 3: Rotary screen method. 2005
- [17] **CEN/TS 15150:** Solid Biofuels – Methods for the determination of particle density. 2005
- [18] **Chang, C.S.; Converse, H.H. und F.S. Lai:** Flow rate of corn through orifices as affected by moisture content. 1983 Winter meeting ASAE, Chicago, December 13-16. Paper No. 83-3523, Hrsg.: American Society of Agricultural Engineers (ASAE), 1983, S. 1586-1589
- [19] **Christ GmbH:** Vakuumkonzentration und Gefriertrocknung mit System. Seminarunterlagen, Selbstverlag, Christ GmbH, An der Söse 50, D-37520 Osterode, 1998
- [20] **Davidson, R.W.:** The effect of temperature on the electrical resistance of wood. Forest Produ. Jo. 8 (5), 1958, S. 160-164
- [21] **Deutsches Institut für Normung:** DIN 1306: Dichte; Begriffe, Angaben. 1984
- [22] **Deutsches Institut für Normung:** DIN EN ISO 787, Teil 11: Allgemeine Prüfverfahren für Pigmente und Füllstoffe - Bestimmung des Stampfvolumens und der Stampfdichte. 1995
- [23] **Deutsches Institut für Normung:** DIN ISO 3310, Teil 1 und 2: Analysensiebe; Anforderungen und Prüfung. 1992
- [24] **Deutsches Institut für Normung:** DIN 51701, Teil 3: Prüfung fester Brennstoffe - Probenahme und Probenvorbereitung - Durchführung der Probenvorbereitung. 1985
- [25] **Deutsches Institut für Normung:** DIN 51705: Prüfung fester Brennstoffe - Bestimmung der Schüttdichte. 2001
- [26] **Deutsches Institut für Normung:** DIN 51718: Feste Brennstoffe - Bestimmung des Wassergehaltes und der Analysenfeuchtigkeit. 2002
- [27] **Deutsches Institut für Normung:** DIN 51731: Prüfung fester Brennstoffe - Presslinge aus naturbelassenem Holz – Anforderungen und Prüfung. 1996
- [28] **Deutsches Institut für Normung:** DIN 51916: Prüfung von Kohlenstoffmaterialien - Bestimmung der Stampfdichte – Feststoffe. 1987
- [29] **Deutsches Institut für Normung:** DIN 52182: Prüfung von Holz – Bestimmung der Rohdichte. 1976
- [30] **Deutsches Institut für Normung:** DIN 52183: Prüfung von Holz - Bestimmung des Feuchtigkeitsgehaltes. 1977
- [31] **Deutsches Institut für Normung:** DIN 53466: Prüfung von Kunststoffen - Bestimmung des Füllfaktors der Schütt- und der Stopfdichte von Formmassen. 1984
- [32] **Deutsches Institut für Normung:** DIN 66141: Darstellung von Korn-(Teilchen-)größenverteilungen – Grundlagen. 1974
- [33] **Deutsches Institut für Normung:** DIN 66160: Messen disperser Systeme – Begriffe. 1992
- [34] **Deutsches Institut für Normung:** DIN 66165, Teil 1: Partikelgrößenanalyse - Siebanalyse – Grundlagen. 1987

- [35] **Deutsches Institut für Normung:** DIN 66165, Teil 2: Partikelgrößenanalyse - Siebanalyse – Durchführung. 1987
- [36] **Deutsches Institut für Normung:** DIN 863: Prüfung geometrischer Größen – Messschrauben. 1999
- [37] **Deutsches Institut für Normung:** DIN 878: Messuhren. 1983
- [38] **Du, Q.P.:** Einfluss Holzartspezifischer Eigenschaften auf die elektrische Leitfähigkeit wichtiger Handelshölzer. Dissertation, Universität Hamburg, Fachbereich Biologie, 1991, 211 S.
- [39] **Du, Q.P., Geissen, A. und D. Noack:** Widerstandskennlinien einiger Handelshölzer und ihre Meßbarkeit bei der elektrischen Holzfeuchtemessung. Holz Roh Werkst. 49, 1991, S. 305-311
- [40] **Du, Q., Geissen, A. und D. Noack:** Die Genauigkeit der elektrischen Holzfeuchtemessung nach dem Widerstandsprinzip. Holz Roh- Werkst. 49, 1991, S. 1-6
- [41] **Eisenmann KG:** Kleiner Holz Trocknungskurs. Eisenmann KG, Maschinenbau-Gesellschaft, Böblingen
- [42] **EU-Kommission:** Energie für die Zukunft: Erneuerbare Energieträger. Weißbuch für eine Gemeinschaftsstrategie (Kom(87)599 endg.), Kommission der Europäischen Gemeinschaften, Brüssel, 1997
- [43] **Fengel, D. und G. Wegener:** Wood – chemistry, ultrastructure, reactions. Walter de Gruyter & Co., Berlin, 1989, 613 S.
- [44] **Forsen, H. und V. Tarvainen:** Accuracy and functionality of hand held wood moisture content meters. VTT Publications, Technical Research Centre of Finland (VTT), Selbstverlag, Vuorimiehentie, Finnland, 2000, 79 S.
- [45] **Fröhlich, A.:** Persönliche Mitteilung. Partikelmesstechnik.de, Ing.-Büro Axel Fröhlich, Akazienstr. 19, D-47495 Rheinberg, 2000
- [46] **Glos, P., Maier, W. und U. Weigle:** Arbeitsberichte zur Sicherheitstheorie der Bauwerke, Heft 7/73 Laboratorium für den konstruktiven Ingenieurbau der Technischen Universität München, 1973
- [47] **Grammel, R.:** Forstbenutzung – Technologie, Verwertung und Verwendung des Holzes. Schriftenreihe "Pareys Studentexte " Nr. 67, Verlag Paul Parey, Hamburg, 1989, 193 S.
- [48] **Hartmann, H. und T. Böhm:** Qualitätsmerkmale biogener Festbrennstoffe. Landtechnik, Vol. 53, Nr. 3, 1998, S. 134-135
- [49] **Hartmann, H. und T. Böhm:** Bestimmung des Wassergehaltes und der physikalisch-mechanischen Brennstoffeigenschaften. In: Eigenschaften biogener Festbrennstoffe - Bestimmung, Beeinflussung, Standardisierung. Schriftenreihe „Nachwachsende Rohstoffe“ Band 17, Landwirtschaftsverlag, Münster, 2001, S. 46-64.
- [50] **Hartmann, H. und T. Böhm:** Rapid moisture content determination of wood chips – results from comparative trials. In: Proceedings 1st World Conference on Biomass for Energy and Industry, 5-9 June 2000 in Sevilla, James & James Ltd., London, 2001, S. 571-574
- [51] **Hartmann, H., Böhm, T. und L. Maier:** Naturbelassene biogene Festbrennstoffe - umweltrelevante Eigenschaften und Einflussmöglichkeiten. Schriftenreihe "Umwelt & Entwicklung Bayern", Materialien, Hrsg.: Bayerisches Staatsministerium für Landesentwicklung und Umweltfragen (StMLU). Selbstverlag, München, 2000, 155 S.

- [52] **Hartmann, H., Böhm T. und M. Bock:** Measuring size distribution of wood chips. In: Proceedings 12th European Conference on Biomass for Energy, Industry and Climate Protection, Amsterdam, The Netherlands, 17-21 June 2002. S. 215-218
- [53] **Hartmann, H., Böhm, T. und M. Bock:** Measuring bulk density of solid biofuels. In: Proceedings 12th European Conference on Biomass for Energy, Industry and Climate Protection, Amsterdam, The Netherlands, 17-21 June 2002. S. 211-214
- [54] **Haschke, P.:** Beitrag zur Standardisierung von Holzbrennstoffen. Fördergesellschaft Erneuerbare Energien e.V., Berlin, 2000, 32 S.
- [55] **Hasted, J. B.:** Aqueous Dielectrics. Chapman and Hall, GB-London, 1973, 302 S.
- [56] **Hawley, L.F.:** Wood-Liquid Relations. Technical Bulletin No. 248, United States Department of Agriculture, Washington D. C., 1931, 34 S.
- [57] **Hensel, O.:** Schnellfeuchtebestimmung bei nachwachsenden Rohstoffen mit hohem Feuchtegehalt durch das Time Domain Reflectometry-Verfahren. VDI Berichte 1356, Max-Eyth-Gesellschaft Agrartechnik im VDI (Hrsg.), 1997
- [58] **Herma, W.:** Feuchtigkeitsmessgeräte für den Bereich der Holzindustrie. Bauen mit Holz 90 (1988) Nr.1, S. 42-45
- [59] **Hodenberg v., M.:** Gravimetrische und optische Partikelanalyse von Korngemischen. Aufbereitungstechnik, Jahrgang 39, Heft 9, Bauverlag GmbH, Wiesbaden, 1998, S. 461-466.
- [60] **Hosokawa Alpine Aktiengesellschaft & Co. OHG,** Peter-Dörfler-Str. 13-25, D-86199 Augsburg. Alpine Labor-Zickzack-Sichter 1-40 MZM
- [61] **Hustede, K.:** Möglichkeiten der elektrischen Holzfeuchte-Messung. Internationaler Holzmarkt 72 (1981) Nr. 20, S. 12-13
- [62] **Imko Micromodultechnik GmbH:** Trime - Messsysteme für Boden- und Materialfeuchte - neue 1 GHz TDR-Sensoren für die schnelle, genaue und zuverlässige Bestimmung des Wassergehaltes. Selbstverlag, 1998, 66 S.
- [63] **Imko Micromodultechnik GmbH:** Trime - Kornfeuchtemesssysteme - Reflexions-Sensoren zur Kornfeuchtemessung mit garantiertem Kosteneinspar- und Qualitätssteigerungs-Potenzial. Selbstverlag, 1999
- [64] **James, W. L.:** Electric moisture meters for wood. Forest Products Laboratory, U. S. Department of Agriculture, Madison, WI, U.S.A., 1988
- [65] **Johnston, D. D. und R. H. Wynands:** Determination of moisture in timber - A comparison of electrical resistance and oven-drying methods. Wood November 1958, S. 458-463
- [66] **Kail, A. und A. Gratzl.:** Zur Praxis der elektrischen Holzfeuchtemessung. Holzforschung und Holzverwertung 14 (5/6), 1962, S. 82-85
- [67] **Kaltschmitt, M., Rösch, C. und D. Thrän:** Normung biogener Festbrennstoffe – Notwendigkeiten und laufende Normungsaktivitäten. In: Eigenschaften biogener Festbrennstoffe - Bestimmung, Beeinflussung, Standardisierung. Schriftenreihe „Nachwachsende Rohstoffe“ Band 17, Landwirtschaftsverlag, Münster, 2001, S. 5-45
- [68] **Kaltschmitt, M. und H. Hartmann:** Energie aus Biomasse - Grundlagen, Techniken und Verfahren. Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, 2001, 770 S.

- [69] **Keselmann, H.J., Games, P.A. und J.C. Rogan:** An addendum to "A comparison of modified-Tukey and Scheffé methods of multiple comparisons for pairwise contrasts." *Journal of the American Statistical Association*, 74, 1979, S. 626-627
- [70] **Keylwerth, R.:** Grundlagen der Hochtemperaturtrocknung des Holzes. *Holz-Zentralblatt* 75 (75), 1949, S. 953-954
- [71] **Kirk, R.E.:** *Experimental design: Procedures for the behavioral sciences*. Brooks/Cole Publishing Company, Pacific Grove, California, USA, 1982, 902 S.
- [72] **Klaas, K.:** Vor- und Nachteile von Messverfahren zur Bestimmung des Wassergehaltes von Schüttgütern. *mpa* 11/12-98, 1998, S. 41
- [73] **Knigge, W. und H. Schulz:** *Grundriss der Forstbenutzung*. Verlag Paul Parey, Hamburg und Berlin, 1966, 584 S.
- [74] **Kochs, M.:** Die Bedeutung des Friervorgangs bei der Gefriertrocknung. Dissertation, RWTH Aachen, 1990, 129 S.
- [75] **Kofman, P.:** *Interne Unterlagen. Danish Centre for Forest, Landscape and Planning*, Kvak Mollevej 31, DK-7100 Vejle, Dänemark, 1999
- [76] **Kofman, P.:** *Research Programme 2000 of the Danish Centre for Forest, Landscape and Planning*, DK-7100 Vejle, Dänemark, 2000
- [77] **Kollmann, F.:** *Technologie des Holzes und der Holzwerkstoffe; Band 1*, Springer-Verlag, 2. Auflage, Berlin, 1951
- [78] **Kollmann, F. und G. Höckele:** Kritischer Vergleich einiger Bestimmungsverfahren der Holzfeuchtigkeit. *Holz Roh Werkst.* 20 (12), 1962, S. 461-473
- [79] **Krischer, O. und W. Kast:** *Die wissenschaftlichen Grundlagen der Trocknungstechnik (Trocknungstechnik Band 1)*. 3. Auflage, Springer Verlag, Berlin, 1992, 494 S.
- [80] **Kupfer, K.:** Feuchtemessung an Zuschlagstoffen für die Betonherstellung unter Verwendung der Mikrowellenmesstechnik. Dissertation, Hochschule für Architektur und Bauwesen Weimar, 1990, 184 S.
- [81] **Kupfer, K. et al.:** *Materialfeuchtemessung – Grundlagen, Messverfahren, Applikationen, Normen*. Kontakt & Studium, Expert-Verlag, Renningen-Malmsheim, 1997, 395 S.
- [82] **Kupfer, K.:** Trockenschrankverfahren, Infrarot- und Mikrowellentrocknung als Referenzverfahren zur Bestimmung der Materialfeuchte. *tm - Technisches Messen* (6), 1999, S. 227-237
- [83] **Landgraf, J. und A. Göller:** *Mikrowellen-Feuchtemessung in Biomaterialien*. Selbstverlag, hf-sensor GmbH, Weißenfelder Str. 67, D-04229 Leipzig, 5 S.
- [84] **Leitschuh, S., Bolcu, E. und K. Fischer:** Neue Methode zur Wassergehaltsbestimmung im Biofilter. *WLB Wasser, Luft und Boden* (11-12), 1996, S. 71-74
- [85] **Leschonski, K.:** *Grundlagen und moderne Verfahren der Partikelmesstechnik*. Band 1 und 2. Hrsg.: Institut für Mechanische Verfahrenstechnik und Umweltverfahrenstechnik der Technischen Universität Clausthal, Selbstverlag, 1987
- [86] **Liebherr-Mischtechnik GmbH:** *Litronic FMS - Feuchtemesssystem - Bedienungsanleitung*. Liebherr-Mischtechnik GmbH, Postfach 145, D-88429 Bad Schussenried, Selbstverlag, 1998, 48 S.
- [87] **Loncin, M.:** *Die Grundlagen der Verfahrenstechnik in der Lebensmittelindustrie*. Verlag Sauerländer, Frankfurt am Main, 1969, 976 S.

- [88] **Loughborough, W.K.:** zitiert bei Hawley, L.F.: Wood-Liquid Relations. Technical Bulletin No. 248, United States Department of Agriculture, Washington D. C, 1931, 34 S.
- [89] **Lück, W.:** Feuchtigkeit - Grundlagen, Messen, Regeln. R. Oldenburg, München, 1964, 296 S.
- [90] **Mattsson, J.E.:** Basic Handling Characteristics of Wood Fuel: Angle of Repose, Friction Against Surfaces and Tendency to Bridge Building for Different Assortments. Scand. J. For. Res. 1990, 5, S. 583-597
- [91] **Nusser, E.:** Die Bestimmung der Holzfeuchtigkeit durch die Messung des elektrischen Widerstandes. Forschungsberichte Holz, Fachausschuss für Holzfragen, Heft 5, Berlin, 1938, 79 S.
- [92] **Österreichisches Normungsinstitut:** ÖNORM M7132: Energiewirtschaftliche Nutzung von Holz und Rinde als Brennstoff – Begriffsbestimmungen und brennstofftechnologische Merkmale., 1998
- [93] **Österreichisches Normungsinstitut:** ÖNORM M7133: Energiehackgut, Anforderungen und Prüfbestimmungen. 1998
- [94] **Österreichisches Normungsinstitut:** ÖNORM M7135: Presslinge aus naturbelassenem Holz und naturbelassener Rinde - Pellets und Briketts - Anforderungen und Prüfbestimmungen. 2000
- [95] **Oetjen, G.-W.:** Gefriertrocknen. VCH Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim, 1997, 251 S.
- [96] **Pfenninger, H.:** Brautechnische Analysenmethoden, Methodensammlung der Mitteleuropäischen Brautechnischen Analysenkommission (MEBAK); Band I, 3. Auflage, Selbstverlag, Freising-Weihenstephan, 1997
- [97] **Pover, R. und D. Sander:** NIR-Feuchteanalytoren für berührungslose On-line-Messungen unter Produktionsbedingungen. tm - Technisches Messen (3) 1992, S. 116-120
- [98] **Precht, M. und R. Kraft:** Bio-Statistik 2. 5. Auflage, München, 1993, 457 S.
- [99] **Rijsdijk, J.F.:** Die Genauigkeit von Holzfeuchtigkeitsmessungen mit elektrischen Feuchtigkeitsmessgeräten. Holz Roh Werkst. 27 (1), 1969, S. 17-23
- [100] **Rumpf, H.:** Mechanische Verfahrenstechnik. 3. Auflage, Carl Hanser Verlag, München, 1975, 138 S.
- [101] **Sachs, L.:** Angewandte Statistik - Anwendung statistischer Methoden. 8. Auflage, Springer-Verlag, Berlin, 1997, 881 S.
- [102] **Sartorius:** Trockenmasse schnell und zuverlässig bestimmen - Anwendungshandbuch. Sartorius AG, Weender Landstr. 94-108, D-37075 Göttingen, 38 S.
- [103] **Sengutta, U.:** Schnelle TS-Bestimmung bei der Schlammbehandlung in Kläranlagen. EntsorgungsPraxis (7/8), 1998, S. 59-60
- [104] **Shiffler, R.E. und A.J. Adams:** A correction for biasing effects of pilot sample size on sample size determination. Journal of Marketing Research 24, 1987, S. 319-321
- [105] **Skaar, C.:** Water in Wood. State University College of Forestry (Hrsg.), Syracuse University Press, NY, USA, 1972, 212 S.
- [106] **Stacheder, M.:** Die Time Domain Reflectometry in der Geotechnik – Messungen von Wassergehalt, elektrischer Leitfähigkeit und Stofftransport. Dissertation, Universität Karlsruhe, Fakultät für Bio- und Geowissenschaften, 1995, 170 S.

-
- [107] **Stamm, A.J.:** The electrical resistance of wood as a measure of its moisture content. *Industrial and Engineering Chemistry* 19 (9), 1927, S. 1021-1025
- [108] **Stamm, A.J.:** The fiber-saturation point of wood as obtained from electrical conductivity measurements. *Industrial and Engineering Chemistry* 1 (2), 1929, S. 94-97
- [109] **Stieß, M.:** *Mechanische Verfahrenstechnik* 1. 2. Auflage, Springer-Verlag, Berlin, 1995, 369 S.
- [110] **Strässler, H. und W. Risi:** Der Wassergehalt des Holzes - ein Sorgenkind des Holzgewerbes. *Schweizerische Schreinerzeitung* 15, 1988, S. 334-339;
- [111] **Swedish Standards Institute:** SS 187170: Biofuels and peat – Determination of total moisture content. Stockholm, Schweden, 1997
- [112] **Swedish Standards Institute:** SS 187179: Peat – Determination of raw bulk density and calculation of dry raw bulk density (auf Schwedisch). Stockholm, Schweden, 1990
- [113] **Tamhane, A.C.:** A comparison of procedures for multiple comparisons of means with unequal variances. *Journal of the American Statistical Association* 74, 1979, S. 471-480
- [114] **Termiska Processor AB (TPS),** Studsvik, Nyköping, Schweden: Aerodynamic Method for Determination of Particle Size Distribution; schriftliche Mitteilung zur Prototypentwicklung
- [115] **Trendelenburg, R.:** *Das Holz als Rohstoff - Seine Entstehung, stoffliche Beschaffenheit und chemische Verwertung.* J. F. Lehmanns Verlag, München/Berlin, 1939, 435 S.
- [116] **Verlag für Standardisierung:** TGL 12907/09: Prüfung von Körnerfrüchten - Bestimmung der Schüttdichte. Leipzig, DDR, 1985

11 Anhang

Tabelle A1: Merkmale und Bezugsquellen der geprüften Messverfahren zur Bestimmung des Wassergehaltes (Fortsetzung nächste Seite)

| Hersteller | Messprinzip | Messbereich (H ₂ O-Gehalt) | Dauer der Messung | Preisangabe (zum Zeitpunkt der Beschaffung in 1999) ^a |
|---|---|---------------------------------------|-------------------|---|
| <i>Holzackschnitzel, Pellets oder andere Biomassen</i> | | | | |
| Arnold Vertriebs GmbH (früher) jetzt: ACO Automation Components Industriestr. 2 D-79793 Wutöschingen- Horheim Tel.: +49-(0)7746-91 316 Fax: +49-(0)7746-91 317 Email: aco.mail@t-online.de Internet: www.acoweb.de | kapazitiv bei 0,027 GHz | 0 – 90 % | ca. 2 min | Tellersonde: 1.700 € (zzgl. Mwst.) Auswerteeinheit: ca. 1.450 € (brutto) |
| CEM GmbH Carl-Friedrich-Gauß-Str. 9 D-47475 Kamp-Lintfort Tel.: +49-(0)2842-96 440 Fax: +49-(0)2842-96 44 11 | Mikrowellen-Trocknung | 1 – 99,9 % | 2-20 min | 16.700 € (zzgl. Mwst.) |
| Christ GmbH An der Söse 50 D-37520 Osterode Tel.: +49-(0)5522-50 070 Fax: +49-(0)5522-50 07 12 Email: info@martinchrist.de | Gefriertrocknung | 0 – 100 % | 7 Tage | ca. 7.700 € (ohne Gefrierkammer) |
| hf-sensor GmbH Weißenfelser Str. 67 D-04229 Leipzig Tel.: +49-(0)341-49 72 60 Email: sales@hf-sensor.de Internet: www.hf-sensor.de | kapazitiv / Hochfrequenzbereich bei 2,45 GHz (Mikrowelle) | 0 – 100 % | ca. 3 min | Moist 200: ca. 1.200 € Moist Bio: ca. 3.000 € Handheld: ca.: 1.700 € (oder: 1.150 €) |
| IMKO Mikromodultechnik Im Stöck 2 D-76275 Ettlingen Tel.: +49-(0)7243-59 210 Fax: +49-(0)7243-90 856 Email: info@imko.de Internet: www.imko.de | TDR-Verfahren | 2-ca.45 % | ca. 1 min. | ca. 3.300 € (zzgl. Mwst.) |
| Liebherr-Mischtechnik GmbH Postfach 145 D-88423 Bad Schussenried Tel.: +49-(0)7583-94 90 Fax: +49-(0)7583-94 93 99 Email: info@lmt.liebherr.com Internet: www.liebherr.com | kapazitiv bei 0,02 GHz (dielektrischer Verlust-Widerstand) | 0 – 100 % | ca. 6 min. | Auswertegerät: ca. 5.900 € Feuchtesensor: ca. . 2.750 € |

Tabelle A1: (Fortsetzung) Merkmale und Bezugsquellen der geprüften Messverfahren zur Bestimmung des Wassergehaltes (Fortsetzung nächste Seite)

| Hersteller | Messprinzip | Messbereich (H ₂ O-Gehalt) | Dauer der Messung | Preisangabe (zum Zeitpunkt der Beschaffung in 1999) ^a |
|--|---|---------------------------------------|--|--|
| <i>Holz hackschnitzel, Pellets oder andere Biomassen</i> | | | | |
| Memmert GmbH & Co. KG Äußere Rittersbacher Str. 38 D-91126 Schwabach Tel.: +49-(0)9122-9250 Fax: +49-(0)9122-14 585 | thermogravimetrisch im Trockenschrank bei 80 und 105 °C | 0 – 100 % | 36 h bei 105 °C und 48 h bei 80 °C | Typ UL 40: 870 € (1983) Typ UL 80: ca. 2.560 € (1988) Typ ULM 700: 2.050 € (1990) |
| Mesa Electronic GmbH Leitenstr. 26 D-82538 Geretsried-Gelting Tel.: +49-(0)8171-76 93 0 Fax: +49-(0)8171-76 93 33 Email: agasteiger@mesa-gmbh.com | Reflexion naheinfraroter Strahlung mit fünf Wellenlängen | 0 – 100 % | ca. 5 min. | ca. 15.400 € |
| Pier-Electronic GmbH Nassauer Str. 35 D-65719 Hofheim-Wallau Tel.: +49-(0)6122-20 54 Fax: +49-(0)6122-16 533 | Reflexion naheinfraroter Strahlung mit zwei Wellenlängen | 0 – ca. 50% | ca. 3 min. | ca. 9.300 € |
| Sartorius AG Weender Landstr. 94-108 D-37075 Göttingen Tel.: +49-(0)551-30 80 Fax: +49-(0)551-30 82 89 Internet: www.sartorius.com | thermogravimetrisch durch Infrarot-Trocknung | 0 – 100 % | ca. 4 bis 70 min. | ca. 2.050 € |
| Schaller Messtechnik Max Schaller A-8200 Ungerndorf 159 Tel.: +43-(0)3112-61 200 Email: schaller.gmbh@nexta.at Internet: www.members.magnet.at/schaller.max | Luftfeuchte-Ausgleichsverfahren | ca. 2 – 14 % | ca. 15 min. | 300 € (zzgl. Mwst.) |
| Ultra X Laborgeräte (früher) jetzt: a & p instruments e.K. Albert-Schweitzer-Str. 16 D-32758 Detmold Tel.: +49-(0)5232-97 780 Fax: +49-(0)5232-97 78 20 Internet: www.apinstruments.de Email: info@apinstruments.de | thermogravimetrisch durch Infrarot-Trocknung | 0 – 100 % | ca. 4 bis 40 min. | 4.350 € (zzgl. Mwst.) |
| <i>nur Holz hackschnitzel</i> | | | | |
| Pandis GmbH Liebenauer Hauptstr. 154 A-8041 Graz Tel.: +43-(0)316-48 28 48 Fax: +43-(0)316-48 28 48 14 Email: pandis@ping.at | kapazitiv / Dielektrikum | 0 – 55 % | ca. 1 min. | 1.850 € (zzgl. Mwst.) |

Tabelle A1: (Fortsetzung) Merkmale und Bezugsquellen der geprüften Messverfahren zur Bestimmung des Wassergehaltes

| Hersteller | Messprinzip | Messbereich (H ₂ O-Gehalt) | Dauer der Messung | Preisangabe (zum Zeitpunkt der Beschaffung in 1999) ^a |
|--|--|---|-------------------|---|
| <i>nur Pellets</i> | | | | |
| Schaller Messtechnik GmbH A-8200 Ludersdorf 148 Tel.: +43-(0)3112-61 200 Fax: +43-(0)3112-61 202 Email: schaller.gmbh@nexta.at Internet: www.members.magnet.at/schaller.max | kapazitiv / Dielektrikum | 3 – 20 % | ca. 1 min. | 1.000 € (zzgl. Mwst.) |
| <i>Scheitholz</i> | | | | |
| Ahlborn Messtechnik GmbH Postfach 12 53 D-83607 Holzkirchen Tel.: +49-(0)8024-30 070 Fax: +49-(0)8024-30 07 10 Email: amr@ahlborn.com Internet: www.ahlborn.de | kapazitiv und elektrischer Widerstand (Leitfähigkeitsmess-verfahren) | kapazitiv: 0 – 33 % elektr. Widerstand: 7-23 % | ca. 15 sek. | Messgerät Almemo: 372 € (zzgl. Mwst.) Feuchtegeber (kapazitiv): 369 € (zzgl. Mwst.) Feuchtesonde (elektr. Widerstand): 249 € (zzgl. Mwst.) |
| Gann Mess- und Regeltechnik Schillerstr. 63 D-70839 Gerlingen Tel.: +49-(0)7156-49 07-0 Fax: +49-(0)7156-49 07-40 Email: info@gann.de Internet: www.gann.de | elektrischer Widerstand (Leitfähigkeitsmess-verfahren) | 4-50 % | ca. 15 sek. | Einschlagelektrode: 400 € (zzgl. Mwst.) Rammelektrode: 440 € (zzgl. Mwst.) |
| Testo GmbH & Co. Postfach 11 40 D-79849 Lenzkirch Tel.: +49-(0)7653-68 10 Fax: +49-(0)7653-68 11 00 Email: vertrieb@testo.freinet.de Internet: www.testo.de | elektrischer Widerstand (Leitfähigkeitsmess-verfahren) | 6 – 31 % | ca. 15 sek. | 150 € (zzgl. Mwst.) |

^aPreisnachfragen im Oktober 2003 ergaben nur geringfügige Preisänderungen

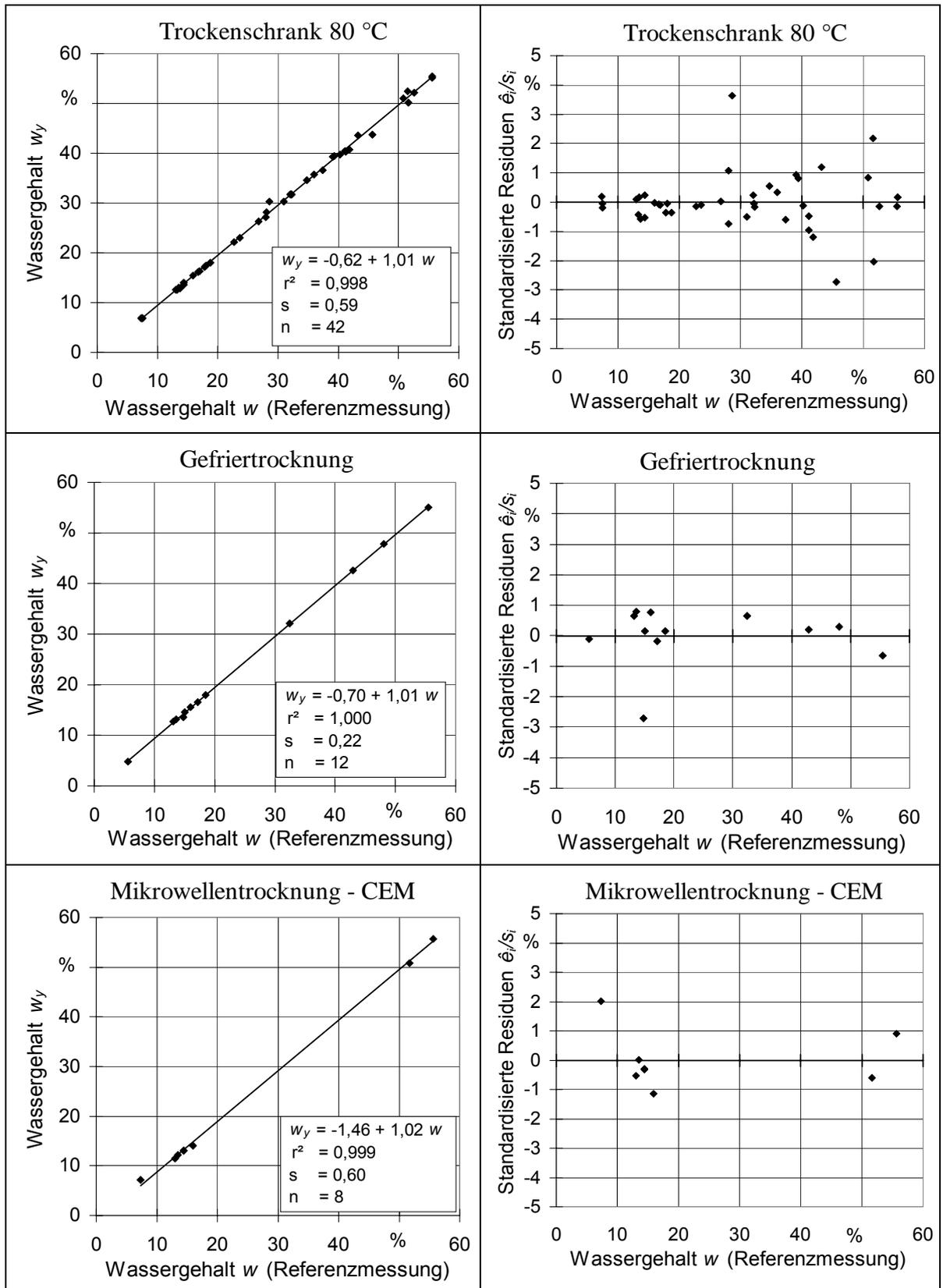


Abb. A1: Korrelation der Wassergehalts-Messwerte mit den Ergebnissen der Referenzmethode (Trockenschrank 105 °C) bei Holzhackschnitzeln (Fichte, Buche, Pappel) und deren jeweilige Residuenplots

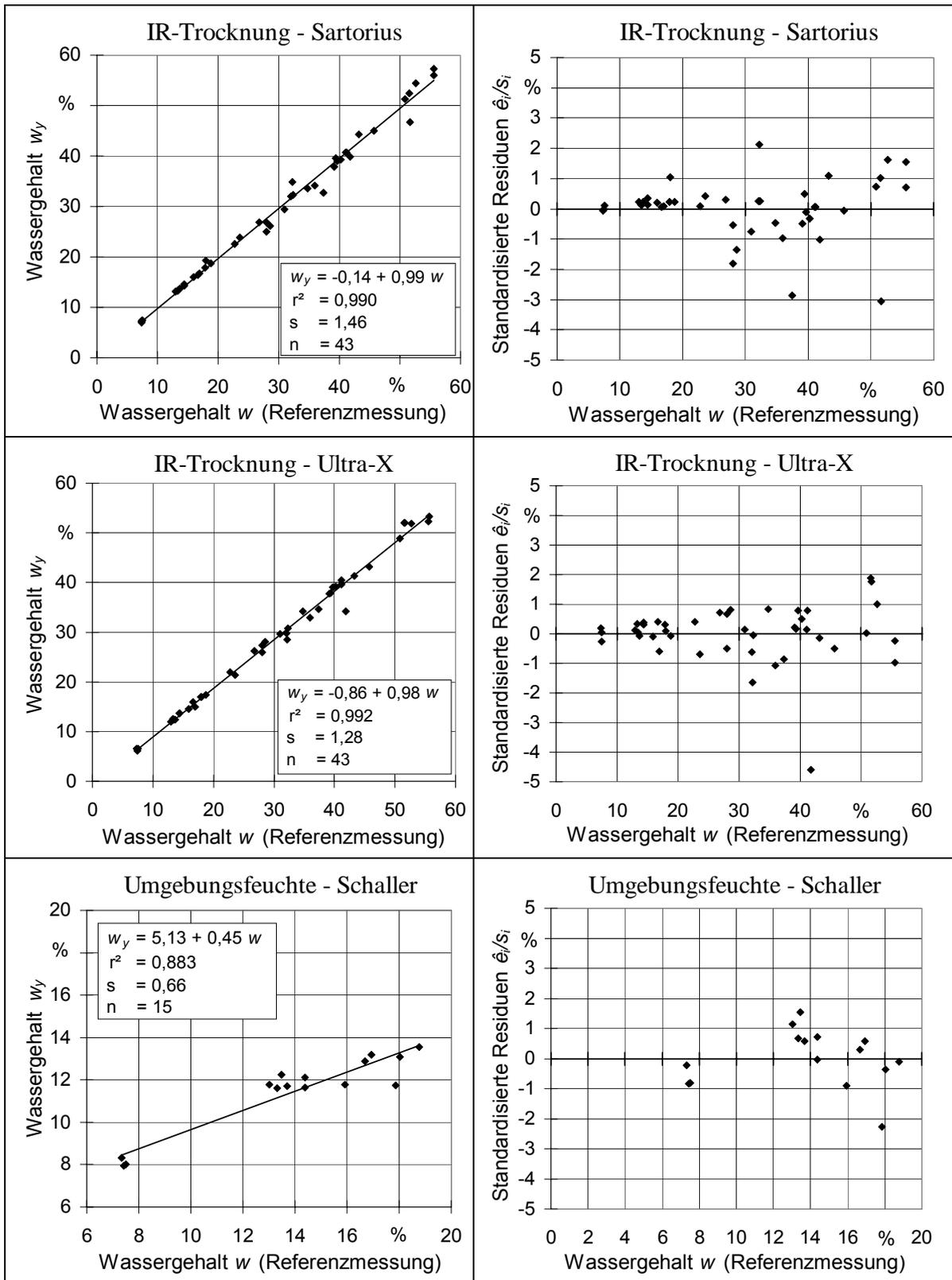
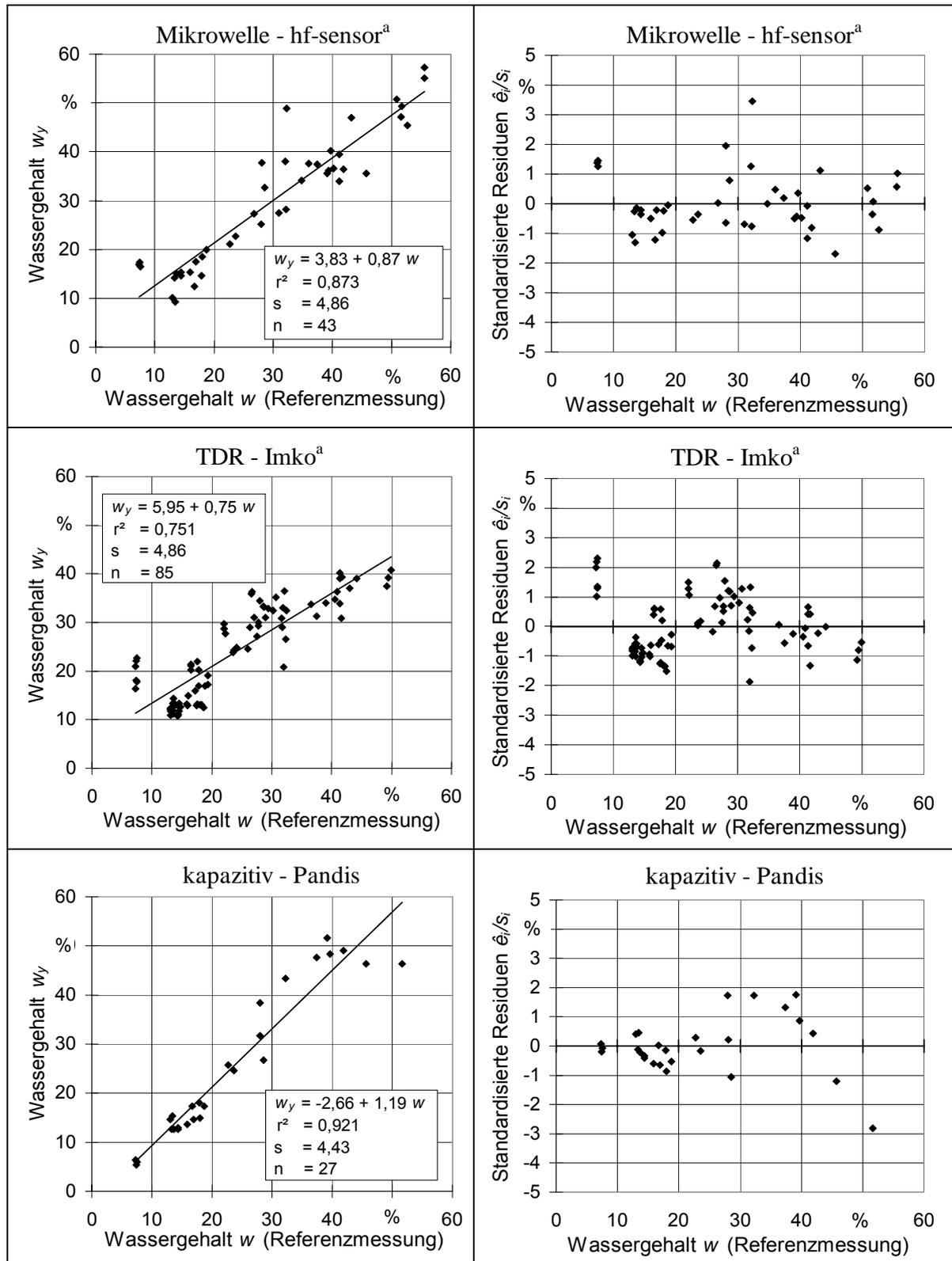
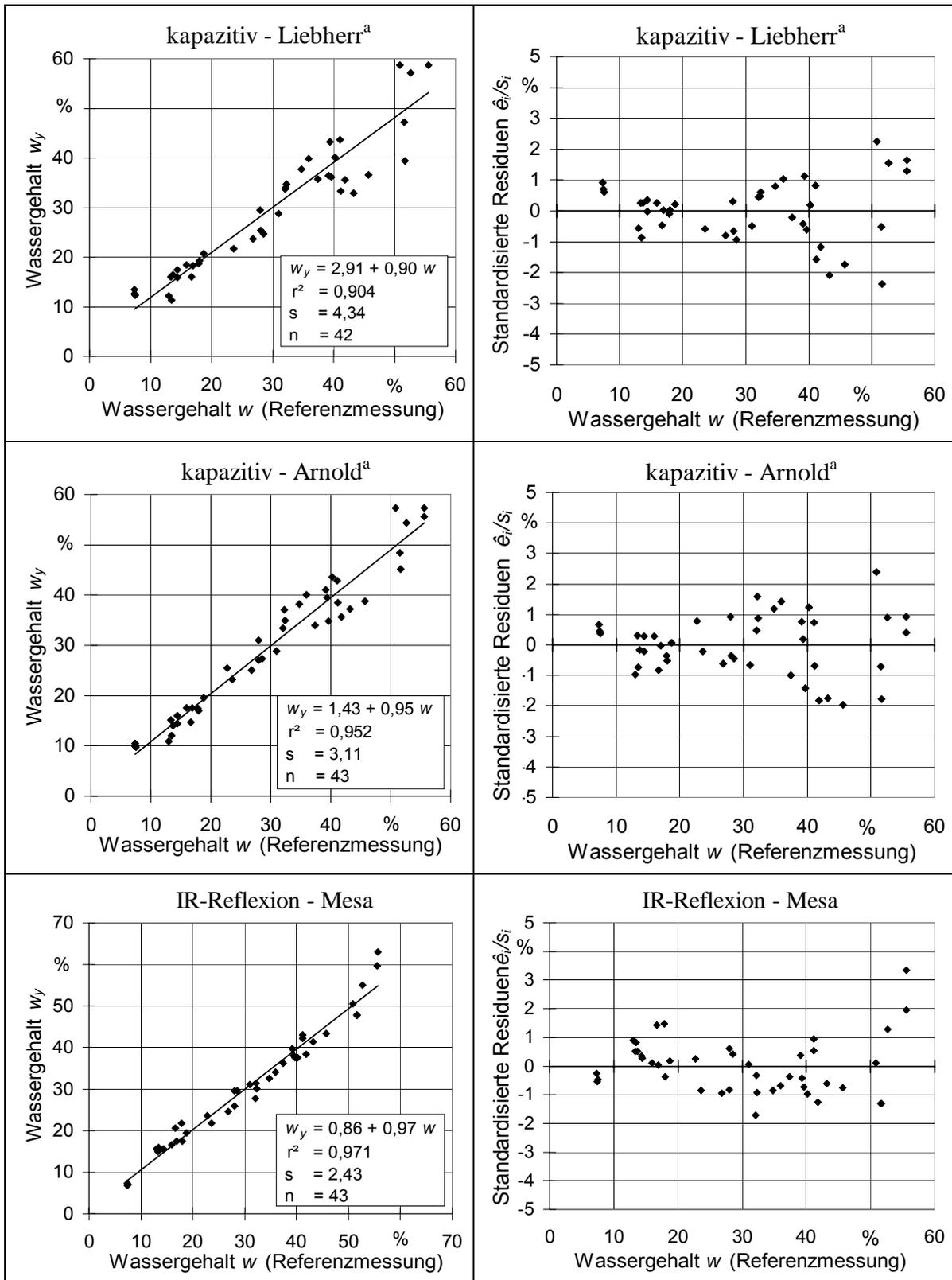


Abb. A2: Korrelation der Wassergehalts-Messwerte mit den Ergebnissen der Referenzmethode (Trockenschrank 105 °C) bei Holzhackschnitzeln (Fichte, Buche, Pappel) und deren jeweilige Residuenplots



^a Kalibrierung unter Einbeziehung der Schüttdichte wasserfrei $d_{(i, wf)}$ (signifikanter Einfluss nachgewiesen); Beitrag der Schüttdichte zur Gesamtstreuung: hf-sensor 3,8 %, TDR 6,8 %; Liebherr: 4,6 %, Arnold 4,2 %

Abb. A3: Korrelation der Wassergehalts-Messwerte mit den Ergebnissen der Referenzmethode (Trockenschrank 105 °C) bei Holzhackschnitzeln (Fichte, Buche, Pappel) und deren jeweilige Residuenplots



^a Kalibrierung unter Einbeziehung der Schüttdichte wasserfrei $d_{(i, wf)}$ (signifikanter Einfluss nachgewiesen); Beitrag der Schüttdichte zur Gesamtstreuung: hf-sensor 3,8 %, TDR 6,8 %; Liebherr: 4,6 %, Arnold 4,2 %

Abb. A4: Korrelation der Wassergehalts-Messwerte mit den Ergebnissen der Referenzmethode (Trockenschrank 105 °C) bei Holzhackschnitzeln (Fichte, Buche, Pappel) und deren jeweilige Residuenplots

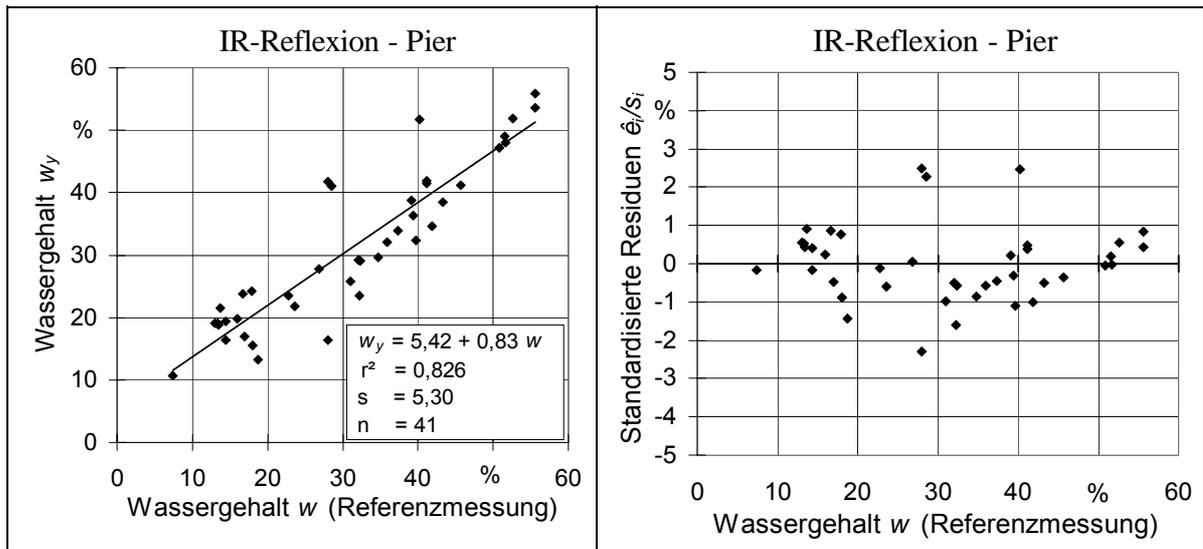


Abb. A5: Korrelation der Wassergehalts-Messwerte mit den Ergebnissen der Referenzmethode (Trockenschrank 105 °C) bei Holzhackschnitzeln (Fichte, Buche, Pappel) und deren jeweilige Residuenplots

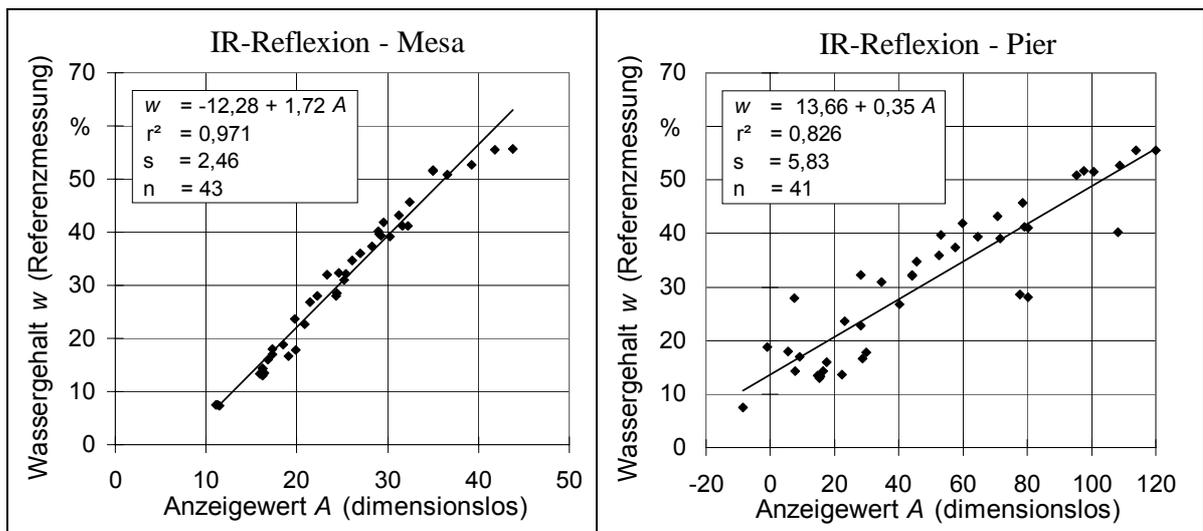


Abb. A6: Eindimensionale Kalibrierfunktionen mit Regressionsgleichung, Bestimmtheitsmaß r^2 , Standardfehler s und Anzahl der Beobachtungen n

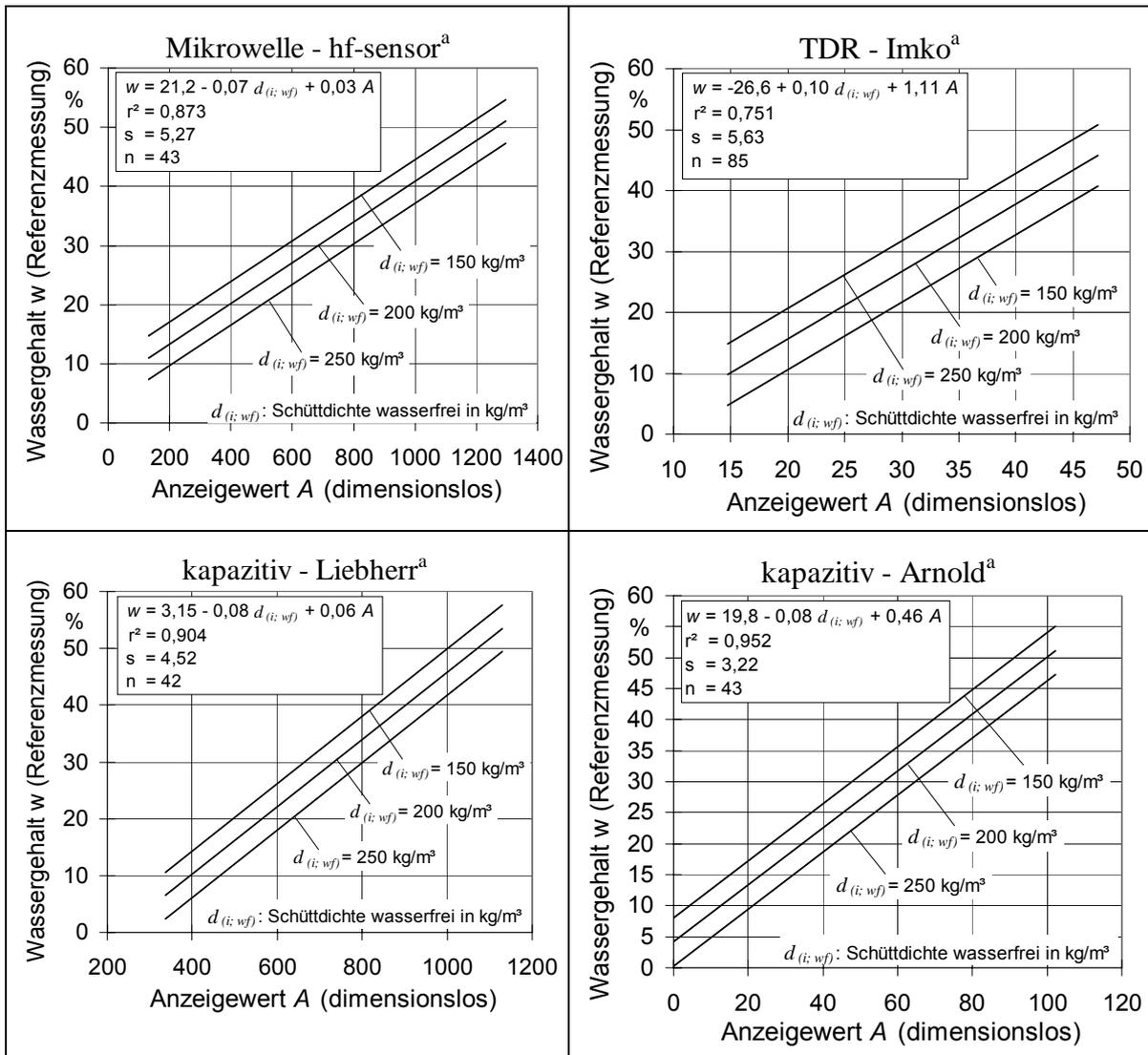


Abb. A7: Zweidimensionale Kalibrierfunktionen mit Regressionsgleichungen, Bestimmtheitsmaß r^2 , Standardfehler s und Anzahl der Beobachtungen n . Beitrag der Schüttdichte zur Gesamtstreuung: hf-sensor 3,8 %, TDR 6,8 %; Liebherr: 4,6 %, Arnold 4,2 %

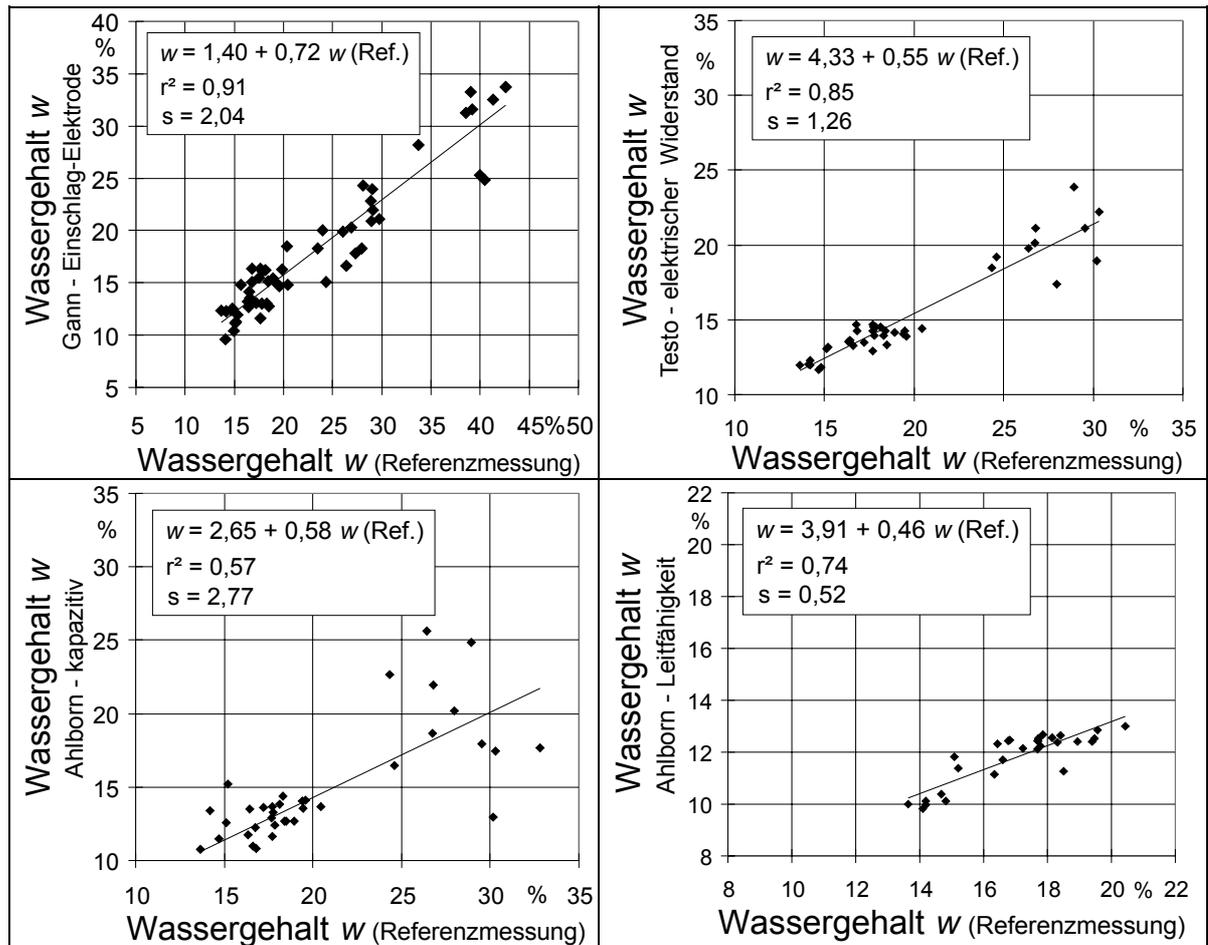
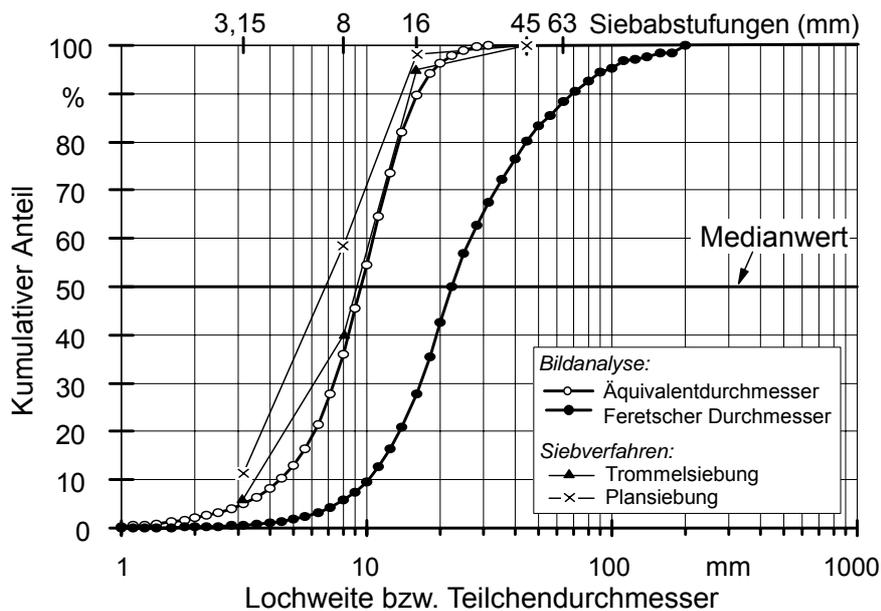


Abb. A8: Korrelation der Wassergehalts-Messwerte mit den Ergebnissen der Referenzmethode (Trockenschrank 105 °C) bei Fichten- und Buchenscheiten: Scheite mit einem Wassergehalt über dem Messbereich der jeweiligen Messgeräte wurden nicht berücksichtigt

Tabelle A2: Adressen der Hersteller der geprüften Geräte zur Bestimmung der Größenverteilung

| Hersteller | Messprinzip | Dauer der Messung | Preisangabe (in 1999) |
|---|-------------|--------------------|---|
| Retsch GmbH & Co. KG Rheinische Str. 36 D-42781 Haan Tel.: +49-(0)2129-556 10 Fax: +49-(0)2129-8702 Email: info@retsch.de Internet: www.retsch.de | Plansiebung | ca. 10 Min. | Typ KS 1000: 2.330 €; Siebspanneinheit: 152 €; je Analysensieb zwischen 222 und 281 € (zzgl. Mwst.) |
| Haver & Boecker Ennigerloher Str. 64 D-59302 Oelde Tel.: +49-(0)25 22-300 Fax: +49-(0)25 22-30404 Email: dw@haverboecker.com Internet: www.haverboecker.com | Bildanalyse | ca. 10 bis 15 Min. | Haver-CPA 4: komplett ca. 60.000 € |

**Abb. A9:** Verteilungssummenkurven; Ergebnisse unterschiedlicher Messverfahren. Beispiel hier: Fichten-Feinhackgut (Mittelwerte aus jeweils 3 bzw. 2 Wiederholungen für die Sieb- und Bildanalyseverfahren)

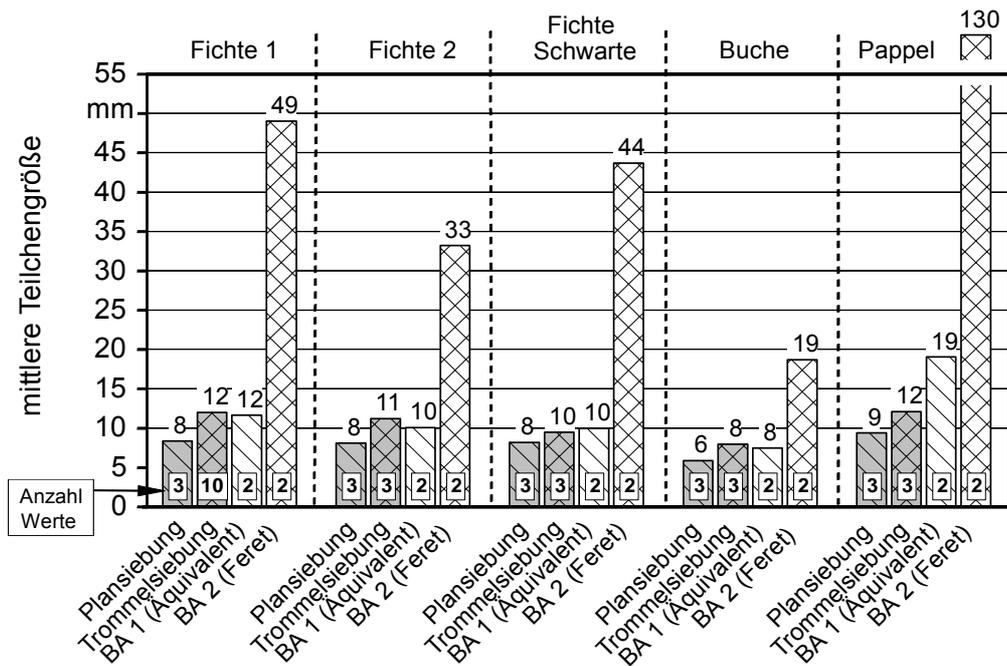


Abb. A10: Mittlere Teilchengröße von Feinhackgut bei unterschiedlichen Bestimmungsverfahren. BA 1: bildanalytische Klassifizierung nach dem Äquivalentdurchmesser. BA 2: bildanalytische Klassifizierung nach dem Feretschen Durchmesser.

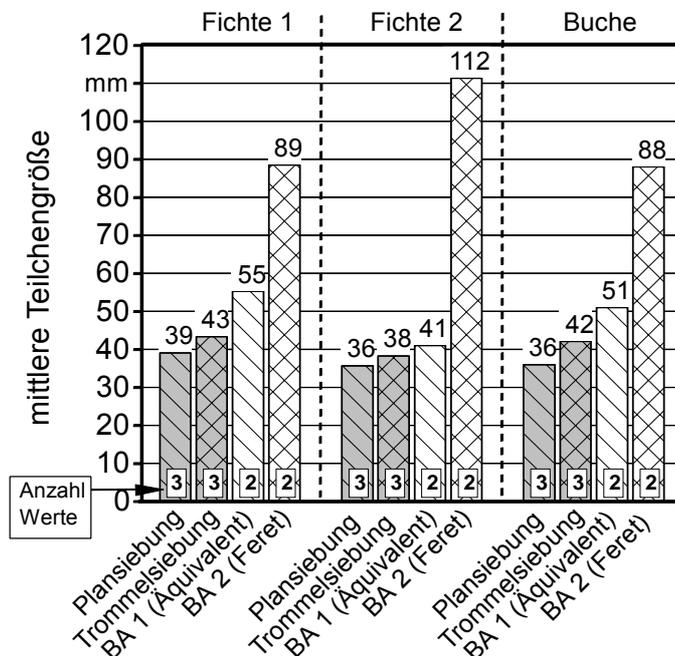


Abb. A11: Mittlere Teilchengröße von Grobhackgut bei unterschiedlichen Bestimmungsverfahren. BA 1: bildanalytische Klassifizierung nach dem Äquivalentdurchmesser. BA 2: bildanalytische Klassifizierung nach dem Feretschen Durchmesser.

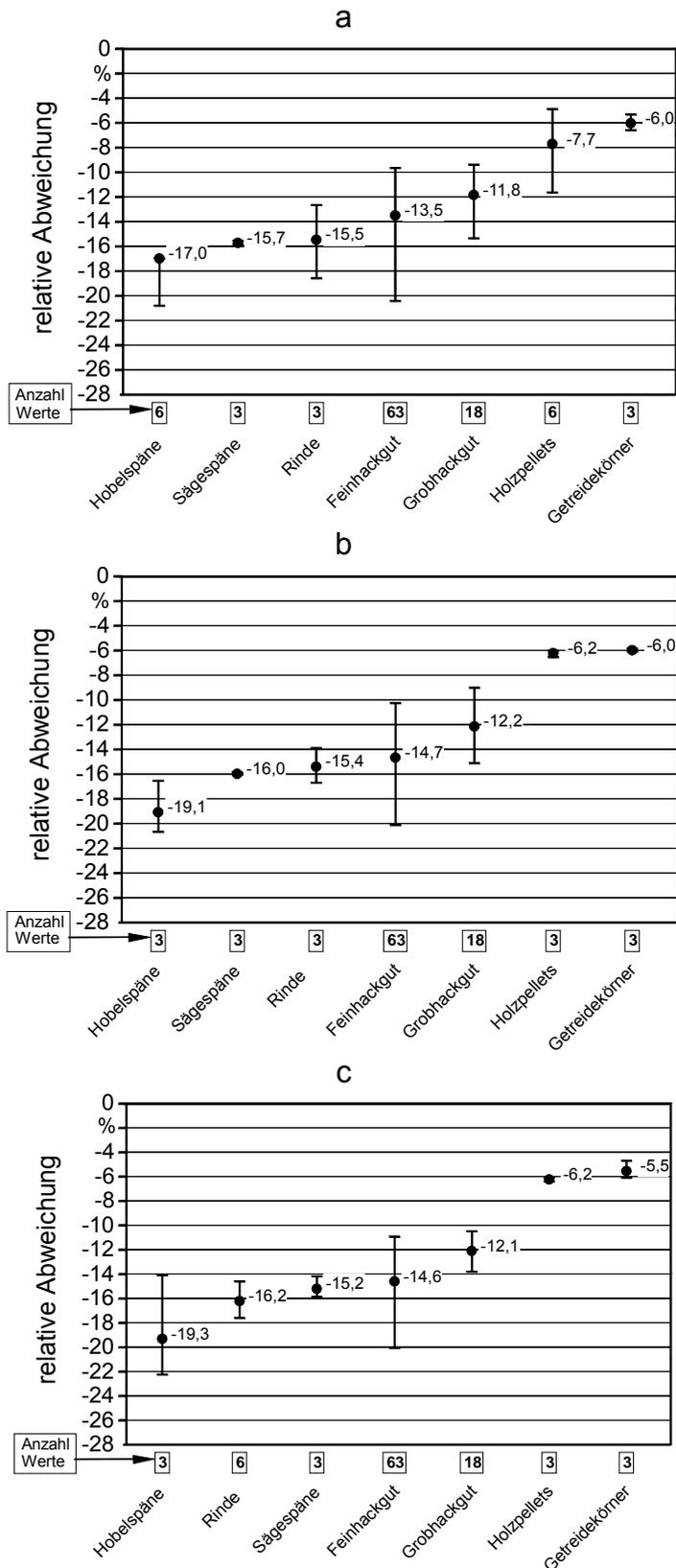
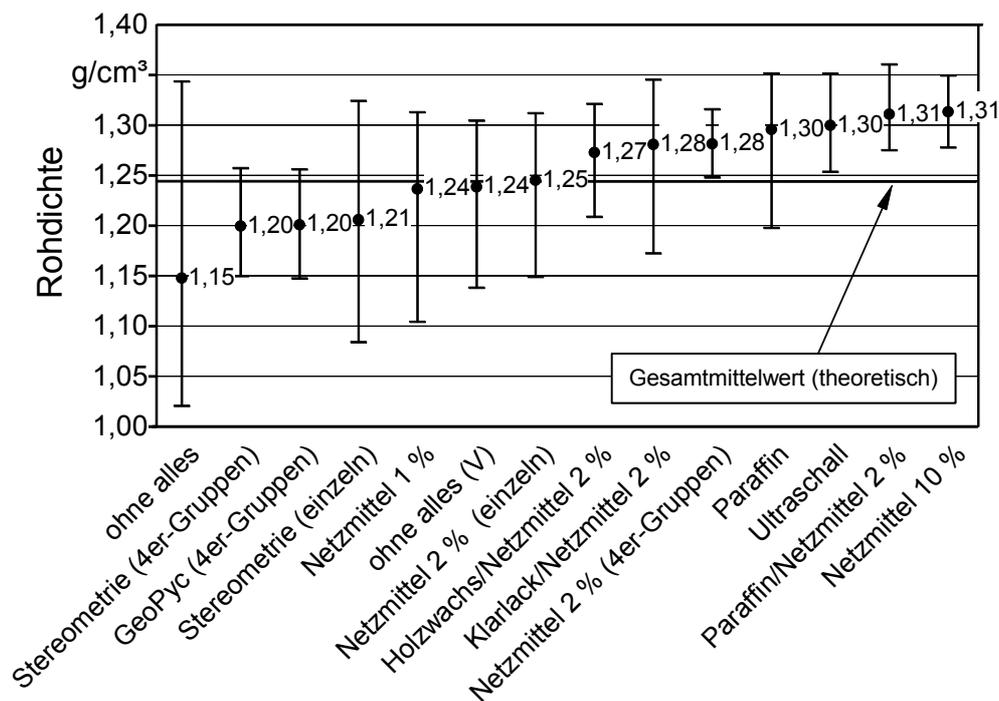


Abb. A12: Relative Abweichung der Schüttdichte wasserfrei $d_{(wf)}$ bei Verwendung des 15 (a), 50 (b) und des 56-l-Behälters (c) "ohne Erschütterungen" im Vergleich zu Bestimmungen "mit Erschütterungen" (Referenzverfahren) für verschiedene Brennstoffklassen. (Wassergehalt der Proben < 20 %). Feinhackgut: Alle Brennstoffe aus Herstellung mit Trommelhacker. Grobhackgut: Herstellung mit Schneckenhacker.

Tabelle A3: Adressen von Herstellern der geprüften Geräte zur Bestimmung der Rohdichte

| Hersteller | Messprinzip | Dauer der Messung | Preisangabe |
|--|-------------------------|-------------------|---|
| Micromeritics GmbH Erftr. 54 D-41238 Mönchengladbach Tel.: +49-(0)2166-987 080 Fax: +49-(0)2166-987 08 88 www.micromeritics.com | Feststoff-verdrängung | ca. 10 Min. | In 1999: 17.126 € (zzgl. Mwst.) |
| Sartorius AG Weender Landstr. 94-108 D-37075 Göttingen Tel.: +49-(0)551-30 80 Fax: +49-(0)551-30 82 89 www.sartorius.com | Auftrieb in Flüssigkeit | ca. 1 Min. | In 2002: Waage LA310S: 2.850 € Dichtebestimmungsset YDK01: 390 € (zzgl. Mwst.) |

**Abb. A13:** Spannweiten und Mittelwerte der geprüften Messverfahren zur Rohdichtebestimmung bei Pellet 1 (kurz). Anzahl der Messwerte je Verfahren: 50

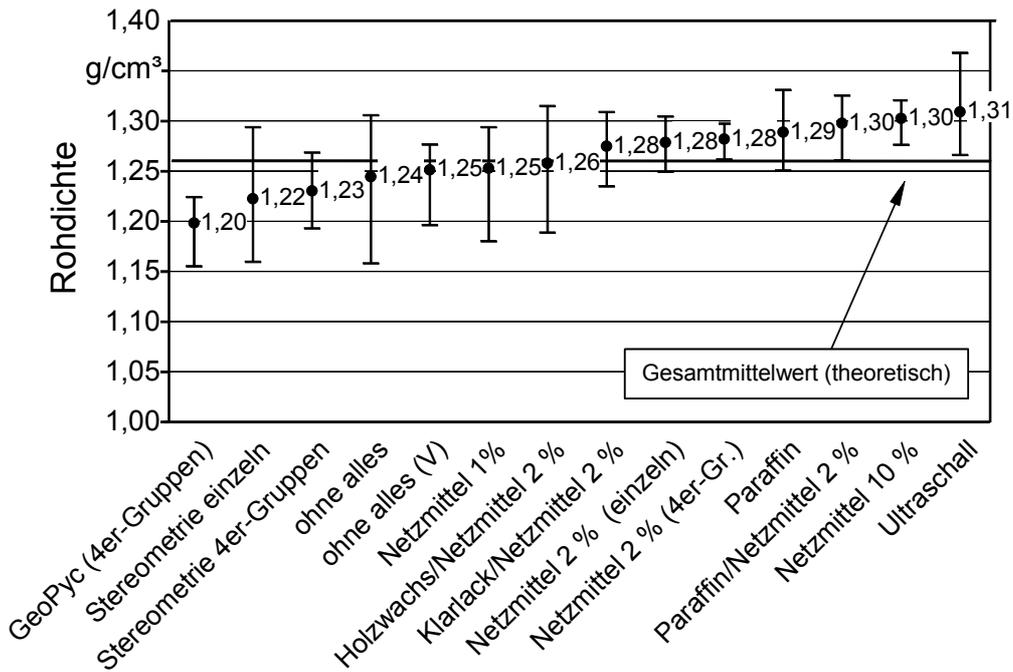


Abb. A14: Spannweiten und Mittelwerte der geprüften Messverfahren zur Rohdichtebestimmung bei Pellet 2 (lang). Anzahl der Messwerte je Verfahren: 50

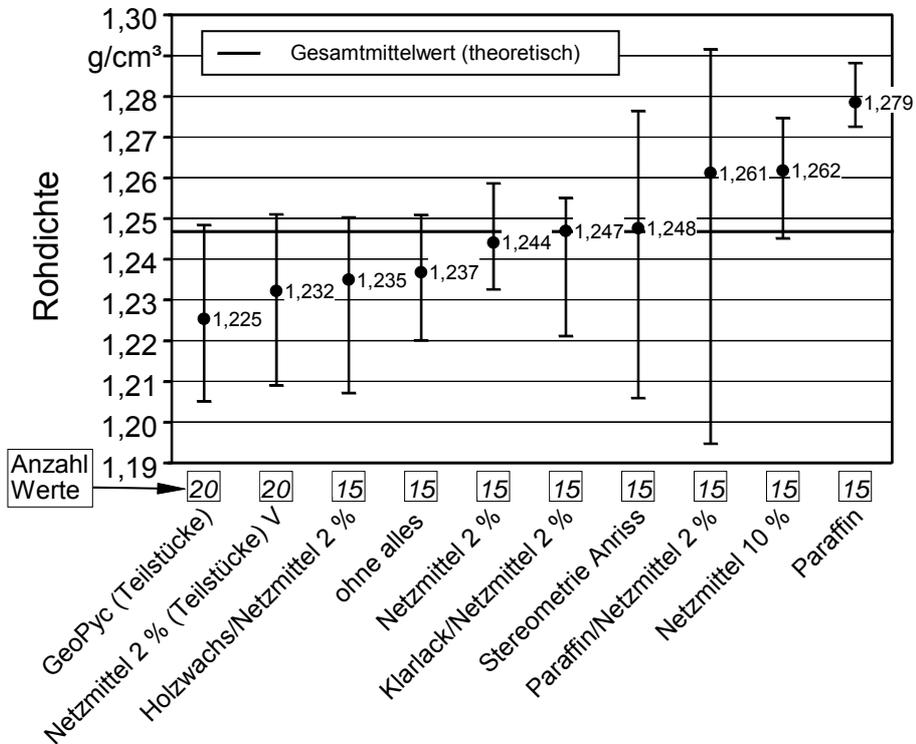


Abb. A15: Spannweiten und Mittelwerte der geprüften Messverfahren zur Rohdichtebestimmung (hier: Beispiel für Brikett 1, quaderförmig, abgerundet, hohl)

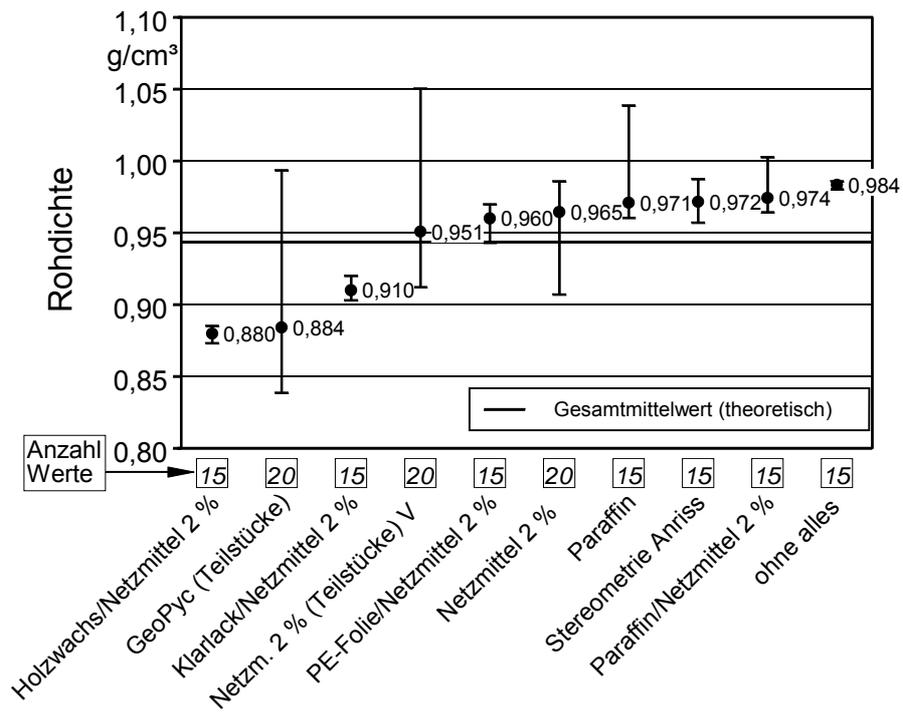


Abb. A16: Spannweiten und Mittelwerte der geprüften Messverfahren zur Rohdichtebestimmung (hier: Beispiel für Brikett 2, quaderförmig, abgerundet)

Curriculum vitae

Persönliche Daten

26.03.1970 geboren in Nürnberg
verheiratet, zwei Kinder

Schulische Ausbildung und Zivildienst

1976 - 1980 Besuch der Grundschule in Nürnberg
1980 - 1989 Besuch des Gymnasiums in Nürnberg und Windsbach/Mfr.
1989 Abitur
1989 - 1990 Zivildienst im Diakonischen Werk in Neuendettlsau/Mfr.,
Betreuung geistig und körperlich behinderter Menschen

Studium

Nov. 1991 Aufnahme des Studiums der Gartenbauwissenschaften an der
TU München-Weihenstephan
Nov. 1993 Abschluss des Vordiploms
Aug. 1997 – Aug. 1998 Diplomarbeit an der Bayerischen Landesanstalt für Landtech-
nik: Thema: "Chemisch-stoffliche Qualitätsmerkmale biogener
Festbrennstoffe - Ursachen und Einflussmöglichkeiten"
Aug. 1998 Abschluss der Diplom-Hauptprüfung
Verleihung des akademischen Grades Dipl.-Ing. agr.univ.

Berufliche Tätigkeiten

März 1999 – Aug. 2002 wissenschaftlicher Mitarbeiter an der Bayerischen Landes-
anstalt für Landtechnik in Freising-Weihenstephan, Abteilung
"Verfahrens-, Energie- und Umwelttechnik"
Aug. 2002 – Juni 2005 wissenschaftlicher Mitarbeiter am Technologie- und Förder-
zentrum im Kompetenzzentrum für Nachwachsende Rohstoffe
in Straubing. Projektmanagement im Bereich internationale
Standardisierung biogener Festbrennstoffe
Seit Dezember 2005 Projektmanager bei WIP-Renewable Energies in München.
Koordination und Management von internationalen Projekten
im Bereich "Erneuerbare Energien"