

VEREIN
DEUTSCHER
INGENIEURE

Vergärung organischer Stoffe
Substratcharakterisierung, Probenahme,
Stoffdatenerhebung, Gärversuche

Fermentation of organic materials
Characterisation of the substrate, sampling,
collection of material data, fermentation tests

VDI 4630

Ausg. deutsch/englisch
Issue German/English

Die deutsche Version dieser Richtlinie ist verbindlich.

The German version of this guideline shall be taken as authoritative. No guarantee can be given with respect to the English translation.

Inhalt	Seite	Contents	Page
Vorbemerkung	3	Preliminary note	3
1 Zweck	4	1 Purpose.	4
2 Geltungsbereich	5	2 Scope of application	5
3 Definitionen	5	3 Definitions	5
4 Charakterisierung von Substraten	11	4 Characterization of substrates.	11
4.1 Grundsätze	12	4.1 Basic principles	12
4.2 Charakterisierungsmerkmale	12	4.2 Characterization features.	12
4.2.1 Konsistenz	12	4.2.1 Consistency	12
4.2.2 Zusammensetzung	13	4.2.2 Composition	13
4.2.3 Störstoffe	13	4.2.3 Interferents.	13
4.2.4 Schadstoffe	14	4.2.4 Pollutants	14
4.2.5 Hygiene	14	4.2.5 Hygiene	14
4.2.6 Vergärbarkeit	15	4.2.6 Fermentability	15
4.2.7 Biogasausbeute und -qualität	15	4.2.7 Biogas yield and quality.	15
4.2.8 Juristische Eingruppierung	16	4.2.8 Legal classification	16
4.3 Feste Substrate.	17	4.3 Solid substrates.	17
4.3.1 Homogene feste Substrate	17	4.3.1 Homogeneous solid substrates	17
4.3.2 Inhomogene feste Substrate.	17	4.3.2 Inhomogeneous solid substrates.	17
4.3.3 Aufbereitung	17	4.3.3 Preparation.	17
4.3.3.1 Abtrennung von Störstoffen	17	4.3.3.1 Separation of interferents	17
4.3.3.2 Abtrennung von Schadstoffen	18	4.3.3.2 Separation of pollutants.	18
4.3.3.3 Homogenisierung und Aufschluss	18	4.3.3.3 Homogenization and pulpung	18
4.4 Pastöse und stichfeste Substrate.	18	4.4 Paste-like and spadeable substrates	18
4.5 Flüssige Substrate	19	4.5 Liquid substrates	19

VDI-Gesellschaft Energietechnik

Fachausschuss Regenerative Energien

VDI-Handbuch Energietechnik
VDI-Handbuch Landwirtschaft/Landtechnik

- 5 Probenahme und Probenaufbereitung 19**
 - 5.1 Anwendungsbereich 20
 - 5.2 Probenahme 21
 - 5.2.1 Planung. 21
 - 5.2.2 Durchführung. 25
 - 5.2.2.1 Flüssige Materialien. 26
 - 5.2.2.2 Pastöse bis stichfeste Materialien 27
 - 5.2.2.3 Feste Materialien 27
 - 5.2.2.4 Inhomogene Materialien. 28
 - 5.3 Konservierung und Transport. 28
 - 5.4 Probenaufbereitung 29
- 6 Erhebung von Stoffdaten 31**
- 7 Gärtests – Batch-Verfahren. 44**
 - 7.1 Material und Methoden 45
 - 7.1.1 Gärtestapparaturen 45
 - 7.1.2 Impfschlamm. 50
 - 7.1.3 Probenmenge. 51
 - 7.1.4 Einsatz einer Referenzprobe 53
 - 7.2 Versuchsdurchführung 54
 - 7.3 Auswertung 55
 - 7.4 Untersuchungsbericht bzw. Versuchsprotokoll. 59
- 8 Gärversuche – Kontinuierliche Verfahren . . . 59**
 - 8.1 Methodik 61
 - 8.1.1 Ziele 61
 - 8.1.2 Besonderheiten 61
 - 8.2 Untersuchungsmethode 64
 - 8.2.1 Einfacher kontinuierlicher Gärtest 64
 - 8.2.2 Komplexer kontinuierlicher Gärtest 68
 - 8.3 Versuchsauswertung 71
- Schrifttum. 76
- Anhang A** Probenahmeprotokoll 77
- Anhang B** Probenliste zum Probenahmeprotokoll 81
- Anhang C** Probenaufbereitungsprotokoll 83
- Anhang D** Feuchttransport im Biogas 85
- Anhang E** Batch-Gärttest – Protokoll zur Datenaufzeichnung 87
- Anhang F** Batch-Gärttest – Versuchsauswertung 89
- Anhang G** Kontinuierliche Tests – Analyseprotokoll 91

- 5 Sampling and sample preparation 19**
 - 5.1 Range of application. 20
 - 5.2 Sampling. 21
 - 5.2.1 Planning. 21
 - 5.2.2 Execution 25
 - 5.2.2.1 Liquid materials 26
 - 5.2.2.2 Paste-like to spadeable materials 27
 - 5.2.2.3 Solid materials 27
 - 5.2.2.4 Inhomogeneous materials. 28
 - 5.3 Conservation and transportation. 28
 - 5.4 Sample preparation 29
- 6 Collection of material data 31**
- 7 Fermentation tests: batch procedures 44**
 - 7.1 Material and methods 45
 - 7.1.1 Fermentation test apparatus. 45
 - 7.1.2 Seeding sludge 50
 - 7.1.3 Sample quantity 51
 - 7.1.4 Use of a reference sample. 53
 - 7.2 Test procedure 54
 - 7.3 Evaluation 55
 - 7.4 Analysis report or test record 59
- 8 Fermentation tests: continuous procedures . 59**
 - 8.1 Methodology. 61
 - 8.1.1 Objectives 61
 - 8.1.2 Special aspects 61
 - 8.2 Experimental methods. 64
 - 8.2.1 Simple continuous fermentation test. 64
 - 8.2.2 Complex continuous fermentation test. 68
 - 8.3 Interpretation of test results 71
- Bibliography. 76
- Annex A** Sampling record 79
- Annex B** List of samples for sampling record . . 82
- Annex C** Sample preparation record. 84
- Annex D** Transportation of moisture in the biogas 86
- Annex E** Batch fermentation test: record for data recording 88
- Annex F** Batch fermentation test: interpretation of test results 90
- Annex G** Continuous fermentation tests: analysis record 92

Vorbemerkung

Die Produktion und Nutzung von Biogas hat in den letzten Jahren infolge des Erneuerbare-Energien-Gesetzes (EEG) deutlich zugenommen. Dies gilt sowohl für Anlagen mit Co-Fermentation (das heißt gemeinsame Vergärung von Stoffströmen unterschiedlicher Herkunft) als auch für Systeme zur Monovergärung bestimmter Stoffströme (z.B. Gülle). Bei der Auslegung und der betrieblichen Optimierung derartiger Anlagen werden dabei im Allgemeinen die Betriebsergebnisse aus entsprechenden Gär- und anderen Versuchen – zusammen mit Daten und Informationen sowie von Erfahrungswissen aus vorhandenen Anlagen – herangezogen.

Die Ergebnisse der bisher im Labor durchgeführten Vergärungsversuche sind jedoch nicht ohne weiteres interpretierbar, da oft jeweils unterschiedliche Versuchsbedingungen zu Grunde gelegt werden und bestimmte Begriffe bisher zum Teil nicht klar voneinander abgegrenzt sind. Zum Anderen sind die von verschiedenen Institutionen erarbeiteten und teilweise auch publizierten Ergebnisse bestimmter die vergärungstechnischen Eigenschaften der verfügbaren Substrate kennzeichnenden Größen – wegen oft unterschiedlicher Methoden und Verfahren, ein- und dieselbe Stoffkenngröße zu messen – meist nicht direkt vergleichbar. Hinzu kommt, dass die Biogassubstrate von verschiedenen Personen oft unterschiedlich beschrieben werden und dadurch eine zielorientierte Kommunikation zwischen dem Verarbeiter und dem Lieferanten derartiger Stoffe erschwert wird. Als weiteres Problemfeld kommt hinzu, dass nur dann vergleichbare Ergebnisse erzielt werden, wenn nach einheitlichen Richtlinien repräsentative Proben aus den jeweiligen Stoffströmen genommen werden.

Diese Unzulänglichkeiten oder diese oft gegebene Nichtvergleichbarkeit der Ergebnisse behindert eine weitergehende Biogasproduktion und -nutzung und damit die weitere Marktausdehnung in diesem Bereich. Um diesem Missstand abzuweichen, stellt die hier vorliegende Richtlinie Regeln und Vorgaben für die Praxis bereit, die Lösungsansätze und Hinweise für die angesprochenen offenen Punkte bieten. Denn nur wenn Anlagen zur Biogaserzeugung und -nutzung mittelfristig so professionell und erfolgreich wie die etablierten konventionellen energietechnischen Anlagen geplant, gebaut und betrieben werden können – und eine verlässliche Datenbasis zur Beschreibung und Charakterisierung der eingesetzten Stoffströme ist dazu die wesentliche Voraussetzung – wird die Biogastechnologie ihren Platz im deutschen Energiesystem finden können. Dazu soll die vorliegende Richtlinie beitragen.

Preliminary note

In recent years there has been a considerable increase in the production and use of biogas as a result of the Renewable Energy Sources Act. This act applies not only to installations which include co-fermentation (that is, simultaneous fermentation of material flows of different origins) but also to systems for the mono-fermentation of particular material flows (such as semi-liquid manure). In the design and operational optimization of installations of this kind, reference is generally made to the operating results obtained from corresponding fermentation and other tests – together with data and information from existing plants as also the practical experience gained from these.

However, results from the fermentation tests which have so far been conducted in the laboratory cannot simply be interpreted since these tests are often based on different test conditions and in some cases certain terms have not as yet been clearly demarcated from each other. On the other hand, the results obtained by various institutions (some of which have also been published) for certain parameters characterizing the fermenting properties of the substrates available cannot in most cases be compared directly – this is on account of the frequently different methods and procedures used for measuring one and the same material parameter. In addition it should be mentioned that biogas substrates are often described differently by different people, thus making it more difficult for the processor and the supplier of such materials to communicate efficiently. Another problem area is that it is not possible to obtain comparable results unless samples defined as representative by standard guidelines are taken from the corresponding material flows.

These shortcomings and the frequent non-comparability of results constrain a more extensive biogas production and utilization and thus hinder further expansion of the market in this sector. As a contribution to remedying this unfortunate situation the present guideline provides rules and instructions for practical use which offer possible solutions for and information about the unresolved questions addressed. Not until installations for biogas generation and utilization can be planned, constructed and run in the medium term as professionally and successfully as the established conventional energy installations – and here a reliable database permitting description and characterization of the material flows used is the essential precondition – biogas technology will be able to find its place in Germany's energy system. This guideline seeks to make a contribution to achieving this goal.

Allen ehrenamtlichen Mitarbeitern dieser Richtlinie sei auf diesem Wege gedankt.

1 Zweck

Die Richtlinie VDI 4630 vermittelt Regeln zur Beurteilung der Vergärbarkeit von organischen Stoffen und der notwendigen Ausrüstung der entsprechenden Versuchsanordnungen. Zuvor werden jedoch wesentliche Begriffe definiert. Hinzu kommt, dass die Richtlinie Hinweise zur Charakterisierung – und damit zur Beschreibung – der Substrate gibt und Vorgaben macht, wie bestimmte die Substrate kennzeichnenden Größen nach dem gegenwärtigen Stand des Wissens und der Wissenschaft jeweils zu messen sind, um eine Vergleichbarkeit zu gewährleisten. Zusätzlich werden noch Hinweise gegeben, wie aus den unterschiedlichen verfügbaren Stoffströmen eine repräsentative Probe genommen werden sollte. Zusammengefasst werden damit in der hier vorliegenden Richtlinie folgende Aspekte behandelt:

- **Definitionen**
Wesentliche Begriffe, die im Bereich der Biogasproduktion und -nutzung immer wieder verwendet werden, sind hier kurz definiert; damit soll sichergestellt sein, dass von allen Beteiligten bestimmte Begriffe mit der gleichen Bedeutung verwendet werden.
- **Charakterisierung der Substrate**
Durch eine allgemeine Charakterisierung und die Einordnung in bestimmte Gruppen können die Möglichkeiten einer grundsätzlichen Vergärbarkeit eines organischen Stoffes abgeschätzt werden. Zudem ergeben sich wichtige Hinweise zur Handhabung des Stoffes und zu Besonderheiten, die bei der Planung einer Biogasanlage, in der solche Stoffe eingesetzt werden sollen, beachtet werden müssen.
- **Probenahme und Probeaufbereitung**
Art und Weise der Probenahme und -aufbereitung bilden die wesentliche Basis für eine nachvollziehbare Untersuchung eines organischen Stoffes. Grundregeln und eine standardisierte Vorgehensweise werden beschrieben.
- **Ermittlung von Stoffdaten**
Die chemische Analyse eines organischen Stoffes erlaubt eine weitreichende Beurteilung der potenziellen Vergärbarkeit. Dazu werden geeignete Analysemethoden vorgeschlagen und bewertet.

All honorary members of the guideline committee be given thanks this way.

1 Purpose

Guideline VDI 4630 provides rules for assessing the fermentability of organic materials and the necessary equipment and apparatus required for the corresponding test set-ups. Before this area is tackled, however, definitions of important terms are provided. In addition, this guideline will provide information on characterizing – and thus on describing – the substrates and specifies the requirements as to how certain variables characterizing the substrates must be measured in accordance with the current state of knowledge and science if comparability is to be ensured. Furthermore, instructions are also given on how a representative sample should be taken from the various material flows available. In summary, the following aspects are treated in the present guideline:

- **Definitions**
Brief definitions are provided here of the most important terms found in constant use in the field of biogas production and utilization; this should ensure that all parties involved use specific terms in exactly the same way
- **Characterization of the substrates**
Following a general characterization and classification into particular groups the possibilities of a basic fermentability of an organic material can be estimated. This will also yield important information about handling the material and about special factors which need to be taken into consideration in the planning of a biogas installation in which materials of this kind are to be used.
- **Sampling and preparation of samples**
The way in which samples are collected and prepared forms the fundamental basis for a transparent examination of an organic material. The basic rules and a standardized procedure are described.
- **Determination of material data**
Chemical analysis of an organic material allows a far-reaching assessment to be made of its potential fermentability. Suitable analytical methods for this are suggested and evaluated.

- **Batch-Gärtests und kontinuierliche Gärversuche**

Aussagen zur eigentlichen Vergärbarkeit organischer Stoffströme liefern Gärversuche. Je nach Zielsetzung und Möglichkeiten können dabei die Gasausbeute und der Gärverlauf mittels Batch-Gärtests oder kontinuierlicher Gärversuche bestimmt werden. Dazu werden jeweils geeignete Methoden beschrieben.

Die vorliegende VDI-Richtlinie wendet sich an Labors, Planer, Anlagenbauer und Betreiber von Biogasanlagen, die den Einsatz von organischen Stoffen untersuchen wollen.

2 Geltungsbereich

Die vorliegende Richtlinie ist auf alle organischen Stoffe anwendbar, deren Vergärung geprüft werden soll. Der genaue Anwendungsbereich ist bei den einzelnen Abschnitten beschrieben.

3 Definitionen

Abbaugrad in %

Auf den Ausgangsgehalt des →Substrats bezogene Verminderung der Konzentration an organischer Substanz durch anaeroben Abbau.

Abfall

Bewegliche Sache, die im Anhang 1 zum Kreislaufwirtschafts- und Abfallgesetz (KrwAbfG) enthalten ist und deren sich der Besitzer entledigen will.

Ablaufkonzentration

z. B. in $\text{kg}_{\text{oTS}}/\text{m}^3$ oder in kgTS/m^3

Konzentration eines Stoffes im Ablauf (z. B. Gehalt an organischer Trockensubstanz in $\text{kg}_{\text{oTS}}/\text{m}^3$).¹⁾

Ablauffracht

z. B. in $\text{kg}_{\text{oTS}}/\text{d}$ oder in kgTS/d

Aus einer Vergärungsanlage abgeführte Masse pro Zeiteinheit.

Anaerobe Behandlung

Biotechnologischer Prozess unter Ausschluss von Luft(-sauerstoff) mit dem Ziel des Abbaus von Organik unter Gewinnung von →Biogas.

¹⁾ oTS = Organische Trockensubstanz
= Glühverlust

- **Batch fermentation tests and continuous fermentation tests**

Fermentation tests supply information about the actual fermentability of organic material flows. Depending on what objectives have been defined and on what is actually possible, the gas yield and the course of fermentation can be determined by means of batch fermentation tests or continuous fermentation tests. Methods suitable for this are described.

This guideline is directed at those laboratories, planners, plant constructors and operators of biogas installations who wish to examine the use of organic materials.

2 Scope of application

This guideline can be applied to any organic material whose fermentation is to be tested. The precise area of application is described in the particular sections of the guideline.

3 Definitions

Degree of degradation in %

This is the reduction in the concentration of organic substance due to anaerobic degradation expressed relative to the original content of the →substrate.

Waste

Moveable property which is included in Annex 1 of the Circulatory Management and Waste Act (KrwAbfG) and of which the owner wishes to rid himself.

Effluent concentration

For example, in $\text{kg}_{\text{oTS}}/\text{m}^3$ or in kgTS/m^3

The concentration of a material in the effluent (for example, content of organic dry matter in $\text{kg}_{\text{oTS}}/\text{m}^3$).¹⁾

Effluent load

For example, in $\text{kg}_{\text{oTS}}/\text{d}$ or in kgTS/d

The mass discharged from a fermentation installation per unit of time.

Anaerobic treatment

A biotechnological process with exclusion of air (oxygen) whose objective is to degrade organic matter while extracting →biogas.

¹⁾ oTS = organic dry matter = VS-Volatile Solids
= loss of weight on ignition

Anaerobe Abbaubarkeit

Grad der mikrobiellen Umsetzung von →Substraten oder →Co-Substraten, im Allgemeinen ausgedrückt als →Biogasbildungspotenzial.

Batch-Test

Diskontinuierlicher Test, bei dem organische →Substrate oder →Co-Substrate unter definierten anaeroben Bedingungen einer →Vergärung unterzogen werden und bei dem Aussagen zur Vergärbarkeit, →Hemmung und →Gasausbeute gewonnen werden können (siehe auch →Gärtest).

Bioabfall

Aerob oder anaerob zersetzbare →Abfälle wie Nahrungsmittel- und Gartenabfälle, Abfälle aus der Landwirtschaft und organische Abfälle aus Privathaushalten.

Biogas

Gasförmiges Produkt der →Vergärung, das hauptsächlich aus Methan und Kohlenstoffdioxid besteht und je nach →Substrat außerdem Ammoniak, Schwefelwasserstoff, Wasserdampf und andere gasförmige oder verdampfbare Bestandteile enthalten kann.

Biogasausbeute

z.B. in $\ell_N/\text{kg}_{\text{OTS}}$ oder $\ell_N/\text{kg}_{\text{FM}}^{2) 3)}$
Biogasmenge je eingesetzter Substratmenge.

Biogasbildungspotenzial

z.B. in $\ell_N/\text{kg}_{\text{OTS}}$
Maximal mögliche →Biogasausbeute, die aus einer definierten Substratmenge erzeugt werden kann (üblicherweise versuchstechnisch mittels →Batch-Test bestimmt oder aus verkürzten Untersuchungen mittels mathematischer Methoden errechnet).

Biogasmenge

z.B. in ℓ_N
Gebildetes →Biogas in Volumeneinheit.

Biogasrate

z.B. in ℓ_N/d
Produzierte →Biogasmenge pro Zeiteinheit.

Anaerobic degradability

The degree of microbial decomposition of →substrates or →co-substrates, generally expressed as →biogas formation potential.

Batch test

Discontinuous test in which organic →substrates or →co-substrates are subjected to →fermentation under defined anaerobic conditions and in which information can be obtained regarding fermentability, →inhibition and →gas yield (see also →fermentation test).

Biowaste

Aerobically or anaerobically decomposable →wastes such as food and garden waste, agricultural waste and organic waste from private households.

Biogas

Gaseous product of →fermentation which consists primarily of methane and carbon dioxide and which can also contain, depending on the →substrate, ammonia, hydrogen sulphide, water vapour and other gaseous or evaporable components.

Biogas yield

For example, in $\ell_N/\text{kg}_{\text{OTS}}$ or $\ell_N/\text{kg}_{\text{FM}}^{2) 3)}$
Quantity of biogas per quantity of substrate feed.

Biogas formation potential

For example, in $\ell_N/\text{kg}_{\text{OTS}}$
Maximum possible →biogas yield which can be generated from a defined quantity of substrate (in testing, it is normally determined by means of a →batch test or calculated mathematically from the results of abbreviated tests).

Biogas quantity

For example, in ℓ_N
The quantity of →biogas formed in units of volume.

Biogas rate

For example, in ℓ_N/d
The →biogas quantity produced per unit of time.

²⁾ ℓ_N = Normliter, Liter bei Normbedingungen
³⁾ FM = Frischmasse

²⁾ ℓ_N = standard litre, litre under normal conditions
³⁾ FM = fresh mass

Biogasrate, spezifische (Biogasproduktivität)in $\ell_N/(\ell \cdot d)$

Verhältnis der →Biogasrate zum aktiven Arbeitsvolumen des →Fermenters.

Chemischer Sauerstoffbedarf (CSB)in mgCSB/ℓ

Maß für den Gehalt an oxidierbaren Verbindungen im →Substrat.

Co-Fermentation

(hier) Anaerober biotechnologischer Prozess, bei dem ein (Haupt-)→Substrat zusammen mit einem oder mehreren weiteren →Substraten (→Co-Substraten) vergoren wird.

Co-Substrat

Rohstoff für eine →Fermentation/→Vergärung, der jedoch nicht der Rohstoff mit dem prozentual größten Anteil am gesamten zu vergärenden Stoffstrom ist.

Einzelprobe

Probenmenge, die bei einem einzelnen Probenahmevergung entnommen wird; sie ist zeitlich und örtlich eng auf eine Entnahmestelle begrenzt.

Energiepflanzen

Pflanzen, die zum ausschließlichen Zwecke der Energieerzeugung angebaut werden.

Faulung

Ausdruck für →Vergärung (dieser Begriff wird häufig in der Abwasserbehandlung benutzt).

Faulschlamm

Ausgefaulter Klärschlamm (siehe auch →Impf-schlamm).

Fermentation

Biotechnologischer Prozess zur Produktgewinnung.

Fermenter

Reaktor, in dem die →Vergärung (→Fermentation) stattfindet.

Fermentervolumen

Volumen des →Fermenters (Reaktors), in dem die →Vergärung (→Fermentation) stattfindet.

Biogas rate, specific (biogas productivity)in $\ell_N/(\ell \cdot d)$

Ratio of the →biogas rate and the active fermentation volume of the →fermenter.

Chemical oxygen demand (CSB, in English COD)in mgCSB/ℓ

Measure of the content of oxidizable compounds in the →substrate.

Co-fermentation

(Here) an anaerobic biotechnological process in which a (primary) →substrate is fermented together with one or more additional →substrates (co-substrates).

Co-substrate

Raw material for →fermentation which is not, however, the raw material with the highest percentage share of the total material flow to be fermented.

Subsample

Amount of sample which is taken at a single sampling; it is closely limited by time and location to a single sample point.

Energy plants

Plants which are grown solely for the purpose of energy generation.

Digestion

An expression for →fermentation (this term is frequently used in the field of sewage treatment).

Digested sludge

Digested sewage sludge (see also →seeding sludge).

Fermentation

Biotechnological process for producing a product.

Fermenter

A reactor in which →fermentation takes place.

Fermenter volume

The volume of the →fermenter (reactor) in which →fermentation takes place.

Frischmasse (FM)

Masse eines Stoffes oder →Substrates im Originalzustand mit dem natürlichen Wassergehalt.

Gärrückstand

Festes oder flüssiges Material, das nach der →Vergärung verbleibt.

Gärprodukte

Die durch eine →Vergärung entstehenden gasförmigen, flüssigen und festen Stoffe, die einer weiteren Verwertung zugeführt werden können.

Gärtest

Siehe →Batch-Test; Test nach den Empfehlungen der DIN 38414-8 oder, wenn abweichend davon, in genau dokumentierter Form.

Gärverhalten

Art der Entstehung des →Biogases (in der Abwassertechnik als Faulgas bezeichnet) einschließlich der im →Substrat verbleibenden Reststoffe, Rückstände oder Nebenprodukte (an vergärbarem Material und an anderen analytisch per Gesetz nachzuweisenden Substanzen).

Gärversuch

Versuch zur →Vergärung organischen Materials.

Gasausbeute

Siehe →Biogasausbeute.

Gasbildung (GB 21)

z.B. in $\ell_N/\text{kg}_{\text{GOTS}}$ (in 21 d)

→Gasausbeute in einem spezifischen →Batch-Test nach endlicher, definierter Zeit (z.B. Gasbildung GB 21 nach 21 Tagen; siehe Abfall-Ablagerungsverordnung (AbfAbIV)).

Grundmenge

Konkrete zur Untersuchung anstehende Materialmenge, die räumlich und/oder zeitlich abgrenzbar ist.

Hemmung

Behinderung einer →Vergärung durch Schädigung der wirksamen Mikroorganismen oder Verminderung der Wirksamkeit (Aktivität) von Enzymen.

Homogenität/Inhomogenität

Grad der gleichmäßigen/ungleichmäßigen Verteilung eines Merkmalwertes/Stoffes in einer Materialmenge;

Fresh mass (FM)

Mass of a material or →substrate in its original state with its natural water content.

Fermentation residue

Solid or liquid material remaining after →fermentation.

Fermentation products

The gaseous, liquid, and solid materials resulting from →fermentation which can be passed on to further recycling.

Fermentation test

See →batch test; a test which complies with the recommendations of DIN 38414-8 or, if not doing so, which is precisely documented.

Fermentation behaviour

The way in which the →biogas (in waste-water treatment referred to as digester or sewage gas) originates including the substances remaining in the →substrate such as residuals, residues or by-products (as fermentable material and as other substances legally required to be identified by analysis).

Fermentation trial

A test for the →fermentation of organic material.

Gas yield

See →biogas yield.

Formation of gas (GF 21)

For example, in $\ell_N/\text{kg}_{\text{GOTS}}$ (in 21 d)

The →gas yield in a specific →batch test after a finite, defined period of time (for example, gas formation GB 21 after 21 days; see the Waste Disposal Act (AbfAbIV)).

Basic quantity

The actual quantity of material which is available for testing and which can be limited spatially and/or temporally.

Inhibition

Hindering of →fermentation due to damage to the active micro-organisms or to a reduction in the effectiveness (activity) of enzymes.

Homogeneity and inhomogeneity

The degree of homogeneous or inhomogeneous distribution of a characteristic value or material in a

ein Material kann in Bezug auf einen Analyten oder eine Eigenschaft homogen sein, jedoch inhomogen hinsichtlich eines/einer anderen.

Hydraulische Verweilzeit

z.B. in d

Durchschnittliche Aufenthaltszeit des \rightarrow Substrats im \rightarrow Fermenter (Quotient des Arbeitsvolumens zum täglich zugeführten Substratvolumen).

Impf Schlamm (Inokulum)

Mikrobielle Biomasse, die zu Beginn oder zur Beschleunigung einer \rightarrow Vergärung eingesetzt wird; nach DIN 38414-8 \rightarrow Faulschlamm, oder, wenn abweichend davon, in genau dokumentierter Form.

Methanproduktivität, spezifische

in $l_{\text{NCH}_4}/(l \cdot d)$

Verhältnis der pro Zeiteinheit gebildeten Methanmenge zum aktiven Arbeitsvolumen des \rightarrow Fermenters.

Mischprobe

Eine Probe, die durch Vereinigen und Vermischen von \rightarrow Einzelprouben aus einer \rightarrow Grundmenge entstanden ist.

Nachwachsende Rohstoffe (NaWaRo)

Pflanzen, die zum Zwecke der energetischen und/oder stofflichen Nutzung angebaut werden.

Nullprobe (Nullversuch)

Gärversuch mit reinem \rightarrow Impf Schlamm ohne Zusatz von \rightarrow Substrat.

Organischer Trockenmassegehalt

in $g_{\text{OTS}}/\text{kg}_{\text{FM}}$ bzw. $g_{\text{OTS}}/\text{l}_{\text{FM}}$

Der auf die Ausgangsmasse oder das Ausgangsvolumen bezogene Gewichtsverlust (Glühverlust) einer Probe, die nach vorhergehender Trocknung bis zur Gewichtskonstanz bei einer Temperatur von 550 °C verascht wird. Der Gewichtsverlust wird überwiegend, aber nicht ausschließlich, durch organische Inhaltsstoffe verursacht. Flüchtige organische Substanzen, die während der Trocknung bei 105 °C entweichen, werden mit dieser Methode nicht erfasst und müssen separat bestimmt werden.

Organoleptische Probenansprache

Beschreibung der stofflichen Charakteristika durch Wahrnehmung von z.B. Geruch, Färbung, Trübung

quantity of material; a material can be homogeneous with respect to one analyte or one property but inhomogeneous with respect to another.

Hydraulic residence time

For example, in d

Average time for which the \rightarrow substrate remains in the \rightarrow fermenter (quotient of the fermentation volume and the volume of substrate fed in daily).

Seeding sludge (inoculum)

The microbial biomass which is added at the beginning of \rightarrow fermentation or during the course of fermentation to accelerate it; in DIN 38414-8 referred to as \rightarrow digested sludge, or, if differing from this, to be precisely documented.

Methane productivity, specific

in $l_{\text{NCH}_4}/(l \cdot d)$

Ratio of the quantity of methane produced per unit of time and the active working volume of the \rightarrow fermenter.

Composite sample

A sample produced by combining and mixing \rightarrow subsamples from a \rightarrow basic quantity.

Renewable raw materials (NAWARO)

Plants which are grown for the purpose of energy generation and/or use as a material.

Zero sample (zero test)

Fermentation test using pure \rightarrow seeding sludge without any addition of \rightarrow substrate.

Organic dry-weight content

in $g_{\text{OTS}}/\text{kg}_{\text{FM}}$ or $g_{\text{OTS}}/\text{l}_{\text{FM}}$

The weight loss (loss of weight on ignition) with respect to the starting mass or starting volume of a sample which, following drying until a constant weight is reached, is reduced to ashes at a temperature of 550 °C. This weight loss is predominantly but not entirely due to organic constituents. Volatile organic substances which escape during drying at 105 °C are not registered by this method and will need to be determined separately.

Organoleptic (sensory) sample examination

Description of the material characteristics of a sample by perception of, for example, odour, coloration,

oder Konsistenz durch die menschlichen Sinnesorgane.

Probenahme

Art der Entnahme und Vorbereitung von Anteilen des →Substrates oder des Fermenterinhalt, um relevante und repräsentative Aussagen über chemische oder biologische Parameter der Gesamtmenge zu erhalten.

Probenaufbereitung

Herstellung der für eine repräsentative Probe/den Gärversuch erforderlichen Probeneigenschaften durch Separieren, Zerkleinern, Klassieren etc.

Probenlagerung

Art der Überbrückung der Zeit zwischen →Probenahme, →Probenaufbereitung und Nutzung der Probe in chemischen Analysen oder biologischen Tests.

Referenzsubstrat/Referenzprobe

→Substrat mit bekanntem Biogaspotenzial (z.B. mikrokristalline Zellulose).

Repräsentative Probe

Probe, deren Eigenschaften weitestgehend den Durchschnittseigenschaften der Grundmenge des Prüfgutes entsprechen.

Raumbelastung

in $\text{kg}_{\text{OTS}}/(\text{m}^3 \cdot \text{d})$

Verhältnis der →Tagesfracht zum Fermentervolumen.

Sammelprobe

Siehe →Mischprobe.

Schadstoffe

Stoffe, die den Gärprozess hemmen oder die Verwertbarkeit des →Gärproduktes beeinträchtigen.

Schlammbelastung

in $\text{kg}_{\text{OTS}}/(\text{kg}_{\text{OTS}} \cdot \text{d})$

Verhältnis der →Tagesfracht ($\text{kg}_{\text{OTS}}/\text{d}$) zur organischen Trockensubstanz im →Fermenter.

Siedlungsabfälle

Abfälle aus Haushalten sowie andere →Abfälle, die auf Grund ihrer Beschaffenheit oder Zusammensetzung den →Abfällen aus Haushalten ähnlich sind.

turbidity or consistency via the human sense organs.

Sampling

Method in which portions of the →substrate or of the fermenter contents are taken and prepared so as to permit relevant and representative statements to be made regarding chemical or biological parameters of the total quantity.

Sample preparation

Creation of the sample properties required for a representative sample or for the fermentation trial by means of separation, size reduction, sizing (via screens), and so on.

Sample storage

Manner in which the period between the time of →sampling and →sample preparation and the time when the sample is used in chemical analysis or biological tests is bridged.

Reference substrate and reference sample

A →substrate with a known biogas potential (such as microcrystalline cellulose, for example).

Representative sample

A sample whose properties come as close as possible to the average properties of the basic quantity of the material being tested.

Loading rate per unit volume

in $\text{kg}_{\text{OTS}}/(\text{m}^3 \cdot \text{d})$

Ratio of the →daily load to the fermenter volume.

Cumulative sample

See →composite sample.

Pollutants

Substances which inhibit the fermentation process or which impair the utilization of the →fermentation product.

Sludge load

in $\text{kg}_{\text{OTS}}/(\text{kg}_{\text{OTS}} \cdot \text{d})$

Ratio of the →daily load ($\text{kg}_{\text{OTS}}/\text{d}$) and the organic dry matter in the →fermenter.

Residential waste

Waste from households as well as other types of →waste which are similar to household →waste on account of their nature or composition.

Störstoffe

Stoffe, die den Prozess, die Technik oder die Produktqualität stören (z.B. Kunststoff-, Glas-, Metallteilchen und Sand).

Substrat

Rohstoff für eine →Fermentation, hier →Vergärung.

Tagesfracht

z.B. in $\text{kg}_\circ\text{TS/d}$ oder kgTS/d oder kgCSB/d

Täglich in die Vergärungsanlage zugeführte Menge an →Substrat.

Trockensubstanzgehalt, TS

in g/kg , bei hohem Wassergehalt g/l oder % der Gesamtmenge

Gehalt an Substanzen, die bei einer thermischen Wasserentfernung übrig bleiben, z.B. bei Trocknung über 24 Stunden bei 105 °C oder bei Trocknung bis zur Gewichtskonstanz.

Vergärung

Anaerober Prozess, bei dem durch die Tätigkeit von Mikroorganismen oder die Wirkung ihrer Enzyme ein Produkt, hier ein methanhaltiges →Biogas, erzeugt wird.

Zulaufkonzentration

z.B. in $\text{kg}_\circ\text{TS/m}^3$ oder in kgTS/m^3

Konzentration eines Stoffes im Zulauf.

Zulauffracht

z.B. in $\text{kg}_\circ\text{TS/d}$ oder in kgTS/d

Täglich in die Vergärungsanlage eingetragene Masse.

4 Charakterisierung von Substraten

Die Vergärung als biotechnologischer Stoffumwandlungsprozess ist für die verschiedensten Substrate anwendbar. Das Substratspektrum reicht von Brüdenkondensaten über energetisch sehr hochwertige flüssige Glycerinabfälle aus der Biodieselproduktion, welche frei sind von Feststoffen, bis zu inhomogenen Feststoffgemischen, wie getrennt gesammelten Bioabfällen aus Haushalten und Gewerbe.

Substrate für die Vergärung können hinsichtlich ihrer Eignung zur Vergärung und ihrer relevanten stoffspezifischen Eigenschaften charakterisiert werden. Anhand der Charakterisierung soll bereits in erster Näherung abgeschätzt werden können, inwieweit ein Substrat für die Vergärung einsetzbar ist und welche

Interferents

Substances which interfere with the process, the technology or the product quality (such as plastic, glass and metal particles, and sand).

Substrate

Raw material for →fermentation.

Daily load

For example, in $\text{kg}_\circ\text{TS/d}$ or kgTS/d or kgCSB/d

The quantity of →substrate fed daily into the fermentation installation.

Dry matter Total Solids, TS

in g/kg , in the case of a high water content g/l or % of total quantity

Content of substances which are left after thermal removal of water – such as drying for 24 hours at 105 °C or drying until a constant weight is achieved.

Fermentation

An anaerobic process in which a product – in this case, →biogas containing methane – is produced by the activity of micro-organisms or by the effect of their enzymes.

Inflow concentration

For example, in $\text{kg}_\circ\text{TS/m}^3$ or in kgTS/m^3

The concentration of a substance in the inflow.

Inflow load

For example, in $\text{kg}_\circ\text{TS/d}$ or in kgTS/d

The mass fed daily into the fermentation installation.

4 Characterization of substrates

As a biotechnological conversion process, fermentation can be used with the most varied substrates. The palette of substrates ranges from vapour condensates, via liquid glycerin waste (of very high quality from the energy point of view) from biodiesel production and which contains no solids, to inhomogeneous mixtures of solids such as segregated types of bio-waste from households and businesses.

Substrates for fermentation can be characterized as regards their suitability for fermentation and their relevant substance-specific properties. With the aid of this characterization it should already be possible, as a first approximation, to estimate to what extent a substrate can be used for fermentation and what prep-

Aufbereitungs- und Probenahmetechniken für weitere Untersuchungen in Gärtests oder bei der technischen Vergärung des Substrates nötig sind. Eine Übersicht zur Eignung einer Vielzahl von Substraten findet sich beispielsweise im Einheitsblatt VDMA 24435.

4.1 Grundsätze

Die Parameter zur Charakterisierung von Substraten für die Vergärung werden aus der biotechnologischen Eignung, der erforderlichen Aufbereitung oder der juristischen oder abfallrechtlichen Eignung des Substrates für die Vergärung abgeleitet.

Die Notwendigkeit der Aufbereitung ergibt sich z.B. durch enthaltene Stör- oder Schadstoffe oder eine für den Gärprozess ungeeignete Konsistenz der Substrate. Daraus ergeben sich Charakterisierungsmerkmale wie Konsistenz, Struktur, Homogenität sowie Stör- oder Schadstoffgehalt des Substrates.

Ein weiteres wichtiges Charakterisierungsmerkmal ist die chemische Zusammensetzung des Substrats. Daraus können bereits Rückschlüsse auf die Vergärbarkeit sowie den zu erwartenden Gasertrag abgeleitet werden.

Neben den technischen und biotechnologischen Parametern sind bei der Charakterisierung von Substraten für die Vergärung auch juristische Randbedingungen zu beachten. Aus der rechtlichen Eingruppierung eines Substrates z.B. als Abfall oder als tierisches Nebenprodukt leiten sich Charakterisierungsmerkmale wie Hygienestatus oder Verwertbarkeit ab.

Bei der Charakterisierung der Substrate für die Vergärung wird unterschieden zwischen den übergeordneten **Charakterisierungsmerkmalen und Charakterisierungsparametern**, mit denen die einzelnen Charakterisierungsmerkmale beschrieben werden können.

4.2 Charakterisierungsmerkmale

4.2.1 Konsistenz

Für die Vergärung stehen

- flüssige/fließfähige,
- pastöse bis stichfeste und
- feste

Substrate zur Verfügung. Substrate können darüber hinaus in homogener und in heterogener Form vorliegen. Diese Merkmale der Substrate bestimmen den technischen Aufwand für die Probenahme, die Substrataufbereitung und -lagerung sowie die Eignung der Vergärungsverfahren zur Verarbeitung des Substrates.

Preparation and sampling techniques are required for further examinations in fermentation tests or during industrial-scale fermentation of the substrate. A survey of the suitability of a large number of substrates may be found, for example, in the standard instructions sheet VDMA 24435.

4.1 Basic principles

The parameters used for characterizing substrates for fermentation are derived from their biotechnological suitability, the preparatory work required, and from the suitability – either from the general legal point of view or as related to waste disposal legislation – of the substrate for fermentation.

Preparation will be necessary if substrates, for example, contain interferences or pollutants or are of a consistency which makes them unsuitable for the fermentation process. This results in characterization features such as consistency, structure, homogeneity and also the substrate's interference or pollutant content.

Another important characterization feature is the chemical composition of the substrate. From this we can already draw conclusions regarding not only fermentability but also the gas yield to be expected.

In addition to the technical and biotechnological parameters, legal constraints also need to be taken into consideration in the characterization of substrates with regard to fermentation. From the legal classification of a substrate as, for example, waste or as an animal by-product, characterization features such as hygiene status or utilization are derived.

In the characterization of substrates for fermentation, a distinction is drawn between the higher-level **characterization features** and the **characterization parameters** with which the individual characterization features can be described.

4.2 Characterization features

4.2.1 Consistency

For fermentation

- liquid or pourable
- paste-like to spadeable, and
- solid

substrates are available. In addition, substrates can be in homogeneous or in heterogeneous form. These features of the substrates determine the technical effort required for sampling, substrate preparation and storage, as well as the suitability of the fermentation procedure for processing the substrate.

4.2.2 Zusammensetzung

Unter der Zusammensetzung eines Substrates ist dessen chemische Zusammensetzung zu verstehen. Die Grundparameter zur Beschreibung sind

- Chemischer Sauerstoffbedarf (CSB)
- der Wassergehalt oder alternativ
- der Trockensubstanzgehalt (TS) und
- der Gehalt an organischer Trockensubstanz (oTS) (das heißt theoretisch vergärbare Anteil).

Die organische Substanz kann weiter untergliedert werden u. a. in:

- Fette
- Eiweiß
- Kohlenhydrate
- Lignin

Eine Charakterisierung der Substrate ist weiterhin u. a. möglich durch die Parameter:

- Kohlenstoffgehalt (C) (z. B. gemessen als TOC)
- Stickstoffgehalt (N)
- Schwefelgehalt (S)
- Phosphorgehalt (P)
- Magnesiumgehalt (Mg)
- Kaliumgehalt (K)

Anhand dieser Parameter sind erste Aussagen zur prinzipiellen Vergärbarkeit eines Substrates, zu hemmenden Einflüssen und zum Biogasertrag möglich. Das C:N-Verhältnis und C:S-Verhältnis des Substrates erlauben z. B. Aussagen über eine mögliche Produkthemmung durch Ammoniak oder Schwefelwasserstoff im Biogasprozess.

Die Parameter N, P, K und Mg dienen zur Charakterisierung des Substrates hinsichtlich der Vergärbarkeit und bei der Bewertung der Gärprodukte als Dünger sowie bei der Einordnung der Gärprodukte als Düngemittel gemäß Düngemittelverordnung.

4.2.3 Störstoffe

Störstoffe in Substraten zur Vergärung sind Stoffe, welche den Prozess, die Technik oder die Gärproduktqualität stören.

Störstoffe finden sich vorwiegend in Feststoffgemischen, die als Substrate zur Vergärung eingesetzt werden. Störstoffe sind z. B.:

- Schwerstoffe, z. B. Sand, Steine, Glas, Metallteile, Knochen
- Leichtstoffe, z. B. Kunststoffe, Holz, Leder

Art und Menge der Störstoffe im Gärsubstrat sind Grundlage für die Wahl des Vergärungsverfahrens und der Aufbereitungstechnik.

4.2.2 Composition

By the composition of a substrate we mean its chemical composition. The basic parameters used for a description are

- Chemical oxygen demand (CSB, in English COD)
- Water content, or alternatively
- Dry matter Total Solids (TS) and
- the content of organic dry matter (oTS) (in other words, the portion which is fermentable in theory).

The organic substance can be further subdivided into, among other things:

- Fats
- Protein
- Carbohydrates
- Lignin

Another approach to characterization might involve the parameters:

- Carbon content (C) (measured as TOCs, for example)
- Nitrogen content (N)
- Sulphur content (S)
- Phosphorus content (P)
- Magnesium content (Mg)
- Potassium content (K)

With the aid of these parameters the first statements can be made regarding the essential fermentability of a substrate, inhibitory influences, and biogas yield. The C:N ratio and the C:S ratio of the substrate permit conclusions to be drawn concerning, for example, possible product inhibition on account of ammonia or hydrogen sulphide in the biogas process.

The N, P, K and Mg parameters are used for characterizing the substrate with regard to its fermentability and in assessing the fermentation product as fertilizers as well as in classifying the fermentation products as fertilizers in accordance with the Fertilizer Ordinance.

4.2.3 Interferents

Interferents in substrates used for fermentation are substances which interfere with the process, the technology or the fermentation product quality.

Interferents occur predominantly in mixtures of solids which are used as substrates for fermentation. Interferents include, for example:

- Heavy materials such as sand, stones, glass, metal parts, bones
- Light materials such as plastics, wood, and leather

The type and amount of interferents in the fermentation substrate are basic factors in the selection of the fermentation procedure and the preparation method.

4.2.4 Schadstoffe

Schadstoffe, welche den Gärprozess hemmen, sind u. a. biotoxische Substanzen wie z. B.:

- Desinfektionsmittel
- Biozide
- Antibiotika

Biotoxische Substanzen können den Gärprozess empfindlich stören und bei entsprechend hoher Dosierung zum Erliegen bringen. Sie können bei unsachgemäßem Umgang mit z. B. Desinfektionsmitteln in Substrate aus der Nahrungs- und Kosmetikproduktion gelangen. Antibiotika können in Fermentationsrückständen aus der Produktion von Antibiotika und in tierischen Ausscheidungen enthalten sein.

Schadstoffe, welche die Verwertbarkeit der Gärprodukte beeinträchtigen, sind z. B.:

- Schwermetalle
- organische Schadstoffe

Schwermetalle sind normalerweise für den Biogasprozess unschädlich. Die Schwermetallkonzentration, bezogen auf den Trockensubstanzgehalt, steigt durch den biologischen Abbau der Trockensubstanz im Gärprozess proportional zum Abbau der Trockensubstanz an. Gleiches gilt für die organischen Schadstoffe.

Der Gehalt an Schwermetallen in Gärprodukten ist dann von Bedeutung, wenn die Gärprodukte z. B. als Dünger landwirtschaftlich verwertet werden sollen. Die hier zulässigen Schwermetallgrenzwerte regeln die Bioabfall- oder die Klärschlammverordnung.

4.2.5 Hygiene

Ein Teil der Substrate zur Vergärung ist hygienisch bedenklich. Dies trifft u. a. auf tierische Nebenprodukte wie Gülle oder Mist, Abfälle aus Schlachtbetrieben und Speisereste aus Gaststätten und Großküchen zu. In den Gärsubstraten können Parasiten, Viren und andere Krankheitserreger enthalten sein.

Das pathogene Potenzial der Substrate muss bei der Probenahme, beim Probentransport, bei der Probenlagerung, der Probenaufbereitung und der Durchführung von Gärtests besonders beachtet werden.

Durch den Gärprozess findet eine weitgehende Reduzierung pathogener Keime im Substrat statt. Diese ist bei thermophiler Vergärung (ca. 55 °C) besonders ausgeprägt. Bei der Verarbeitung hygienisch bedenklicher Substrate sind deshalb besondere Vorkehrungen zur Vermeidung der Verbreitung pathogener Keime zu treffen. Diese Vorkehrungen betreffen bauliche und organisatorische Maßnahmen in den Bio-

4.2.4 Pollutants

Pollutants which inhibit the fermentation process include biotoxic substances such as:

- Disinfectants
- Biocides
- Antibiotics

Biotoxic substances can severely disrupt the fermentation process and at high enough doses can even stop it entirely. If disinfectants, for example, are not used correctly, pollutants can get into substrates from foodstuffs and cosmetics production. Antibiotics may be found in fermentation residues from the manufacture of antibiotics and in animal excretory products.

Pollutants which can impair the utilization of the fermentation products include:

- Heavy metals
- Organic pollutants

Heavy metals do not normally have a deleterious effect on the biogas process. The heavy metal concentration with respect to the dry matter content increases at a rate proportional to the degradation of the dry matter due to the biological degradation of the dry matter during the fermentation process. The same applies to the organic pollutants.

The heavy metal content in fermentation products will be significant if the fermentation products are to be used, for example, in the agricultural section as fertilizers. The limits permitted here for heavy metals are laid down in the Biowaste and Sewage Sludge Act.

4.2.5 Hygiene

There are some hygiene-related concerns associated with one part of the substrates for fermentation. These include animal by-products such as semi-liquid manure or dung, waste from slaughterhouses, and food waste from restaurants and canteens. These fermentation substrates may contain parasites, viruses, or other pathogens.

The pathogenic potential of the substrates must be taken into particular consideration in sampling, transportation of samples, sample storage, sample preparation, and in carrying out fermentation tests.

The fermentation process itself brings about a considerable reduction of the pathogens in the substrate. This is particularly marked in the case of thermophilic fermentation (approx. 55 °C). When substrates associated with health issues are processed, special precautions will therefore need to be taken to prevent the transmission or dispersal of pathogens. These precautions concern building- and organiza-

gasanlagen sowie die Prozessführung und Prozessdokumentation selbst.

4.2.6 Vergärbarkeit

Die Vergärbarkeit von Substraten ist abhängig von der Konsistenz und der Zusammensetzung des Substrats sowie von gegebenenfalls enthaltenen biotoxischen Inhaltsstoffen wie Bioziden und Antibiotika. Unterschieden werden:

- ohne Einschränkung vergärbare Substrate wie z.B. Alkohole oder Glycerin,
- nach mechanischer Aufbereitung und Homogenisierung vergärbare Substrate wie z.B. Bioabfälle aus Haushalten,
- nach chemischer oder physikalischer Aufbereitung vergärbare Substrate, bei denen z.B. durch pH-Änderung toxische Bestandteile zerstört werden müssen oder durch chemischen oder biochemischen Aufschluss das Substrat erst für die Vergärung verfügbar wird,
- bedingt vergärbare Substrate, die erst in Verdünnung oder Mischung mit anderen Substraten vergärbar sind, weil sie z.B. bei einem hohen Stickstoff- oder Schwefelgehalt aufweisen und dadurch bei Monovergärung eine Produkthemmung zu erwarten ist.

Informationen zu der Vergärbarkeit einer Vielzahl von Substraten finden sich im KTBL-Arbeitspapier 249 [16].

4.2.7 Biogausausbeute und -qualität

Die Biogausausbeute ist die Biogasmenge, gemessen bei Normbedingungen (273 K, 1013 hPa; vgl. Abschnitt 7.3), die z.B. je kg Frischmasse des Substrates erzeugt wird. Die Biogausausbeute eines Substrates ist im Wesentlichen vom Gehalt an organischen Verbindungen (u.a. Fette, Eiweiß, Kohlenhydrate) abhängig, welche unter anaeroben Bedingungen biologisch abbaubar sind.

Die Biogausausbeute von Substraten kann von wenigen Litern bis mehr als 1000 ℓ je kg Substrat betragen. Spezifisch sehr hohe Biogaserträge weisen beispielsweise Substrate wie konzentrierte Flotatfette oder Glycerin aus der Biodieselherstellung auf. Der zu erwartende Biogasertrag ist bei der Dosierung von Substrat in Gärversuchen besonders zu beachten.

Die Biogauszusammensetzung ist von der stofflichen Zusammensetzung des Substrates und den Prozessparametern der Vergärung abhängig. Der Methangehalt wird üblicherweise mit Werten von 50 Vol.-% bis 80 Vol.-% gemessen. Bei hohem pH-Wert im Gärmedium bleibt ein vergleichsweise hoher Anteil an

tion-related measures in the biogas installations as well as process control and process documentation themselves.

4.2.6 Fermentability

The fermentability of substrates depends on the consistency and the composition of the substrate as well as on any biotoxic substances they may contain such as biocides and antibiotics. We may distinguish:

- Unqualifiedly fermentable substrates such as alcohols or glycerin, for example
- Substrates which are fermentable following mechanical preparation and homogenization, such as domestic biowaste, for example
- Substrates which are fermentable following chemical or physical preparation in which, for example, toxic components must be destroyed by pH change or where the substrate does not become available for fermentable until it has been chemically or biochemically pulped
- Substrates which are fermentable with qualifications, such as having to be mixed with or diluted by other substrates before becoming fermentable. This is due to them having, for example, a high nitrogen or sulphur content and feedback inhibition thus being expected with mono-fermentation.

Information about the fermentability of a wide variety of substrates may be found in KTBL Working Paper No. 249 [16].

4.2.7 Biogas yield and quality

The biogas yield is the quantity of biogas, measured under standard conditions (273 K, 1013 hPa; cf. Section 7.3), which is, for example, generated with each kilogram of substrate fresh mass. The biogas yield of a substrate basically depends on the content of organic compounds (including fats, protein, carbohydrates) which are biologically degradable under anaerobic conditions.

The biogas yield of substrates may range from a few litres to more than 1000 ℓ per kilogram of substrate. Specifically very high biogas yields are obtained, for example, with substrates such as concentrated flotate fats or glycerin from biodiesel production. Particular attention must be paid to the expected biogas yield when dosing substrate in fermentation trials.

The composition of the biogas depends on the material composition of the substrate and the process parameters of the fermentation. The methane content is usually measured at 50 % to 80 % by volume. If there is a high pH value in the fermentation medium, a comparatively high proportion of carbon dioxide and

Kohlenstoffdioxid und Schwefelwasserstoff im Gärmedium gelöst. Daher wird bei hohem pH-Wert ein vergleichsweise hoher Methangehalt im Biogas gemessen.

Neben dem wertgebenden Hauptbestandteil Methan und dem Begleitgas Kohlenstoffdioxid sind im Biogas weitere Begleitgase in unterschiedlichen Konzentrationen enthalten. Unter den im Biogasreaktor herrschenden Bedingungen enthält das Biogas erhebliche Mengen an Wasserdampf. Die Gastemperatur und insbesondere der Wasserdampfgehalt sind z.B. bei der Bemessung von Biogasleitungen zu beachten.

Als Begleitgase in geringer Konzentration sind Wasserstoff, Schwefelwasserstoff, Ammoniak und diverse Spurengase enthalten. Die Schadgase Schwefelwasserstoff und Ammoniak stammen aus dem Proteinabbau und müssen besonders beachtet werden. Zu Problemen bei der Verwertung des Biogases in Motoren kann es auch kommen, wenn z.B. flüchtige siliziumorganische Verbindungen in den Substraten enthalten sind. Diese können zur Zerstörung der Motoren führen. Siliziumorganische Stoffe können in Substraten aus der Kosmetikindustrie enthalten sein oder über Prozesshilfsmittel wie Entschäumer zugeführt werden.

4.2.8 Juristische Eingruppierung

Die Substrate zur Vergärung können nach juristischen Gesichtspunkten eingruppiert werden in:

- Abfälle
- Abwässer
- Wirtschaftsdünger
- nachwachsende Rohstoffe

Abfälle unterliegen dem Abfallrecht. Daraus resultieren umfangreiche Anforderungen an die Vergärungstechnologie, die Organisation von Betrieben, welche Abfälle vergären und an die Überwachung der Qualität der Gärprodukte und deren Verwertung. Diese Anforderungen sind u. a. in den folgenden Regelwerken definiert:

- EU-Verordnung EGV 1774/02
- Bioabfallverordnung
- Klärschlammverordnung
- Düngemittelverordnung

Abwässer unterliegen dem Wasserrecht. Biogasanlagen zur Vergärung von Abwässern sind in der Regel Bestandteile von betrieblichen Abwasseranlagen. Abwässer, welche in Biogasanlagen vorbehandelt werden, unterliegen keinen speziellen substratbezogenen Regelungen, wie dies im Abfallbereich der Fall ist.

hydrogen sulphide will remain dissolved in the fermentation medium. For this reason with a high pH value, a comparatively high methane content will be measured in the biogas.

In addition to the valuable primary constituent methane and the secondary gas carbon dioxide, the biogas will contain other secondary gases in different concentrations. On account of the conditions prevailing in the biogas reactor the biogas contains considerable quantities of water vapour. The gas temperature and especially the water vapour content must be taken into account when, for example, dimensioning biogas pipework.

Secondary gases at low concentrations include hydrogen, hydrogen sulphide, ammonia and various trace gases. The noxious gases hydrogen sulphide and ammonia originate in protein breakdown and particular attention must be paid to them. Problems can also arise in utilization of the biogas in engines if the substrates contain volatile organosilicon compounds, for example. These may cause permanent damage to engines. Organosilicon materials can be present in substrates from the cosmetics industry or be input via process additives such as defoaming agents.

4.2.8 Legal classification

Substrates for fermentation can be classified on the basis of legal considerations into:

- Waste
- Waste-water
- Farmyard manure
- Renewable raw materials

Waste is subject to waste legislation which lays down a wide range of requirements applicable to the fermentation technology, to the organization of companies involved in fermenting waste, and to the monitoring of the quality of fermentation products and their utilization. These requirements are defined in the following regulatory instruments:

- EC ordinance EGV 1774/02
- Biowaste ordinance
- Sewage sludge ordinance
- Fertilizer ordinance

Waste-water is subject to water legislation biogas installations for the fermentation of waste-water usually form part of sewage treatment plants. Waste-water which has been pre-treated in biogas installations is not subject to any special substrate-related regulations, such as is the case in the waste-processing sector.

Die Biogaserzeugung und dessen Verstromung aus gezielt angebauten nachwachsenden Rohstoffen wird nach dem Erneuerbare-Energien-Gesetz (EEG) gefördert und gewinnt deshalb zunehmend an Bedeutung. Bisher bestehen aber noch keine substratspezifischen Regelwerke für nachwachsende Rohstoffe und deren Einsatz in Biogasanlagen.

4.3 Feste Substrate

Unter festen Substraten sind solche zu verstehen, welche üblicherweise als Haufwerke gelagert werden können. Der durchschnittliche Wassergehalt dieser festen Substrate beträgt in der Regel unter 70 Gew.-%. Die festen Substrate können als homogen oder als heterogen zusammengesetzte Substrate vorliegen.

Durch den biologischen Abbau der organischen Substanz reduziert sich der Trockensubstanzgehalt der Substrate. Das feste Substrat wird folglich durch die Vergärung dünnflüssiger und homogener.

4.3.1 Homogene feste Substrate

Homogene feste Substrate sind z.B. nachwachsende Rohstoffe, Silage, Futtermittelabfälle in der Landwirtschaft oder Monochargen aus der Nahrungsmittelproduktion. Die homogenen festen Substrate sind gekennzeichnet durch eine einheitliche stoffliche Zusammensetzung, eine definierte und weitgehend homogene Korngrößenverteilung und die weitgehende Abwesenheit von Störstoffen.

4.3.2 Inhomogene feste Substrate

Inhomogene feste Substrate sind z.B. Bioabfälle aus Haushalten, organische Abfälle von Verbrauchermärkten, die organische Fraktion in Siedlungsabfällen oder auch Stallmist. Sie sind gekennzeichnet durch eine heterogene stoffliche Zusammensetzung, eine undefinierte Korngrößenverteilung und gegebenenfalls einen nennenswerten Störstoffgehalt.

4.3.3 Aufbereitung

Im Folgenden werden grundsätzliche Aspekte der Aufbereitung fester Substrate ausgeführt. Weitergehende Informationen sind beispielsweise im Merkblatt ATV-DVWK M 372 zu finden.

4.3.3.1 Abtrennung von Störstoffen

Störstoffe in Substraten zur Vergärung werden, wenn nötig, vor der Vergärung manuell, mechanisch oder hydromechanisch aus dem Substrat abgetrennt. Inerte Störstoffe führen in den Vergärungsanlagen zur Versandung von Behältern und Reaktoren, zur Ver-

Biogas production from specifically cultivated renewable raw materials and its conversion into electrical power is supported in accordance with the Renewable Energies Act (EEG) and is therefore becoming increasingly important. Even now, however, no substrate-specific regulations exist for renewable raw materials and their utilization in biogas installations.

4.3 Solid substrates

By solid substrates are meant such which can normally be stored in heaps. As a rule the average water content of these solid substrates is less than 70 % by weight. Solid substrates may be present as substrates of homogeneous or of heterogeneous composition.

Biological degradation of the organic substance causes a reduction in the dry matter content of the substrates. Consequently the solid substrate becomes more thin-bodied and homogeneous due to the fermentation.

4.3.1 Homogeneous solid substrates

Homogeneous solid substrates include, for example, renewable raw materials, silage, fodder waste in agriculture, or pre-sorted waste from foodstuffs production. Homogeneous solid substrates are characterized by their uniform material composition, a defined and mostly homogeneous grain size distribution and a near-absence of interferents.

4.3.2 Inhomogeneous solid substrates

Inhomogeneous solid substrates include, for example, biowaste from households, organic waste from shopping centres, the organic fraction in residential waste, and even stable manure. They are characterized by a heterogeneous material composition, an undefined grain size distribution and in some cases a considerable interferents content.

4.3.3 Preparation

In what follows we shall be dealing with basic aspects of the preparation of solid substrates. More detailed information may be found, for example, in ATV-DVWK M 372.

4.3.3.1 Separation of interferents

Interferents in substrates for fermentation are, if necessary, separated manually, mechanically or hydromechanically from the substrate before fermentation. In the fermentation installations, inert interferents result in tanks and reactors sanding up, in pipe block-

stopfung von Rohrleitungen und zu erhöhtem Verschleiß an Zerkleinerungsaggregaten, Rührwerken und Pumpen. Schwerstoffe können z.B. durch Sedimentation aus den Substraten abgetrennt werden.

Leichtstoffe führen in Behältern und Reaktoren zu unerwünschten Schwimmdecken, Zöpfen an Rührwerken und zu Verstopfungen von Rohrleitungen. Die Leichtstoffe können manuell durch Sortierung oder automatisch durch eine nassmechanische Aufbereitung mit Siebung aus den Gärsubstraten abgetrennt werden.

4.3.3.2 Abtrennung von Schadstoffen

Zur Abtrennung von Schadstoffen in Substraten bestehen bisher keine erprobten Verfahren. Zur Vermeidung erhöhter Schadstoffgehalte in den Gärprodukten muss daher nur darauf geachtet werden, ausschließlich Substrate mit geringen Schadstoffkonzentrationen einzusetzen.

Bei der Auswahl der Substrate ist zu beachten, dass durch den Abbau der organischen Substanz bei der Vergärung die absolute Schadstoffmenge in der Regel gleich bleibt, das heißt die trockensubstanzbezogenen Konzentrationen steigen entsprechend dem Abbau der organischen Substanz an. Dies ist insbesondere bei den Schwermetallgehalten zu beachten.

4.3.3.3 Homogenisierung und Aufschluss

Für feste Substrate kann neben der Störstoffabtrennung eine weitergehende Aufbereitung vor der eigentlichen Vergärung erforderlich sein. Eine derartige Aufbereitung hat das Ziel, das Substrat in eine homogene, optimal bioverfügbare und ohne technische Probleme vergärbare Form zu überführen. Die hierzu anwendbaren Verfahren sind arbeits- und energieintensiv, so dass vorher eine entsprechende Kosten-Nutzen-Analyse durchzuführen ist. Die Aufbereitung kann z.B. folgende Verfahrensschritte beinhalten:

- Zerkleinerung
- Homogenisierung
- mechanische Auflösung oder Suspendierung
- Verdünnung, z.B. mit Gärprodukt
- chemischer, biochemischer oder thermischer Aufschluss

4.4 Pastöse und stichfeste Substrate

Pastöse oder stichfeste Substrate sind Substrate, welche eine pastöse bis stichfeste Konsistenz aufweisen. Diese Substrate sind in der Regel homogen und frei von Störstoffen. Pastöse Substrate sind häufig mit geeigneter Technik pumpfähig, müssen vor der Vergärung jedoch aufbereitet, in der Regel verdünnt,

ages and in increased wear in comminution units, mixers and pumps. Heavy substances can, for example, be separated from the substrates by sedimentation.

In tanks and reactors, light substances result in unwanted scum layers, ‘rags’ in mixers, and pipe blockages. Light substances can be separated from the fermentation substrates manually by sorting or automatically by a wet mechanical preparation facility with sieving.

4.3.3.2 Separation of pollutants

So far no tried and tested procedure is available for separating out the pollutants in substrates. For this reason, if higher levels of pollutant content are to be prevented in fermentation products, it is only necessary to ensure that solely substrates with a low concentration of pollutants are used.

It should be considered when selecting the substrates that the degradation of the organic substance during fermentation will not, as a rule, alter the absolute amount of pollutants – in other words, concentrations relative to the dry matter increase correspondingly as degradation of the organic substance proceeds. Particular attention should be paid in this regard to the heavy metal content.

4.3.3.3 Homogenization and pulping

In addition to the separation of interferents, solid substrates may also require more extensive preparation before the fermentation process itself. One preparatory process of this kind aims at making the substrate into a homogeneous, optimally bioavailable form which will ferment without technical problems. The corresponding procedures require a great deal of labour and energy which means that a cost-benefits analysis should be made first. Preparation may, for example, include the following process steps:

- Size-reduction
- Homogenization
- Mechanical disintegration or suspension
- Dilution, for example with fermentation product
- Chemical, biochemical or thermal pulping

4.4 Paste-like and spadeable substrates

Paste-like and spadeable substrates are substrates which have a consistency ranging from paste-like to spadeable. Usually these substrates are homogeneous and free of interferents. Paste-like substrates can frequently be pumped using suitable technology but need to be prepared for fermentation, in most cases

werden. Als pastöse Substrate fallen z.B. Produktionsabfälle aus der Nahrungsmittelindustrie (z.B. Mayonnaise), der Lederverarbeitung (z.B. Leimleder) oder der Kosmetikindustrie (z.B. Hautcreme), häufig in verpackter Form, an.

Pastöse und stichfeste Substrate müssen üblicherweise mit Gärmedium verdünnt werden, damit sie homogen in die Gär suspension eingerührt werden können. Fetthaltige pastöse Substrate können in Verbindung mit faserigen Substraten oder Gärmedien zur Bildung sehr kompakter Schwimmdecken führen.

Pastöse und stichfeste Substrate werden als Zusatzsubstrat in Co-Vergärungsanlagen eingesetzt. Durch den Abbau der organischen Substanz bei der Vergärung verflüssigen sich stichfeste und pastöse Substrate.

4.5 Flüssige Substrate

Die bedeutendsten flüssigen Substrate für die Monovergärung sind neben Wirtschaftsdünger organisch belastete Abwässer und Klärschlämme. Als flüssige Zusatzsubstrate zur Co-Vergärung haben Fettsäuren, Glycerin aus der Biodieselproduktion und Alkohole eine gewisse Bedeutung. Flüssige Substrate enthalten in der Regel keine Störstoffe. Die Handhabung der flüssigen Substrate ist im Vergleich zu festen und pastösen oder stichfesten Substraten einfach.

Eine Aufbereitung flüssiger Substrate ist in der Regel nicht erforderlich. In Einzelfällen, insbesondere bei der Monovergärung von flüssigen Substraten ist die Zugabe von Nährstoffen und Spurenelementen erforderlich.

Flüssige Substrate, insbesondere Gülle, werden in Rührkesselreaktoren häufig als Grundsubstrat für die Co-Fermentation eingesetzt. Spezielle flüssige Substrate werden ebenfalls in der Co-Fermentation und der Klärschlammfäulung zur Steigerung des Biogas ertrages eingesetzt (Glycerin, Fettsäuren). Zur Vergärung von Abwässern werden spezielle Reaktorsysteme mit Biomasserückhaltung eingesetzt.

5 Probenahme und Probenaufbereitung

Probenahme, -transport und -konservierung sowie -aufbereitung sind integraler Bestandteil von Untersuchungen zur Vergärung organischer Stoffe und bestimmen maßgeblich die Qualität der Ergebnisse. Eine detailliert festgelegte, alle Prüfgüter umfassende einheitliche Vorgehensweise, ist dabei nicht möglich; vielmehr muss ein pragmatischer Ansatz in Abhängigkeit von der Art des Prüfgutes und von der Zielstellung des Gärversuches gefunden werden.

by being diluted. Paste-like substrates include, for example, production waste from the foodstuffs industry (mayonnaise, for example), from leather processing (hide shavings, for example) or from the cosmetics industry (skin cream, for example), often in packaged form.

Paste-like and spadeable substrates normally need to be diluted with fermentation medium so that they can be stirred homogeneously into the fermentation suspension. Paste-like substrates containing fats may combine with fibrous substrates or fermentation media to form very compact layers of scum.

Paste-like and spadeable substrates are used as an additional substrate in co-fermentation installations. The degradation of the organic substance during fermentation causes spadeable and paste-like substrates to become free-flowing.

4.5 Liquid substrates

The most important liquid substrates for mono-fermentation, apart from farmyard manure, are organically loaded waste-water and sewage sludges. As liquid additional substrates for co-fermentation, fatty acids, glycerin from biodiesel production and alcohols have a certain importance. Liquid substrate do not usually contain any interferents. In comparison with solid and paste-like or spadeable substrates, handling liquid substrates is a simple matter.

As a rule liquid substrates do not need preparation. In individual cases, particularly in the mono-fermentation of liquid substrates, it may be necessary to add nutrients and trace elements.

Liquid substrates, and semi-liquid manure in particular, are frequently used in stirred-tank reactors as the primary substrate in co-fermentation. Special liquid substrates are also used in co-fermentation and in sewage sludge digestion to increase the biogas yield (glycerin, fatty acids). Special reactor systems with biomass detention are employed for fermenting waste-water.

5 Sampling and sample preparation

Sampling, sample transportation and conservation as well as sample preparation are integral components of testing the fermentation of organic materials and exercise a decisive influence on the quality of the results. It is not possible here to define a comprehensive, detailed standard procedure which covers all types of test specimen – instead a pragmatic approach must be found which will depend on the kind of material being tested and on the objectives defined for the fermentation test.

Im Folgenden werden die wesentlichen Grundregeln zur Durchführung der Probenahme aus unterschiedlichen Stoffen, die zur sachgerechten Probenahme erforderliche technische Ausrüstung und die bei der Dokumentation der Probenahme zu beachtenden Grundsätze beschrieben. Weiterhin werden Regeln aufgezeigt, die bei der Konservierung und beim Transport der entnommenen Proben zur Untersuchungsstelle zu berücksichtigen sind. Schließlich werden die erforderlichen Aufbereitungsverfahren und die zugehörigen Ausrüstungen und die Dokumentation der Aufbereitung dargestellt.

Ziel der Probenahme muss es sein, eine Probe zu gewinnen, die zur Ermittlung der für die Vergärung charakteristischen Merkmale der Grundmenge bezüglich durchschnittlicher Stoffgehalte und physikalischer Parameter weitgehend repräsentativ ist.

Die nachfolgend beschriebene Vorgehensweise soll die Voraussetzungen für eine hinreichende Aussagefähigkeit und Vergleichbarkeit von Gärversuchen für Praxisanlagen gewährleisten. Wissenschaftliche Fragestellungen, beispielsweise nach der Vollständigkeit der Vergärung und entsprechenden Bilanzen mit erhöhten Anforderungen an die Zuverlässigkeit und Vertrauenswürdigkeit, können wesentlich aufwändigere Probenahmestrategien erforderlich machen.

Zunächst werden Empfehlungen zu Probenahmestrategie und -verfahren sowie zur Anzahl und Größe der zu entnehmenden Einzel-, Misch- und Sammelproben in Abhängigkeit von Grundmenge, Konsistenz, Homogenität sowie zur Herstellung von Teilchen- und Stückgrößenverteilungen in Abhängigkeit vom angestrebten Aufschluss des organischen Stoffes gegeben.

Konservierung und Transport von Proben soll sicherstellen, dass bis zu Beginn des Gärversuches die Aktivitätsverluste der gewonnenen Probe so gering wie möglich gehalten werden.

Mit der Aufbereitung der Probe für den Einsatz als Substrat im Gärversuch soll erreicht werden, dass mit möglichst geringem Aufbereitungsaufwand ein Optimum zwischen den Verhältnissen im Bioreaktor in der Praxis und den Möglichkeiten der Versuchsausrüstung erreicht wird.

5.1 Anwendungsbereich

Der Anwendungsbereich erstreckt sich auf Probenahme, Konservierung, Transport und Aufbereitung von zur Vergärung vorgesehenen

- flüssigen,
- pastösen bis stichfesten und
- festen

In what follows we shall present the main ground rules for carrying out sampling of different substances, the technical equipment required for proper sampling, and the basic principles to be observed in documenting sampling. Furthermore, the rules which must be observed in conservation and when transporting the samples to the test location will be described. Finally, we will deal with the necessary preparation procedures and associated equipment and also with documenting the preparation stage.

The aim of sampling has to be to obtain a sample which is on the whole representative for the purpose of determining the features of the basic quantity which are characteristics relevant to fermentation as regards the average substance contents and physical parameters.

The procedure described below should satisfy the requirements for adequate informativeness and comparability of fermentation tests for installations outside the laboratory. More scientifically oriented questions – for example, as to the completeness of fermentation and the corresponding balances with stricter requirements for reliability or credibility – may require considerably more expensive or complex sampling strategies.

First of all, recommendations are made regarding the sampling strategy and procedures as well as the number and size of the subsamples, blended bulk samples and cumulative samples to be taken as a function of the basic quantity, consistency, homogeneity as well as recommendations regarding the production of particle- and piece-size distributions depending on what pulping of the organic material is being sought.

Conservation and transportation of samples should ensure that up until when the fermentation trial starts, the activity losses of the sample obtained should be kept as low as possible.

Preparation of the sample for use as a substrate in the fermentation trial should ensure that with the least possible preparatory effort an optimum should be achieved between conditions in the bioreactor in practice and the possibilities of the test apparatus.

5.1 Range of application

The range of application covers the sampling, conservation, transportation and preparation of

- liquid
- paste-like to spadeable, and
- solid

Materialien (siehe auch Abschnitt 4), die als Substrate in Biogasanlagen insbesondere für die energetische Verwertung zum Einsatz kommen. Im Rahmen der Prüfung zur Vergärung dieser Materialien werden Proben u. a. entnommen aus:

- Behältern
- Rohrleitungen
- Haufwerken
- Schüttungen

Der Anwendungsbereich bezieht sich nicht auf die Probenahme aus Bioreaktoren und von Gärrückständen im Hinblick auf deren landbauliche Verwertung.

5.2 Probenahme

Bei der Varianz der Substrate ist allgemein von stofflich, räumlich und zeitlich variierenden Eigenschaften auszugehen. Sie sind Abbild ihrer homogenen/inhomogenen oder heterogenen Merkmalstrukturen, deren Kenntnis für die Qualität der Probenahme von grundsätzlicher Bedeutung ist.

Während die Forderung nach „Repräsentativität“ bei flüssigen Phasen sowie bei einer einzelnen homogenen Feststoffkomponente noch relativ einfach zu erfüllen ist, ist bei festen Materialien mit steigender Heterogenität und Inhomogenität eine hohe Sachkenntnis erforderlich, um zu einer repräsentativen Probe zu kommen. Die Probenahme muss deshalb von geschultem, zuverlässigem Fachpersonal geplant und durchgeführt werden, das über praktische Erfahrung verfügt und mit der Problemstellung vertraut ist. Die erforderliche Sachkunde ist durch entsprechende Schulungen sicherzustellen. Bereits im Vorfeld sollten die erforderlichen Maßnahmen für Konservierung und Transport vom Beginn der Probenahme bis zum Gärversuch festgelegt werden und das jeweilige Vergärungslabor in die Probenahmeplanung einbezogen werden, um eine qualitätsgesicherte Durchführung der Arbeiten zu gewährleisten. Der prinzipielle Ablauf ist in Bild 1 dargestellt.

5.2.1 Planung

Im Vorfeld der Probenahme sind Fragen zu beantworten zu:

- Ziel und Anlass der Untersuchung
- Herkunft des Materials
- erwartetes Stoffspektrum
- örtliche und zeitliche Schwankungen in der Verteilung des Stoffbestandes
- zu bestimmende Parameter
- erforderliche Arbeitsschutzmaßnahmen

materials intended for fermentation (see also Section 4) which are used as substrates in biogas installations particularly for the purpose of energy recycling. As part of testing fermentation aspects of these materials, among other things, samples are taken from:

- tanks
- pipes
- heaps
- fills

The range of application does not cover sampling from bioreactors or from fermentation residues with regard to their further utilization in agriculture.

5.2 Sampling

Considering the variance of the substrates we may generally assume that their properties will vary materially, spatially and temporally. They are a reflection of their homogeneous/inhomogeneous or heterogeneous feature structures, a knowledge of which is of fundamental importance to the quality of sampling.

Although it is still a relatively simple matter to satisfy the requirement for ‘representativeness’ in the case of liquid phases and of some homogeneous components of solids, solid materials with increasing heterogeneity and inhomogeneity require a high level of technical knowledge before a representative specimen can be arrived at. For this reason, sampling must be planned and carried out by trained, reliable technical specialists who have the corresponding practical experience and who are familiar with the nature of the problem. The specialist knowledge required should be secured by the corresponding training courses. At an early stage the measures required for conservation and transportation, from the start of sampling until the fermentation trial, should be defined and the corresponding fermentation laboratory included in sampling planning so as to ensure a quality-assured performance of the work. The basic procedure is shown in Figure 1.

5.2.1 Planning

In the stage preliminary to sampling, questions should be answered regarding:

- objective of and reason for testing
- origin of the material
- material spectrum expected
- local and temporal fluctuations in the distribution of the stock of material
- parameters to be defined
- occupational safety and health measures required

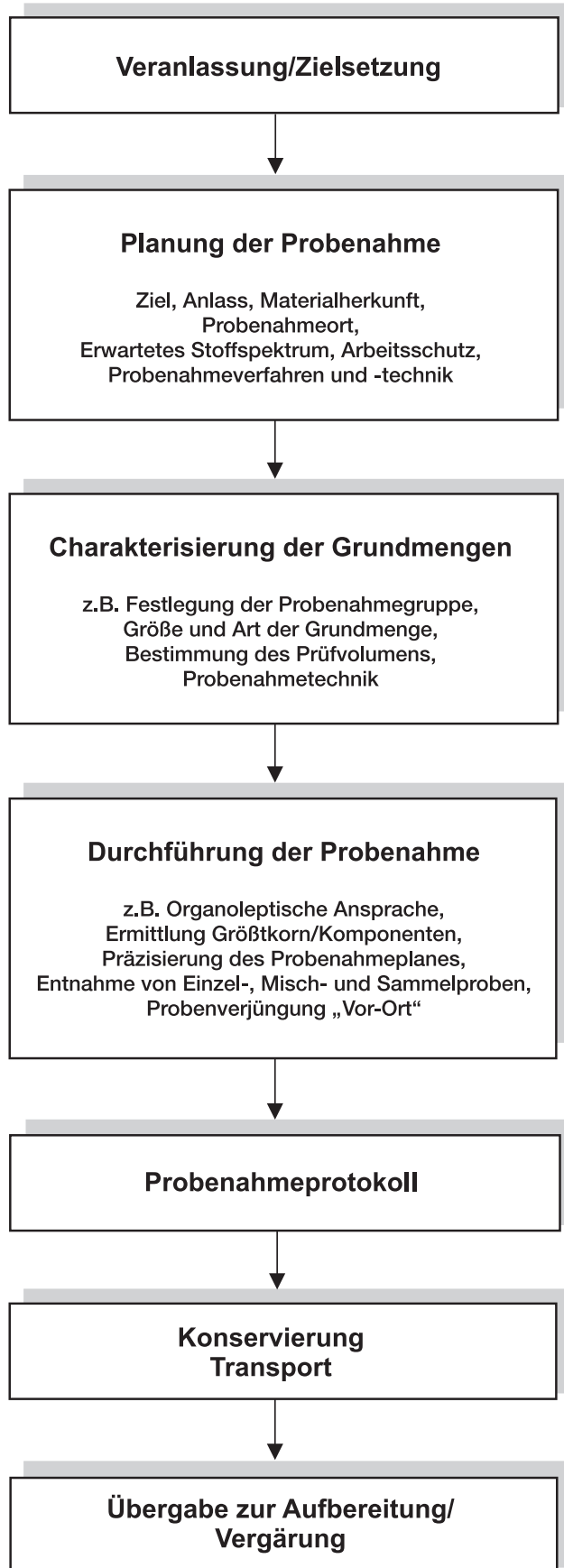


Bild 1. Ablauf der Probenahme

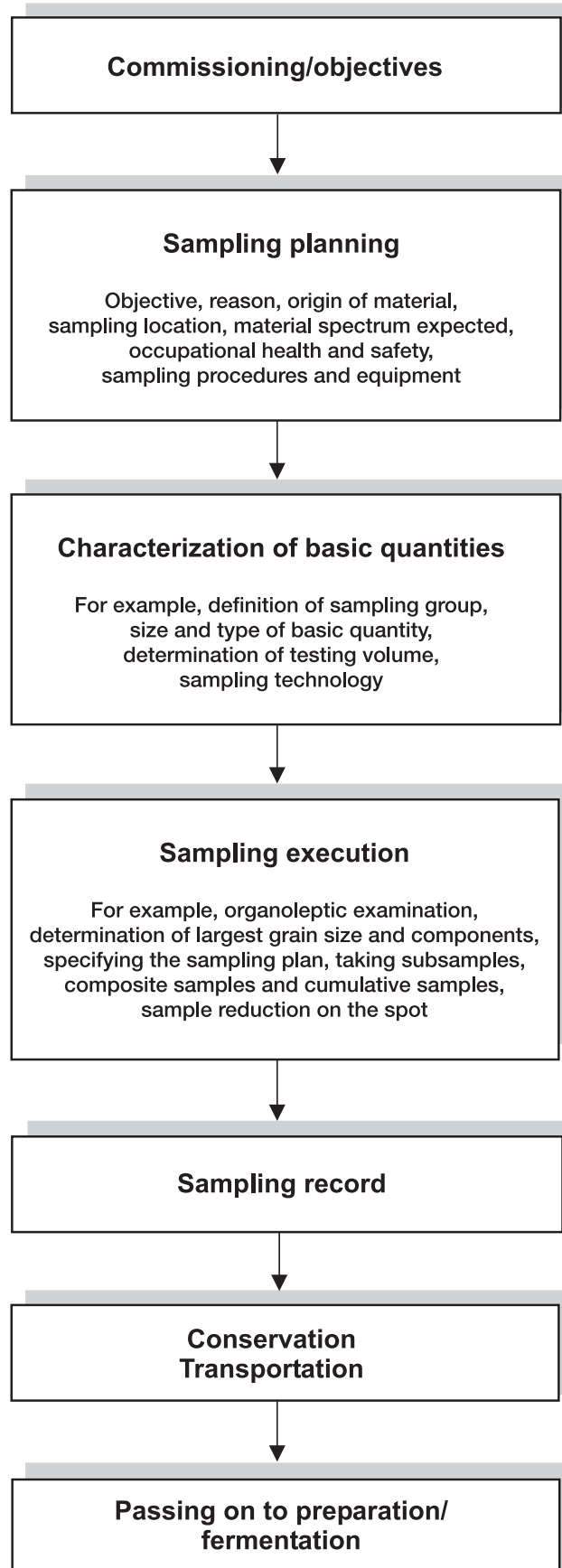


Figure 1. Sampling sequence

Für die spätere Probenahme und die Ausfertigung des Probenahmeprotokolls „Vor-Ort“ ist es notwendig, dass – soweit möglich – Gesichtspunkte zu Art, Umfang und Durchführung bereits vor Beginn der Probenahme festgelegt werden:

- örtliche Gegebenheiten für die Probenahme (z.B. Behälter, Rohre, Haufwerke)
- Konsistenz-/Homogenitäts-Ansprache der Grundmenge
- Bestimmung des Volumens/der Masse
- Korn-/Komponenten-/Stückgröße, Stückigkeit (Form) (gegebenenfalls Zerkleinerung)
- Festlegung der zu beurteilenden Grundmenge
- Festlegung der Anzahl an Einzel-, Misch- und Sammelproben
- gegebenenfalls Änderung/Ergänzung der Probenahmestrategie
- Probenahmeverfahren
- Methoden der Probenahme (z.B. systematische, geschichtete, zufällige)
- Probenahmetechnik
- Ergänzung/Bestätigung der Parameterauswahl

- Verjüngung zur Laborprobe
- Konservierung
- Verpackung und Versand

Bei der Probenahme sind die Vorgaben des Arbeitsschutzes für den Probenehmer zu beachten. Da im Verlauf der Arbeiten auch Schadstoffe freigesetzt werden können, sind technische, organisatorische und persönliche Schutzmaßnahmen erforderlich, um Gesundheitsgefährdungen und Unfallgefahren zu minimieren. Die jeweils geltenden Arbeitsschutzrichtlinien und Unfallverhütungsvorschriften sind zu beachten.

Die Probenahme muss in jedem Falle in einem Probenahmeprotokoll in geeigneter Weise dokumentiert werden. Die Dokumentation sollte standardisiert erfolgen, das heißt gleiche Merkmale müssen auch von unterschiedlichen Bearbeitern gleich beschrieben werden. Das Probenahmeprotokoll dient dem Probenehmer gleichermaßen als Planungsunterlage, als Merkliste und als Nachweis für sein sachgerechtes Vorgehen.

Es sollen nur saubere Probenahmegeräte und Transportgefäße verwendet werden, die aus Materialien bestehen, die eine Beeinflussung des Gärgutes weitgehend ausschließen (PE-Kunststoff, Glas, Edelstahl). Das befüllte Probengefäß ist mit einem wasserfesten Etikett zu versehen, das eindeutige Zuordnungskriterien wie u.a. Projekt-Nr., Art der

For the subsequent sampling and filling out of the sampling record ‘on the spot’ it will be necessary – as far as possible – to define aspects relating to type, scope and performance even before sampling begins:

- local conditions relating to sampling (for example, tanks, pipes, heaps)
- examination of the consistency/homogeneity of the basic quantity
- determination of the volume/the mass
- grain size or component size, chunkiness (shape) (if applicable, size reduction)
- definition of the basic quantity to be evaluated
- definition of the number of subsamples, blended bulk samples and cumulative samples
- if applicable, any modification or addition to the sampling strategy
- sampling procedure
- sampling methods (for example, systematic, stratified, random)
- sampling equipment
- additions to or confirmation of selection of parameters
- reduction down to the laboratory sample
- conservation
- packing and shipping

During sampling, occupational healthy and safety regulations affecting the person taking samples should be observed. Since pollutants can also be released during the course of the work, technical, organizational and personal protective measures will be required in order to minimize health risks or risks of injury. The relevant occupational healthy and safety regulations and accident prevention regulations should be observed.

In all cases sampling must be suitably documented in a sampling record. Documentation should be carried out in a standardized manner – in other words, the same features must be described in the same way, even by different persons. The sampling record serves the sampler equally as a planning document, as a checklist and as documented evidence of his accurate action.

Only clean sampling equipment and transportation containers should be used which are made of materials which to a great extent exclude any influence on the fermentation medium (such as polyethylene, glass, stainless steel). A waterproof label must be affixed to the filled sample container showing the unique identification criteria such as project number,

Probe, Datum und Ort der Probenahme, Name des Probenehmers, Name des Auftraggebers enthält.

Ein Probenahmeprotokoll mit zugehöriger Probenliste ist in Anhang A und Anhang B exemplarisch dargestellt.

5.2.2 Durchführung

Die Grundmengen der zu beprobenden Materialien fallen in unterschiedlicher Konsistenz an und sie können homogen, heterogen oder inhomogen vorliegen. Probenahme-strategie und -verfahren müssen der möglichen Varianz der Materialzusammensetzung angepasst werden. Im Hinblick auf übliche Probenahmemethoden und -techniken und den erforderlichen Aufwand ist die Zuordnung zu einer der folgenden Probenahme-gruppen zweckmäßig:

- flüssige Materialien (Gruppe 1)
 - in Behältern, Silos
 - in Rohrleitungen
- pastöse bis stichfeste Materialien (Gruppe 2)
 - in Absetzbecken
 - als Ablagerungen
- feste Materialien (Gruppe 3)
 - als Haufwerke
 - als Schüttungen
 - als Materialströme auf Transportbändern
 - als Ablagerungen
- inhomogene Materialien (weitgehend unbekannte Zusammensetzung) (Gruppe 4)

Um die Zuordnung zu einer der Probenahme-gruppen vorzunehmen, werden bei unbekanntem Material unter Beachtung einschlägiger Arbeitsschutzvorschriften aus einer ausreichenden Anzahl gleichgroßer Einzelproben an verschiedenen Stellen oder zu verschiedenen Zeiten Eigenschaften wie

- Konsistenz und gegebenenfalls deren Änderung,
- Änderung in der Farbgebung,
- Änderung in der Korn-/Stückformverteilung,
- Änderung der Korn-/Stückgrößenverteilung,
- Geruch, Gasentwicklung

durch organoleptisch-sensorische Ansprache bestimmt. Bei Überschneidungen ist das Material nach Zweckmäßigkeit einer der zutreffenden Gruppen zuzuordnen.

Materialien, die bei der Sichtkontrolle einen makroskopisch homogenen Gesamteindruck vermitteln, die aus einem stofflich einheitlichen Material mit geringem Fremdanteil bestehen, der auch durch Herkunft belegbar ist – wie flüssige und pastöse Stoffe, Stäube, riesel- und schüttfähige Materialien, landwirtschaftlich erzeugte Co-Substrate und halmgutartige Materi-

type of sample, date and location of sampling, name of sampler, name of client.

An example of a sampling record and also of the corresponding samples list will be found in Annex A and B respectively.

5.2.2 Execution

The basic quantities of materials to be sampled occur in different consistencies and may be available in homogeneous, heterogeneous or inhomogeneous form. The sampling strategy and procedures must be adapted to suit the possible variance in material composition. As regards normal sampling methods and techniques and the outlay required for this, it is useful to classify under one of the following sampling groups:

- Liquid materials (Group 1)
 - in containers, silos
 - in pipes
- Paste-like to spadeable materials (Group 2)
 - in sedimentation tanks
 - as deposits
- Solid materials (Group 3)
 - as heaps
 - as fills
 - as material flows on conveyor belts
 - as deposits
- Inhomogeneous materials (of mostly unknown composition) (Group 4)

To enable classification of unknown materials under one of the sampling groups (while observing the relevant occupational health and safety regulations) an adequate number of subsamples of equal size is taken at different locations or at different times. Properties, such as

- consistency and, if applicable, changes in it
- changes in coloration
- changes in grain or piece shape distribution
- changes in the grain or piece size distribution
- odour, gas generation

are determined by means of an organoleptic (sensory) examination. In the event of overlaps, the material should be assigned to that one of the applicable groups which appears most suitable for the purpose.

Materials which under visual inspection give a macroscopically homogeneous overall impression and which consist of a materially uniform substance with a small proportion of foreign material whose origin is also documentable – such as liquid and paste-like materials, dusts, free-flowing and pourable materials, agriculturally produced co-substrates and culm-like

alien aber auch produktionsspezifische Chargen gleicher Herkunft – werden für die Probenahme als homogene Materialien betrachtet.

Die Materialien können aber auch durch Entmischungsvorgänge als heterogene Gemenge/Haufwerke mit variabler Zusammensetzung, Verteilung, Form und Größe der Bestandteile vorliegen, wobei die für die Vergärung entscheidenden Merkmalsparameter inhomogen verteilt vorkommen können und der Homogenitätsgrad material- und merkmalsunabhängig ist. Dies führt dazu, dass in einem anfallenden Material ein Merkmalswert homogen und ein anderer inhomogen verteilt sein kann.

Wurden die Eigenschaften als homogen, flüssig und mischbar ermittelt, kann unmittelbar mit der Entnahme der Sammelprobe begonnen werden. Ist jedoch nach Prüfung der Eigenschaften zu erkennen, dass die zu beprobende Grundmenge aus abgrenzbaren Teilchargen besteht, die z.B. Auffälligkeiten in Größe, Form, Stoffbestand etc. zeigen, sind diese abzutrennen. Für jede Teilmenge müssen dann separate Einzel- oder Mischproben entnommen, getrennt charakterisiert und anschließend entsprechend ihrer Anteile in der Grundmenge und der Zielstellung des Gärversuches zur Sammelprobe vereint werden. Sind keine Teilmengen abgrenzbar, ist ein sinnvolles, fachlich begründetes Vorgehen zur Entnahme von Einzelproben an unterschiedlichen Stellen der Grundmenge erforderlich.

Die Einzelproben von Gruppe 3 und Gruppe 4 sind auf einer geeigneten sauberen Unterlage zu sammeln und anschließend gut durchzumischen. Aus der Mischung wird durch Verjüngen nach dem Viertelungsprinzip die Probemenge auf die für den Gärversuch benötigte Endmenge verjüngt. Dazu breitet man die gut durchmischte Sammelprobe in Form eines Quadrates von gleichmäßiger Schichthöhe aus. Durch zwei diagonale Trennlinien wird das Probematerial in vier gleiche Teilmengen getrennt. Anschließend verwirft man zwei einander gegenüberliegende Viertel. Die beiden verbleibenden Viertel werden wieder sorgfältig gemischt. Der Vorgang ist dann so oft zu wiederholen, bis man zu der gewünschten Endprobe kommt.

5.2.2.1 Flüssige Materialien

Vor der Probeentnahme aus Behältern muss die Flüssigkeit mit Hilfe eines Rührgerätes oder durch Umpumpen intensiv durchgemischt werden. Es soll so lange gerührt und gemischt werden, bis auf der gesamten Oberfläche keine Schwimmschichten und am

materials but also production-specific batches of the same origin – are considered as homogeneous materials for the purpose of sampling.

Due to unmixing processes, however, the materials may take the form of heterogeneous mixtures or heaped material with the components being of variable composition, distribution, shape, and size. Here the feature parameters which are of decisive importance for the fermentation may be distributed inhomogeneously and the degree of homogeneity may be independent of material and features. The result of this is that in a particular material, one feature value may be homogeneously distributed while another is distributed inhomogeneously.

If the properties have been determined as being homogeneous or liquid and mixable, it will be possible to start directly with taking the cumulative sample. If, however, checking the properties reveals that the basic quantity to be sampled consists of demarcatable sub-batches which, for example, exhibit noticeable similarities in size, shape, composition and so on, these should be separated out. For each sub-quantity it will then be necessary to take separate subsamples or blended bulk samples, for them to be characterized separately and then, corresponding to their proportions in the basic quantity or to the objective defined for the fermentation trial, to be added together to make up the cumulative sample. If it is not possible to demarcate any sub-quantities, then a rational, scientifically justified procedure for taking subsamples at different places in the basic quantity will be need to be implemented.

Subsamples of Group 3 and Group 4 should be collected on a suitable, clear surface and then mixed thoroughly. The sampled quantity is reduced to the final quantity required for the fermentation trial by reducing on the quartering principle. To do so, the cumulative sample is mixed thoroughly and spread in the form of a square of even height. Two cuts at right angles to each other are made across the sample to divide it into four equal parts. Two diagonally opposite parts are discarded and the two remaining quarters are then mixed together thoroughly. This procedure is repeated until the desired final sample size is reached.

5.2.2.1 Liquid materials

Before sampling from tanks it is necessary to mix the liquid very thoroughly either with the aid of a mixer/agitator or by repumping. Stirring and mixing should continue until no scum is visible over the entire surface of the tank and no sediment is found at the

Boden keine Absetzschichten mehr erkennbar sind. Dabei sind möglichst noch während des Mischvorganges an mehreren Stellen des Behälters in verschiedenen Tiefen mehrere Teilproben zu entnehmen und zur Sammelprobe zu vereinen. Die manuelle Probenahme erfolgt dabei am besten mit Tauchflaschen, Schöpfbechern oder Schöpfapparaten.

Werden Flüssigkeiten aus Leitungen entnommen, muss darauf geachtet werden, dass das zu untersuchende Material dem in der Leitung transportierten Material entspricht. Probenahmestutzen sind daher vor der Probenahme ausreichend mit der zu untersuchenden Flüssigkeit durchzuspülen und die Einzelproben sind gegebenenfalls zu verschiedenen Zeiten zu entnehmen.

Einzelproben von jeweils ca. 1 ℓ sind bis zu einer Gesamtmenge in Größe des Versuchsreaktors, mindestens jedoch von 10 ℓ, zu entnehmen. Für Gärversuche mit Reaktoren unter 10 ℓ ist aus dieser Sammelprobe nach erneuter guter Durchmischung als Endprobe eine Teilmenge entsprechend der Größe des Versuchsgefäßes zu entnehmen.

5.2.2.2 Pastöse bis stichfeste Materialien

Ist das Probegut homogen, spielen Art und Geschwindigkeit der Einführung des Probenahmegerätes und die Entnahmetiefe keine Rolle. Wenn aber Unterschiede in der Zusammensetzung erfasst werden sollen (z.B. Schichtung in Behältern, Klassierung in Absetzbecken) ist darauf zu achten, dass während der Probenahme keine unerwünschte Durchmischung eintritt. Um eine repräsentative Probe von geschichtetem Probegut (z.B. abgelagerter Stallmist) zu erhalten, sind aus unterschiedlichen Tiefen an mehreren Stellen Teilproben zu entnehmen. Hierzu ist das Probenahmegerät langsam und vorsichtig bis zur gewünschten Tiefe in den Schlammkörper abzusenken. Für diese Art der Probenahme sind nur Schöpfapparate und Schlammstecher verwendbar. Um verschiedene Stellen für die Entnahme von Teilproben zugänglich zu machen, sind gegebenenfalls Rand- oder Deckschichten abzutragen.

5.2.2.3 Feste Materialien

In dieser Gruppe werden staubförmige bis körnige und halmgutartige Materialien zusammengefasst, die bei Sichtkontrolle einen makroskopisch homogenen Gesamteindruck vermitteln und die aus einem stofflich einheitlichen Material mit geringem Fremdanteil bestehen, der auch durch Herkunft belegbar ist.

Bei der Probenahme ist darauf zu achten, dass tatsächlich alle zu untersuchenden Parameter einer homogenen Verteilung entsprechen und dass durch die

bottom of the tank. Several subsamples should be taken, if at all possible before mixing is finished, at several points in the tank and at several depths. These samples should then be added together to make a cumulative sample. Here the best method of taking samples manually is to use bottles, scoops or dippers.

If liquids are to be sampled from pipes, care must be taken that the material being examined is the same as the material transported in the pipe. For this reason, the sampling nozzle must be thoroughly rinsed with the liquid to be examined before samples are taken and, if necessary, the subsamples should be taken at different times.

Subsamples each of about 1 ℓ are taken until a total quantity corresponding to the capacity of the test reactor but not less than 10 ℓ is reached. In the case of fermentation trials using reactors with capacities less than 10 ℓ, this cumulative sample should be mixed thoroughly once again and a quantity taken from it which corresponds to the size of the test vessel – this will be the final sample.

5.2.2.2 Paste-like to spadeable materials

If the sampling material is homogeneous, the manner and speed at which the sampling device is introduced will not matter, nor the depth at which the sample is taken. However, if differences in composition are to be detected (such as layering in tanks, grading in settling tanks, for example) it should be ensured that no unwanted mixing occurs during sampling. To obtain a representative sample of stratified sampling material (such as deposited stable manure), subsamples should be taken at different depths and locations. To do so, the sampling device should be lowered slowly and carefully into the sludge until it reaches the desired depth. Only dippers and sludge borers are suitable for this kind of sampling. It may be necessary to remove surface layers or the like to gain access to different locations for taking subsamples.

5.2.2.3 Solid materials

This group covers materials ranging from dust-like to grainy and culm-like materials of which visual inspection gives a macroscopically homogeneous overall impression and which consist of a materially uniform substance with a low proportion of foreign matter whose origin is also known.

Care should be taken when sampling to ensure that all of the parameters to be investigated have a homogeneous distribution or that this distribution can be cre-

Art der Probenahme diese Verteilung hergestellt werden kann; das heißt gegebenenfalls bekannte durch Transport und Lagerung an der Gesamtmenge entstandene Entmischungen (Korngröße, Feuchte etc.) können durch eine gezielte Probenahme korrigiert werden. Sind diese Entmischungen nicht bekannt oder können sie durch organoleptisch-sensorische Ansprache und Tests nicht eindeutig zugeordnet und durch Probenahme korrigiert werden, sind die Materialien als inhomogen zu betrachten und den inhomogenen Materialien (das heißt Gruppe 4) zuzuordnen. Die Probenahme kann aus dem laufenden Materialstrom zu verschiedenen Zeitpunkten erfolgen oder aus Haufwerken mit Probenahmegeräten wie Bohrstock, Probenstecher, Probenahmespeer und Schneckenbohrer, aber auch mit der Schaufel, erfolgen.

Ausführliche Erläuterungen zur Probenahme aus festen Materialien finden sich im Methodenbuch der Bundesgütegemeinschaft Kompost [8].

5.2.2.4 Inhomogene Materialien

Dieser Gruppe werden alle Materialien zugeordnet, deren Zusammensetzung und Verteilung weitgehend unbekannt sind und die durch organoleptische Beurteilung nicht eindeutig einer der drei vorangegangenen Gruppen zugeordnet werden können. Es handelt sich beispielsweise um biologischen Abfall zur Verwertung oder um Materialien, deren makroskopische Homogenität nicht eindeutig durch eines der oben beschriebenen Probenahmeverfahren herstellbar ist (z.B. frischer Stallmist, gemischte Produktionsabfälle).

Die Herstellung repräsentativer Proben in diesem Bereich ist besonders schwierig und erfordert in Abhängigkeit vom Material und Untersuchungsziel ein jeweils differenziertes auf statistischen Methoden begründetes Herangehen und eine besonders sorgfältige Probenahmestrategie und -protokollierung. Ohne besondere Vorbehandlungen und -prüfungen sind gesicherte Hinweise auf den tatsächlichen Stoffgehalt nicht möglich. Für Probenahme, Probenteilungstechniken, ggf. vorgeschaltete Sortierung und Aufbereitung wird deshalb eine Vorgehensweise, Bilanzierung und Dokumentation entsprechend LAGA PN 98 empfohlen, in der in Abhängigkeit von der Art des Materials unterschiedliche Vorgehensweisen beschrieben werden.

5.3 Konservierung und Transport

Konservierung und Transport von Proben sollen so erfolgen, dass bis zu Beginn des Gärversuches kein Abbau erfolgt. Um zeitlich bedingte chemische und physikalische Veränderungen der Proben weitgehend auszuschließen, sollen Transportgefäße verwendet

ated by the way sampling is carried out; in other words, any segregation of the overall quantity which may be known to occur as the result of transportation or storage (affecting grain size, moisture content, etc.) can be corrected by selective sampling. If the kind of segregation is not known or cannot be unambiguously identified by means of organoleptic examination and testing or corrected by sampling, the materials must be regarded as inhomogeneous and classified under inhomogeneous materials (in other words, Group 4). Samples can be taken from the moving material flow at different points in time or from heaped material not only by means of sampling devices such as the corer, trier or drivepipe, sampling spear and auger, but also with the spade.

Detailed information on taking samples from solid materials may be found in the methodology handbook issued by the Federal Quality Association for Compost [8].

5.2.2.4 Inhomogeneous materials

To this group all materials are assigned whose composition and distribution are mostly unknown and which cannot be readily classified by organoleptic examination under any of the three groups described above. These materials could, for example, be biological waste for recycling or materials whose macroscopic homogeneity cannot be satisfactorily produced by any of the sampling procedures described above (such as fresh stable manure or mixed production waste).

With this group of materials it is particularly difficult to obtain representative samples and, depending on the material and the reason for testing, an approach appropriate to the individual case and which is also properly based in statistical methods will be required, as also a particularly painstaking sampling strategy and record-taking. Without special pre-treatment and pre-testing, it will not be possible to obtain well-founded information as to the real make-up of the material. For sampling, sample-splitting techniques and, if applicable, upstream sorting and preparation, we therefore recommend procedures, balancing, and documentation in accordance with LAGA PN 98, in which various procedures (which depend on the kind of material) are described.

5.3 Conservation and transportation

Samples should be conserved and transported in such a way that no degradation occurs before the commencement of fermentation testing. In order to exclude as far as possible time-related chemical and physical changes in the samples, transportation con-

werden, welche die Einwirkung von Luftsauerstoff, Licht, Wärme, Feuchtigkeit und anderer Medien sowie eine Beeinflussung durch das Behältermaterial selbst auf das Probenahmegut weitgehend ausschließen.

Flüssige Endproben sind in ein geeignetes sauberes und trockenes Transportgefäß mit einer weiten Einfüllöffnung zu füllen. Die durch Verjüngen erhaltenen Endproben pastöser oder fester/stückiger Konsistenz können auch in stabile Plastikbeutel o.Ä. gut verschlossen abgepackt werden.

Die Probe soll kühl bei Temperaturen um 4 °C transportiert und gelagert werden und möglichst unverzüglich dem Gärversuch zugeführt werden. Ist dies nicht möglich oder sollen Rückstellproben über mehrere Wochen gebildet werden, so ist die Probe bei einer Temperatur von –25 °C tiefzufrieren oder zu gefriertrocknen.

Hinweis: Bei der Gefriertrocknung insbesondere pflanzlicher Materialien kann es zum Aufschluss kommen, der Einfluss auf das Gärergebnis hat. Zusätzlich kann es zu Verlusten an flüchtigen Bestandteilen kommen.

5.4 Probenaufbereitung

Eine Probenaufbereitung ist notwendig, wenn die in der Grundmenge vorliegenden Materialeigenschaften einen direkten Einsatz im Gärversuch nicht zulassen. Im Allgemeinen handelt es sich dabei um die Herstellung geeigneter Korngrößen. Im Hinblick auf die Repräsentativität der Probenahme kann es auch sinnvoll sein, die Probenaufbereitung bereits vor der Verjüngung der Sammelprobe durchzuführen (siehe Abschnitt 5.2.2.4).

Das Zerkleinerungsverfahren soll mit möglichst einfachen Mitteln gegebenenfalls schon am Ort der Probenahme realisierbar sein. Um die Ergebnisse aus verschiedenen Gärversuchen vergleichen zu können, wird auf vergleichbare Zerkleinerungsbedingungen auf Partikelgrößen unter 10 mm orientiert. Entsprechend der Apparatur oder einer speziellen Zielstellung des Gärversuches sind Abweichungen von der Verfahrensweise bei der Zerkleinerung notwendig. Dabei ist zu beachten, dass eine mit der Probenaufbereitung verbundene Vergrößerung der Materialoberfläche zu einer Verbesserung des anaeroben Abbaus führen kann. Folglich beeinflussen das Zerkleinerungsverfahren und das dabei erzeugte Kornband das Gärergebnis. Soll der Gärversuch Aussagen zur Abbaukinetik, also zum konkreten Gärverlauf liefern, so muss die Probenaufbereitung möglichst weitgehend den späteren Praxisbedingungen entsprechen.

tainers should be used which as far as possible prevent the sampled material being affected by atmospheric oxygen, by light, heat, humidity or by other media or by being affected by the material of the container itself.

Final samples in liquid form should be poured into a suitable, clean, dry wide-mouthed transportation container. Final samples of paste-like or solid/chunky consistency which have been obtained following quartering can also be packed in well-sealed sturdy plastic bags or the like.

The sample should be transported and stored in a cool state at temperatures around 4 °C and if at all possible sent without delay to fermentation testing. If this is not possible or if reference samples are to be taken over several weeks, the sample should be deep-frozen or freeze-dried at a temperature of –25 °C.

Note: Freeze-drying of plant material in particular may bring about disintegration of the material which will affect the results of fermentation. In addition there may be loss of volatile components.

5.4 Sample preparation

Samples will need to be prepared if material properties present in the basic quantity do not permit direct use in the fermentation test. Generally this preparation will be to produce suitable grain sizes. With regard to the representativeness of sampling it may also make sense to carry out sample preparation even before dividing the cumulative sample (see Section 5.2.2.4).

It should be possible to carry out the size-reduction procedure with the simplest possible equipment at the place where sampling is done. To permit comparison of the results of different fermentation tests, there should be comparable size-reduction conditions aiming at particle sizes of less than 10 mm. It may be necessary to modify size-reduction procedures slightly in the light of the apparatus being used or if the fermentation testing has special objectives. It should be noted here that an increase in the surface area of the material following sample preparation may boost anaerobic degradation. The size-reduction procedure and the range of grain sizes thus produced will consequently influence the fermentation results. If the fermentation test is to supply information about degradation kinetics – in other words, about the actual course of fermentation – sample preparation must correspond as closely as possible to subsequent conditions in practice.

Art und Weise der Probenaufbereitung sind deshalb genau in einem Protokoll (Anhang C) zu dokumentieren. Die aufbereitete Probe ist möglichst unmittelbar dem Gärversuch zuzuführen oder unter den Bedingungen entsprechend Abschnitt 5.3 zu lagern.

Zur Aufbereitung des Substrates für den Gärversuch können exemplarisch die in Bild 2 aufgeführten Arbeitsschritte Anwendung finden.

a) Separieren der Störstoffe

Störstoffe sollten durch sorgfältiges Auslesen vor der weiteren Zerkleinerung abgetrennt werden. Der Anteil der Störstoffe ist bei der Auswertung der Versuche zu berücksichtigen und im Protokoll zu dokumentieren.

For this reason, the way in which samples are prepared must be precisely documented in a written record (Annex C). Once prepared, the sample should be input into the fermentation test as quickly as possible or stored under the conditions described in Section 5.3.

To prepare the substrate for the fermentation test the steps shown by way of example in Figure 2 can be used.

(a) Separating interferences out

Interferents should be removed by careful sorting before further size reduction. The proportion of interferences should be taken into consideration in the evaluation of the tests and documented in the report.

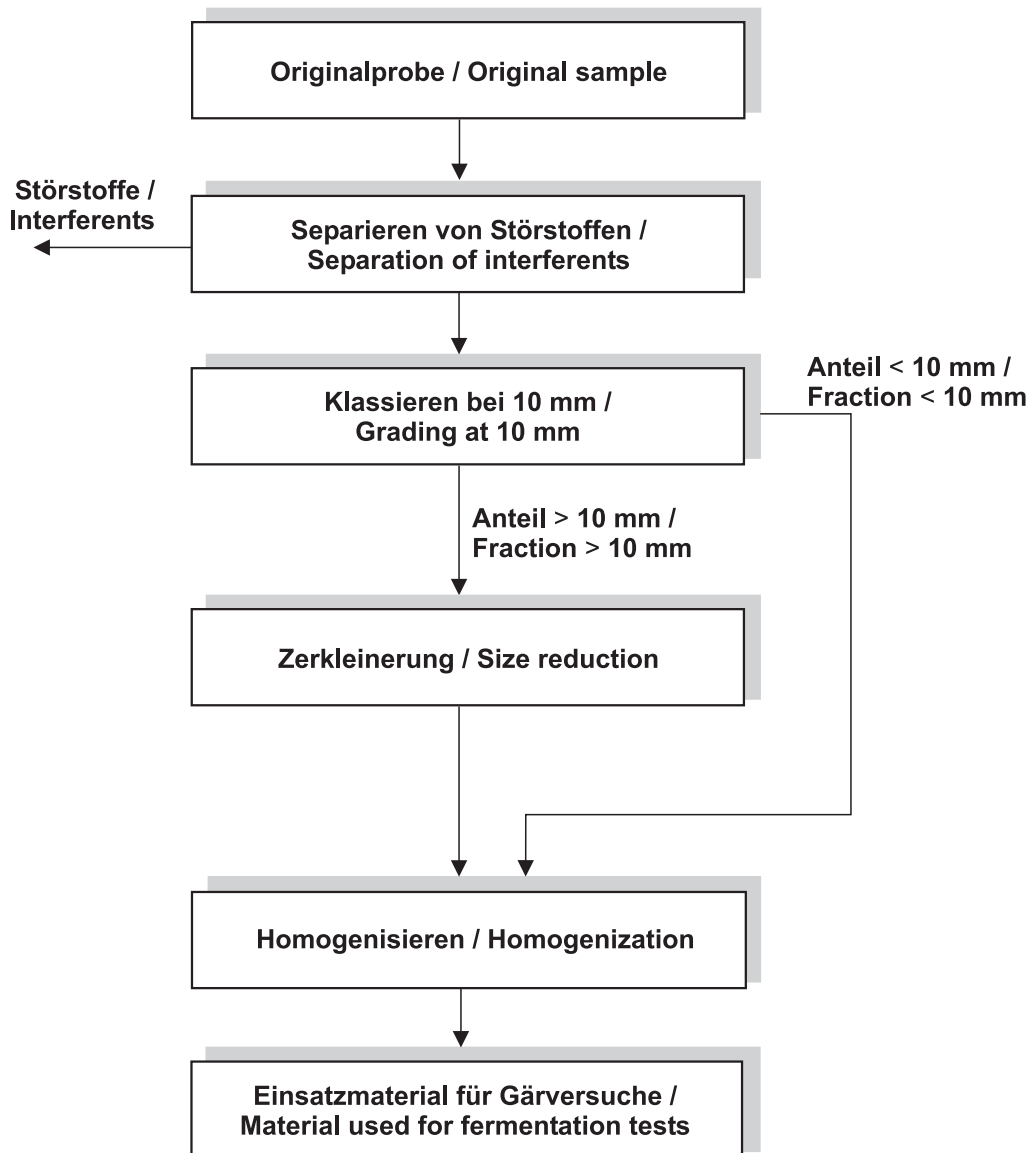


Bild 2. Ablauf der Probenaufbereitung

Figure 2. Procedure of sample preparation

b) Klassierung

Die Gesamtprobe ist beispielsweise mittels eines Siebes mit 10 mm Maschenweite (Quadratloch) in den Anteil < 10 mm und > 10 mm zu klassieren. Die Fraktion > 10 mm ist nochmals auf Störstoffe entsprechend Punkt a) zu überprüfen und zu separieren.

c) Zerkleinerung

Für die Zerkleinerung der Probe wird ein Prüfsieb mit 10 mm Maschenweite (entsprechend DIN ISO 3310-1) und ein Hartholzzyylinder mit ca. 10 mm bis 50 mm Durchmesser verwendet. Die Zerkleinerung erfolgt mittels Durchpressen des Grobmaterials durch das 10-mm-Sieb. Liegt faseriges oder sonstiges schwer zerkleinerbares Material vor, ist durch Zerschneiden, Brechen o.Ä. die Korngröße von < 10 mm zu realisieren. Dabei bestimmt das Zerkleinerungsverfahren wesentlich das Kornband. Bei der Zerkleinerung können durch Erwärmung Verluste an flüchtigen Bestandteilen auftreten.

d) Homogenisierung

Das Material < 10 mm aus der Ausgangsprobe und das zerkleinerte Material entsprechend c) sind in einem geeignetem Rührgefäß zu homogenisieren. Der Homogenisierungsvorgang ist so zu gestalten, dass eine weitere Zerkleinerung der Probeanteile nicht erfolgt. Bei der Flüssigvergärung sollte die Homogenisierung zweckmäßigerweise bereits in der flüssigen Phase der Gärsuspension erfolgen.

6 Erhebung von Stoffdaten

In Tabelle 1 bis Tabelle 3 sind Stoffdaten aufgeführt, die zur Dokumentation von Versuchen zur Bestimmung der anaeroben Abbaubarkeit herangezogen werden können. In Abhängigkeit von der jeweiligen Versuchsart (Batch-Test, kontinuierlicher Versuch) sowie von den Stoffeigenschaften und den Versuchszielen kann die Auswahl der zu bestimmenden Parameter in Art und Umfang stark variieren; die Tabelle kann damit keinen Anspruch auf Vollständigkeit erheben. Es werden beispielhaft geeignete Messverfahren genannt und gegebenenfalls um Erfahrungen und Anmerkungen zur Analytik ergänzt. Außerdem werden Hinweise für die Häufigkeit der Datenerhebung gegeben. Als Hilfestellung für die im Einzelfall zu treffende Auswahl wurden den einzelnen Messgrößen eine generelle und eine spezifische Relevanz zugeordnet. Die Zuweisung dieser Relevanz ist auf langjährige Erfahrungen zurückzuführen und ist als Empfehlung zu verstehen.

(b) Grading

The entire sample should, for example, be size-graded by means of a screen with a 10 mm mesh (square holes) into a fraction smaller than 10 mm and a fraction larger than 10 mm. The fraction larger than 10 mm should be checked once again for interferences as indicated in section (a) and separated out.

(c) Size-reduction

To carry out size-reduction (crushing and grinding, for example) of the sample a test screen with a 10 mm mesh (corresponding to DIN ISO 3310-1) and a hardwood cylinder with a diameter of roughly 10 mm to 50 mm are used. Size-reduction is effected by forcing the coarse material through the 10-mm screen. If there is fibrous material or any other material which is difficult to reduce in size, it should be cut, broken or otherwise processed until a grain size of less than 10 mm is achieved. Here the size-reduction method has a decisive influence on the range of grain sizes. If the material heats up during size reduction, this may cause loss of volatile components.

(d) Homogenization

The material from the initial probe which is smaller than 10 mm and the material which has been size-reduced as described in section (c) should be homogenized in a suitable mixing vessel. The homogenization process should be designed such that there is no further size-reduction in the sample fractions. In the case of liquid fermentation, homogenization should already have been carried out with the liquid phase of the fermentation suspension.

6 Collection of material data

Table 1 to Table 3 provide listings of material data which can be used for documenting tests to determine anaerobic degradability. Depending on the particular type of test (batch test, continuous test) and also on material properties and the objectives of the test, the selection of parameters to be determined may vary greatly in both, type and scope; for this reason the tables can make no claim to completeness. By way of example, suitable measurement procedures are mentioned and these may also be supplemented with practical experience and comments about the analysis. In addition, information is provided regarding the frequency of data collection. As help in making a selection suitable for the individual case, a general and a specific relevance have been assigned to the individual measured variables. Relevance has been assigned on the basis of years of experience and should be regarded as a recommendation.

Tabelle 1. Daten zur vorwiegenden Charakteristik des Ausgangssubstrats (Input)

Messgröße	Messverfahren	Erfahrungen, Anmerkungen	Input		Output		Relevanz	
			Erhebung	Häufigkeit	Erhebung	Häufigkeit ^{*)}	generell ^{**)}	spezifisch ^{***)}
TS, Trockensubstanz	DIN EN 12880 (105 °C)		×	einmalig für jede Probe/Charge, Mehrfachbestimmungen sind grundsätzlich notwendig	×	t/w	A	Be, Ba, P, F
oTS, organische Trockensubstanz	DIN EN 12879 (550 °C)		×		×	t/w	A	Be, Ba, P, F
BSB ₅ , Verdünnungsmethode, Biochemischer Sauerstoffbedarf	DIN EN 1899-1 (H51)		×		×	w/m	B	Ba, P, F
CSB _{hom} , CSB der homogenisierten Probe, Chemischer Sauerstoffbedarf	DIN 38414 (S9)	(bei DIN-Verfahren fallen viele chromsäuere Abfälle an, deshalb alternativ) Mikrotest z. B. Küvettest oder Feldmethode nach <i>Wolf, P.; Nordmann, W.</i> : Korrespondenz Abwasser 24 (1977), S. 277–279 Die Herstellung einer homogenisierten Probe von z. B. nachwachsenden Rohstoffen ist oftmals schwierig und erfordert eine große Sorgfalt bei der Probenaufbereitung und der Analytik. Trotzdem manchmal ungenau.	×		×	t/w	A	P, F
CSB der TS	DIN 38414 (S9) Trocknen der Probe, Zermahlen mittels Keramikmühle, Suspension aus Mahlgut und H ₂ O dest. (Verdünnung)	(bei DIN-Verfahren fallen viele chromsäuere Abfälle an, deshalb alternativ) Mikrotest z. B. Küvettest oder Feldmethode nach <i>Wolf, P.; Nordmann, W.</i> : Korrespondenz Abwasser 24 (1977), S. 277–279 Alternativanalytik zu CSB _{hom} Bei der Bestimmung des TS entweichen pH-Wert-abhängig die flüchtigen organischen Säuren, so dass der anschließend gemessene CSB geringer ausfallen kann als der tatsächliche Wert.	×				B	Be, Ba, P, F
CSB _{filt} , CSB der filtrierten Probe	DIN 38414 (S9)	(bei DIN-Verfahren fallen viele chromsäuere Abfälle an, deshalb alternativ) Mikrotest z. B. Küvettest oder Feldmethode nach <i>Wolf, P.; Nordmann, W.</i> : Korrespondenz Abwasser 24 (1977), S. 277–279	×		×	t/w	B	Be, Ba, P, F
TC, Gesamt-Kohlenstoff	DIN EN 1484 (H3)		×				C	Ba, P, F

Tabelle 1. (Fortsetzung)

Messgröße	Messverfahren	Erfahrungen, Anmerkungen	Input		Output		Relevanz	
			Erhebung	Häufigkeit	Erhebung	Häufigkeit ^{*)}	generell ^{**)}	spezifisch ^{***)}
TOC, gesamter organischer Kohlenstoff	DIN EN 1484 (H3)	Mit zunehmendem Feststoffgehalt als Alternative zur CSB-Bestimmung zu wählen, jedoch ist eine aufwändige/teure Messtechnik erforderlich und eine Ermittlung der theoretischen Methanproduktion ist nicht möglich.	×	einmalig für jede Probe/Charge, Mehrfachbestimmungen sind grundsätzlich notwendig			C	Ba, P, F
Gesamt-Fett (oder: lipophile Stoffe)	DIN 38409-17 (H17)		×				B	P, F
Gesamt-Eiweiß	Abschätzung über Kjeldahl-Stickstoff (KN)	Gesamt-Eiweiß = x · KN (mit: 5,5 < x < 6,25)	×				B	P, F
S _{ges} , Gesamt-Schwefel	DIN EN ISO 11885		×				B	P, F
N _{ges} , Gesamt-Stickstoff	DIN 19684		×				A	Ba, P, F
KN, Kjeldahl-Stickstoff, organischer Stickstoff	DIN EN 25663 (H11) (Abwasser/Schlämme); DIN ISO 11261 (Feststoffhaltige Substrate)		×		×	w/m	B	Be, Ba, P, F
NH ₄ -N, Ammonium-Stickstoff	DIN 38406 (E5)		×		×	w/m	B	Be, Ba, P, F
P _{ges} , Gesamt-Phosphor	DIN EN 1189 (D11)		×				B	Ba, P, F
PO ₄ -P, Ortho-Phosphat	DIN EN 1189 (D11)	An Feststoffen adsorbiertes PO ₄ -P sowie ausgefälltes PO ₄ -P wird bei der Analytik nicht erfasst.	×		×	t/w	C	Ba, P, F
Nährstoffe, Spurenelemente (P, Ca, Mg, S, Co, Fe, Mn, Mo, Ni, Se)	DIN EN ISO 11885		×		×	w/m	B	P, F
Schwermetalle (Cd, Cu, Cr, Hg, Ni, Pb, Zn)	DIN EN ISO 11885		×		×	w/m	B	Be, Ba, P, F
Verdaulichkeitsanalyse	van-Soest-Methode	insbesondere bei Substraten aus dem Agrarbereich, aussagekräftig nur bei Kenntnis der genauen chemischen Zusammensetzung, bei industriellen Substraten gegebenenfalls starke Widersprüche zwischen Verdaulichkeit und Gasproduktion, hoher analytischer Aufwand, in der Regel externe Vergabe	×				C	F
Leitfähigkeit	DIN EN 27888 (C8)		×		×	w/m	C	Ba, P, F

Tabelle 1. (Fortsetzung)

Messgröße	Messverfahren	Erfahrungen, Anmerkungen	Input		Output		Relevanz	
			Erhebung	Häufigkeit	Erhebung	Häufigkeit ^{*)}	generell ^{**)}	spezifisch ^{***)}
AOX, adsorbierbare organische Halogenverbindungen im Wasser	DIN 38414 (S18)	auf Grund von Schwierigkeiten bei der Analytik bisher noch erhebliche Messunsicherheiten	×	einmalig für jede Probe/Charge, Mehrfachbestimmungen sind grundsätzlich notwendig			C	Be, Ba, P
Heizwert, Brennwert	DIN 51900, Kalorimeter		×				C	Be, P, F
Viskosität	Rotationsviskosimeter, Rohrviskosimeter	wichtig für Anlagenplaner und -bauer, jedoch häufig labortechnisch nicht messbar oder fehlerhafte Ergebnisse, Anpassung an die Substratcharakteristik erforderlich (Rotationsviskosimeter z. B. nur für partikelfreie, wässrige Substanzen)	×		×	m	C	Ba, P
Dichte, Schüttdichte	Aerometer, Wägung, Volumenbestimmung		×				C	P, F
Partikelgröße	Siebung (nass oder trocken), Partikelgrößenmessgerät (Laser, nur bei geringen Feststoffgehalten)		×		×	m	C	P, F
Geruch	Olfaktometer, sensorisches Empfinden	wichtig für Großanlagen, Lagerung (Input, Output), Verwertung (Output)	×		×	m	C	Be, P, F

^{*)} t = täglich; w = wöchentlich; m = monatlich

^{**)} A = wichtig, regelmäßige Probenahme; B = weniger wichtig oder längere Probenahmeintervalle (z. B. 1/Woche); C = nur in seltenen Fällen.
Für einzelne Substrate können Gewichtung und Häufigkeit der Analytik unterschiedlich ausfallen!

^{***)} Be = Anlagenbetrieb; Ba = Anlagenbau; P = Planung; F = Forschung

Table 1. Data relating to predominant characteristic of starting substrate (input)

Measured variable	Measurement procedure	Practical experience, comments	Input		Output		Relevance	
			Collection	Frequency	Collection	Frequency ^{*)}	General ^{**)}	Specific ^{***)}
TS, dry matter Total Solids	DIN EN 12880 (105 °C)		×	Once for each sample or batch, multiple determinations required in all cases	×	d/w	A	Be, Ba, P, F
OTS, organic dry matter = VS-Volatile Solids	DIN EN 12879 (550 °C)		×		×	d/w	A	Be, Ba, P, F
BSB ₅ , dilution method, biochemical oxygen demand (in English BOD)	DIN EN 1899-1 (H51)		×		×	w/m	B	Ba, P, F
CSB _{hom} , CSB of the homogenized sample, chemical oxygen demand	DIN 38414 (S9)	(With DIN methods a large amount of chromic acid waste results; for this reason, as an alternative) microtest such as cell test or field method as per <i>P. Wolf and Nordmann, W.</i> , <i>Korrespondenz Abwasser</i> , vol. 24 (1977) pp. 277–279 The production of a homogenized sample of e.g. renewable raw materials is often difficult and requires a large care with the sample preparation and analytics. Nevertheless sometimes inaccurate.	×		×	d/w	A	P, F
CSB of the dry matter (in English COD)	DIN 38414 (S9) Drying of sample, size reduction by means of ceramic grinder, suspension of ground material and distilled water (dilution)	(With DIN methods a large amount of chromic acid waste results; for this reason, as an alternative) microtest such as cell test or field method as per <i>P. Wolf and Nordmann, W.</i> , <i>Korrespondenz Abwasser</i> , vol. 24 (1977) pp. 277–279 Analytical alternative to CSB _{hom} During determination of TS, volatile organic acids escape (depending on pH values) which means that the CCB subsequently measured may turn out lower than the real value	×				B	Be, Ba, P, F
CSB _{filt.} , CSB of the filtered sample	DIN 38414 (S9)	(With DIN methods a large amount of chromic acid waste results; for this reason, as an alternative) microtest such as cell test or field method as per <i>P. Wolf and Nordmann, W.</i> , <i>Korrespondenz Abwasser</i> , vol. 24 (1977) pp. 277–279	×		×	d/w	B	Be, Ba, P, F
TC, total carbon	DIN EN 1484 (H3)		×			C	Ba, P, F	

Table 1. (continued)

Measured variable	Measurement procedure	Practical experience, comments	Input		Output		Relevance		
			Collection	Frequency	Collection	Frequency ^{*)}	General ^{**)}	Specific ^{***)}	
TOC, total organic carbon	DIN EN 1484 (H3)	As the solids content increases, to be selected as an alternative to CSB determination but does require more complex or expensive measurement technique and it is not possible to determine the theoretical methane content	×	Once for each sample or batch, multiple determinations required in all cases			C	Ba, P, F	
Total fats (or lipophile substances)	DIN 38409-17 (H17)		×				B	P, F	
Total protein	Estimated via Kjeldahl nitrogen (KN)	Total protein = $x \cdot KN$ (where $5,5 < x < 6,25$)	×				B	P, F	
S _{ges} total sulphur	DIN EN ISO 11885		×				B	P, F	
N _{ges} total nitrogen	DIN 19684		×				A	Ba, P, F	
KN, Kjeldahl nitrogen, organic nitrogen	DIN EN 25663 (H11) (waste-water, sludges); DIN ISO 11261 (sub- strates containing solids)		×		×	w/m	B	Be, Ba, P, F	
NH ₄ -N, ammonia nitrogen	DIN 38406 (E5)		×		×	w/m	B	Be, Ba, P, F	
P _{ges} total phosphorus	DIN EN 1189 (D11)		×				B	Ba, P, F	
PO ₄ -P, orthophosphate	DIN EN 1189 (D11)	PO ₄ -P absorbed in solids or precipitated PO ₄ -P not registered in the analysis	×		×	d/w	C	Ba, P, F	
Nutrients, trace elements (P, Ca, Mg, S, Co, Fe, Mn, Mo, Ni, Se)	DIN EN ISO 11885		×		×	w/m	B	P, F	
Heavy metals (Cd, Cu, Cr, Hg, Ni, Pb, Zn)	DIN EN ISO 11885		×		×	w/m	B	Be, Ba, P, F	
Digestibility analysis	van Soest method	Particularly with substrates from the agricultural sector is informative only when the precise chemical composition is known; with industrial substrates, on the other hand, may be major contradictions between digestibility and gas production, high analytic outlay, as a rule contracted out.	×					C	F
Conductivity	DIN EN 27888 (C8)		×		×	w/m	C	Ba, P, F	

Table 1. (continued)

Measured variable	Measurement procedure	Practical experience, comments	Input		Output		Relevance	
			Collection	Frequency	Collection	Frequency ^{*)}	General ^{**)}	Specific ^{***)}
AOX, absorbable organic halogen compounds in water	DIN 38414 (S18)	Considerable measurement uncertainties still remain due to difficulties with this analysis	×	Once for each sample or batch, multiple determinations required in all cases			C	Be, Ba, P
Gross calorific value, net calorific value	DIN 51900, calorimeters		×				C	Be, P, F
Viscosity	Rotation viscometer, tube viscometer	Important for installation planners and constructors but frequently not measurable in the laboratory or incorrect results, adaptation to substrate characteristics required (rotation viscometer, for example, only for aqueous substances free of particles).	×		×	m	C	Ba, P
Density, bulk density	Aerometer, weighing, volumetry		×				C	P, F
Particle size	Screening (wet or dry), particle size measurement instrument (laser only in case of low solids contents)		×		×	m	C	P, F
Odour	Olfactometer, sensory perception	Important for large-scale installations, storage (input, output), utilization (output)	×		×	m	C	Be, P, F

^{*)} t = daily, w = weekly, m = monthly

^{**)} A = important, regular sampling; B = less important or less frequent sampling (e.g. once weekly); C = only in seldom cases. For individual substrates weighting and frequency of analysis may differ.

^{***)} Be = installation operation, Ba = plant construction, P = planning, F = research

Tabelle 2. Daten zur vorwiegenden Charakteristik des flüssigen Gärprodukts (Output)

Messgröße	Messverfahren	Erfahrungen, Anmerkungen	Input		Output		Relevanz	
			Erhebung	Häufigkeit	Erhebung	Häufigkeit ^{*)}	generell ^{**)}	spezifisch ^{***)}
pH-Wert	pH-Messkette	insbesondere bei flüssigen Substraten und als Kontrollparameter im flüssigen Gärückstand	×	einmalig für jede Probe/Charge, Mehrfachbestimmungen sind grundsätzlich notwendig	×	t	A	Be, Ba, P, F
Temperatur	Thermometer				×	t	A	Be, Ba, P, F
Säurekapazität/Pufferkapazität/Alkalinität	DIN 38409 (H7)				×	t/w	B	Be, F
Hac _{aq} , wasserdampf-flüchtige organische Säuren als Essigsäure-äquivalent	DIN 38414 (S19)	für den Input zur Ermittlung des Versäuerungsgrades (Hac _{aq} /CSB _{fill}), sowie als Beurteilungskriterium für den Abbaugrad und die Prozessstabilität (Output) Die Umrechnung des Summenparameters „Organische Säuren“ (mmol/l) in Essigsäureäquivalent (mg/l) erfolgt durch Multiplikation mit 60 (g/mol), dem Molgewicht für Essigsäure.	×		×	t/w	B	Be, F
Säurespektrum	Gaschromatographie; Hochleistungschromatographie (HPLC), mit geeigneten Detektoren	für den Input v.a. bei vorversäuerten Substraten, z.B. Silagen, bez. des Outputs v.a. zur Beurteilung der Prozessstabilität	×		×	w/m	C	Be, F
Redoxpotenzial	DIN 38404 (C8)				×	w/m	C	P, F
r', Filtrationswiderstand	Korrespondenz Abwasser 10 (1971), 18. Jahrgang	zur Beurteilung der Entwässerbarkeit des flüssigen Gärprodukts, insbesondere für Anlagenplaner, -bauer und -betreiber			×	m	C	Be, P, F

*) t = täglich; w = wöchentlich; m = monatlich

***) A = wichtig, regelmäßige Probenahme; B = weniger wichtig oder längere Probenahmeintervalle (z.B. 1/Woche); C = nur in seltenen Fällen.
Für einzelne Substrate können Gewichtung und Häufigkeit der Analytik unterschiedlich ausfallen!

****) Be = Anlagenbetrieb; Ba = Anlagenbau; P = Planung; F = Forschung

Table 2. Data relating to predominant characteristic of liquid fermentation products (output)

Measured variable	Measurement procedure	Practical experience, comments	Input		Output		Relevance	
			Collection	Frequency	Collection	Frequency ^{*)}	General ^{**)}	Specific ^{***)}
pH value	pH measuring cascade	Particularly with liquid substances and as control parameter in liquid fermentation residue	×	Once for each sample or batch, multiple determinations required in all cases	×	t	A	Be, Ba, P, F
Temperature	Thermometer				×	t	A	Be, Ba, P, F
Acid capacity, buffering capacity, alkalinity	DIN 38409 (H7)				×	t/w	B	Be, F
Hac _{eqv} , steam-volatile organic acids as acetic acid equivalent	DIN 38414 (S19)	For input for determining the degree of acidification (Hac _{eqv} /CSB _{fill}) and also as evaluation criterion for degree of degradation and process stability (output) Conversion of the empirical parameter 'organic acids' (mmol/l) in acetic acid equivalent (mg/l) done by multiplying by 60 (g/mole), the molecular weight of acetic acid.	×		×	t/w	B	Be, F
Range of acids	Gas chromatography; High-performance liquid chromatography (HPLC) with the appropriate detectors	For input especially with pre-acidified substrates (such as silage) or of output especially for assessing process stability	×		×	w/m	C	Be, F
Redox potential	DIN 38404 (C8)				×	w/m	C	P, F
r', filtration resistance	Korrespondenz Abwasser, vol. 10 (1971), pp. 18th series	For assessing dewatering capability of liquid fermentation product, particularly for installation planners, constructors and operators			×	m	C	Be, P, F

*) t = daily, w = weekly, m = monthly

**) A = important, regular sampling; B = less important or less frequent sampling (e.g. once weekly); C = only in seldom cases.

For individual substrates weighting and frequency of analysis may differ.

***) Be = installation operation, Ba = plant construction, P = planning, F = research

Tabelle 3. Daten zur vorwiegenden Charakteristik des Biogases (Output)

Messgröße	Messverfahren	Erfahrungen, Anmerkungen	Input		Output		Relevanz	
			Erhebung	Häufigkeit	Erhebung	Häufigkeit ^{*)}	generell ^{**)}	spezifisch ^{***)}
Volumen	Eudiometer: (bei Batch-Versuchen), Trommelgaszähler: (bei quasikontinuierlichen Versuchen) Mikrogaszähler: (Gasmengen bis max. 8 l/h)	Auf Grund der (druckabhängigen) Wasserlöslichkeit von CO ₂ ist bei Batchversuchen 6N NaCl als Sperrflüssigkeit in den Eudiometern zu verwenden.		einmalig für jede Probe/Charge, Mehrfachbestimmungen sind grundsätzlich notwendig	×	t	A	Be, Ba, P, F
Druck	Manometer (Batch-Versuche)				×	t	C	F
CH ₄ , CO ₂	Gaschromatographie (bei Batch-Versuchen) Infrarotmessung (bei quasikontinuierlichen Versuchen) Wärmeleitfähigkeitsmessung (nur für orientierende Messungen) CH ₄ -Bestimmung durch alkalisches Auswaschen von CO ₂				×	t	A	Be, Ba, P, F
H ₂ , N ₂	Gaschromatographie, sensorisch Elektrochemische H ₂ -Bestimmung (vor der Messung muss entschwefelt entfernt werden, da Querempfindlichkeit des Sensors zu H ₂ S)				×	w	B	Be, P, F
H ₂ S	elektrochemisch, Gasmessröhrchen, nichtdispersive Ultraviolett-Absorption	sensible Analytik, die Druckgrenze muss niedrig gehalten werden			×	t	A	Be, Ba, P, F
NH ₃	Gasmessröhrchen	wird NH ₃ als Ursache für Schäden an Motoren vermutet, sind häufigere Messungen durchzuführen Messröhrchen sind halbquantitative Tests; bei ihrer Anwendung ist der Messbereich zu beachten und einzuhalten			×	m	C	Be, F
Siloxane	Massenspektroskopie	sehr aufwändig und teuer, deshalb i. d. R. externe Vergabe, wichtig für Großanlagen; Probenahme durch Adsorption an Aktivkohle; Analyse: Desorption von der Aktivkohle mit Toluol und Bestimmung durch Kopplung von Gaschromatographie und Massenspektrometrie			×	m	C	Be, Ba, P, F

*) t = täglich; w = wöchentlich; m = monatlich

***) A = wichtig, regelmäßige Probenahme; B = weniger wichtig oder längere Probenahmeintervalle (z. B. 1/Woche); C = nur in seltenen Fällen.
Für einzelne Substrate können Gewichtung und Häufigkeit der Analytik unterschiedlich ausfallen!

****) Be = Anlagenbetrieb; Ba = Anlagenbau; P = Planung; F = Forschung

Messverfahren	Ausgabe	Titel
DIN EN 12880	2001-02	Charakterisierung von Schlämmen; Bestimmung des Trockenrückstandes und des Wassergehaltes ; Deutsche Fassung DIN EN 12880:2000
DIN EN 12879	2001-02	Charakterisierung von Schlämmen – Bestimmung des Glühverlustes der Trockenmasse ; Deutsche Fassung DIN EN 12879:2000
DIN 38414 (S8)	1985-06	Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Schlamm und Sedimente (Gruppe S); Bestimmung des Faulverhaltens (S 8)
DIN 38414 (S9)	1986-09	Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Schlamm und Sedimente (Gruppe S); Bestimmung des Chemischen Sauerstoffbedarfs (CSB) (S 9)
DIN 38414 (S18)	1989-11	Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Schlamm und Sedimente (Gruppe S); Bestimmung von adsorbierten, organisch gebundenen Halogenen (AOX) (S 18)
DIN 38414 (S19)	1999-12	Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung – Schlamm und Sedimente (Gruppe S); Bestimmung der wasserdampf-flüchtigen organischen Säuren (S 19)
DIN 38404 (C8)		Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung – Physikalische und physikalisch-chemische Kenngrößen (Gruppe C); Bestimmung der elektrischen Leitfähigkeit (C8) <i>Zurückgezogen: Nov. 1993, Nachfolgedokument: DIN EN 27888</i>
DIN EN 27888 (C8)	1993-11	Wasserbeschaffenheit; Bestimmung der elektrischen Leitfähigkeit (ISO 7888:1985); Deutsche Fassung DIN EN 27888:1993
DIN 38406 (E5)	1983-10	Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Kationen (Gruppe E); Bestimmung des Ammonium-Stickstoffs (E 5)
DIN EN ISO 11885	1998-04	Wasserbeschaffenheit; Bestimmung von 33 Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ISO 11885:1996)
DIN ISO 11261	1997-05	Bodenbeschaffenheit; Bestimmung von Gesamt-Stickstoff ; Modifiziertes Kjeldahl-Verfahren (ISO 11261:1995)
DIN 38409 (H17)		Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Summarische Wirkungs- und Stoffkenngrößen (Gruppe H); Bestimmung von schwerflüchtigen, lipophilen Stoffen (Siedepunkt > 250 °C) (H17) ; <i>Zurückgezogen: Feb. 2003, kein Nachfolgedokument</i>
DIN 38409 (H7)	2004-03	Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Summarische Wirkungs- und Stoffkenngrößen (Gruppe H); Bestimmung der Säure- und Basekapazität (H 7)
DIN EN 1189 (D11)	1996-12	Wasserbeschaffenheit; Bestimmung von Phosphor ; Photometrisches Verfahren mittels Ammoniummolybdat; Deutsche Fassung DIN EN 1189:1996
DIN EN 1484 (H3)	1997-08	Wasseranalytik; Anleitungen zur Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC) und des gelösten organischen Kohlenstoffs (DOC) ; Deutsche Fassung DIN EN 1484:1997
DIN EN 1899-1 (H51)	1998-05	Wasserbeschaffenheit; Bestimmung des Biochemischen Sauerstoffbedarfs nach n Tagen (BSB_n) ; Teil 1: Verdünnungs- und Impfvverfahren mit Zugabe von Allylthioharnstoff (ISO 5815:1989, modifiziert); Deutsche Fassung DIN EN 1899-1:1998
DIN EN 25663 (H11)	1993-11	Wasserbeschaffenheit; Bestimmung des Kjeldahl-Stickstoffs ; Verfahren nach Aufschluß mit Selen (ISO 5663:1984); Deutsche Fassung DIN EN 25663:1993
DIN 19684		Bodenuntersuchungsverfahren im Landwirtschaftlichen Wasserbau; Chemische Laboruntersuchungen
DIN 51900		Prüfung fester und flüssiger Brennstoffe; Bestimmung des Brennwertes mit dem Bomben-Kalorimeter und Berechnung des Heizwertes

Table 3. Data relating to predominant characteristic of the biogas (output)

Measured variable	Measurement procedure	Practical experience, comments	Input		Output		Relevance	
			Collection	Frequency	Collection	Frequency ^{*)}	General ^{**)}	Specific ^{***)}
Volume	Eudiometer (with batch tests); drum-type gas meter (with quasi-continuous tests); micro gas meter (gas quantities up to maximum of 8 l/h)	Due to (pressure-dependent) water solubility of CO ₂ , with batch tests 6N NaCl should be used as confining liquid in the eudiometers		Once for each sample or batch, multiple determinations required in all cases	×	t	A	Be, Ba, P, F
Pressure	Manometer (batch tests)				×	t	C	F
CH ₄ , CO ₂	Gas chromatography (batch tests); infrared measurement (with quasi-continuous tests) Thermal conductivity measurement (for orientational measurements only) CH ₄ determined by alkaline washing out of CO ₂				×	t	A	Be, Ba, P, F
H ₂ , N ₂	Gas chromatography, sensory Electrochemical determination of H ₂ (before measurement must be desulphurized since sensor is cross-sensitive to H ₂ S)				×	w	B	Be, P, F
H ₂ S	Electrochemically, gas sample tube, non-dispersive ultraviolet absorption	Sensitive type of analysis so pressure limit must be kept low			×	t	A	Be, Ba, P, F
NH ₃	Gas sample tube	If NH ₃ is suspected as cause of damage to engines, frequent measurements will need to be taken. Sample tubes are semi-quantitative tests; when used, the measurement range should be noted and complied with			×	m	C	Be, F
Siloxane	Mass spectroscopy	Very complex and expensive, so usually con- tracted out, important for large-scale installations; sampling via activated carbon absorption. Analy- sis: desorption from activated carbon by means of toluene and determination by coupling gas chro- matography and mass spectrometry			×	m	C	Be, Ba, P, F

*) t = daily, w = weekly, m = monthly

**) A = important, regular sampling; B = less important or less frequent sampling (e.g. once weekly); C = only in seldom cases.
For individual substrates weighting and frequency of analysis may differ.

***) Be = installation operation, Ba = plant construction, P = planning, F = research

Measurement procedure	Publication date	Title
DIN EN 12880	2001-02	Characterization of sludges – Determination of dry residue and water content ; German version EN 12880:2000
DIN EN 12879	2001-02	Characterization of sludges – Determination of the loss on ignition of dry mass ; German version EN 12879:2000
DIN 38414 (S8)	1985-06	German standard methods for the examination of water, waste water and sludge; sludge and sediments (group S); determination of the amenability to anaerobic digestion (S 8)
DIN 38414 (S9)	1986-09	German standard methods for the examination of water, waste water and sludge; sludge and sediments (group S); determination of the chemical oxygen demand (COD) (S 9)
DIN 38414 (S18)	1989-11	German standard methods for the examination of water, waste water and sludge; sludge and sediments (group S); determination of adsorbed organically bound halogens (AOX) (S 18)
DIN 38414 (S19)	1999-12	German standard methods for the examination of water, waste water and sludge – Sludge and sediments (group S) – Part 19: Determination of the steam-volatile organic acids (S 19)
DIN 38404 (C8)		German standard methods for the examination of water, waste water and sludge – Physical and physical-chemical parameters (group C) – Part 3: Determination of electrical conductivity (C8). <i>Withdrawn: Nov. 1993, replaced by DIN EN 27888: 1993</i>
DIN EN 27888 (C8)	1993-11	Water quality; determination of electrical conductivity (ISO 7888:1985); German version EN 27888:1993
DIN 38406 (E5)	1983-10	German standard methods for the examination of water, waste water and sludge; cations (group E); determination of ammonia-nitrogen (E 5)
DIN EN ISO 11885	1998-04	Water quality – Determination of 33 elements by inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy (ISO 11885:1996); German version EN ISO 11885:1997
DIN ISO 11261	1997-05	Soil quality – Determination of total nitrogen – Modified Kjeldahl method (ISO 11261:1995)
DIN 38409 (H17)		German standard methods for the examination of water, waste water and sludge – General measures of effects and substances (group H) – Determination of slow-evaporating, lipophile substances (boiling point > 250 °C) (H 17) <i>Withdrawn: Feb. 2003 without replacement</i>
DIN 38409 (H7)	2004-03	German standard methods for the examination of water, waste water and sludge – General measures of effects and substances (group H) – Determination of acid and base capacity (H 7)
DIN EN 1189 (D11)	1996-12	Water quality – Determination of phosphorus Photometric procedure by means of ammonium molybdate German version DIN EN 1189:1996
DIN EN 1484 (H3)	1997-08	Water analysis – Guidelines for the determination of total organic carbon (TOC) and dissolved organic carbon (DOC) ; German version DIN EN 1484-1997
DIN EN 1899-1 (H51)	1998-05	Water quality – Determination of biochemical oxygen demand after n days (BOD_n) – Part 1: Dilution and seeding method with allylthiourea acid addition (ISO 5815:1989, modified); German version DIN EN 1899-1:1998
DIN EN 25663 (H11)	1993-11	Water quality; determination of Kjeldahl nitrogen ; method after mineralization with selenium (ISO 5663:1984); German version DIN EN 25663:1993
DIN 19684		Methods of soil investigations for agricultural engineering; chemical laboratory tests
DIN 51900		Testing of solid and liquid fuels – Determination of gross calorific value by the bomb calorimeter and calculation of net calorific value

Die Thematik der Hygienisierung ist nicht Gegenstand von Tabelle 1 bis Tabelle 3. Diesbezüglich wird auf die Grenzwerte und Untersuchungsverfahren der einschlägigen Gesetze und Verordnungen verwiesen, soweit sie auch für die Vergärung organischer Abfälle maßgebend sind.

Mikroskopische und gentechnische Untersuchungen zur Spezifikation der einzelnen an den anaeroben Abbauprozessen beteiligten Mikroorganismenspezies befinden sich aktuell noch im Untersuchungsstadium. Aus diesem Grund sind diesbezügliche Datenerhebungen ebenfalls nicht Bestandteil von Tabelle 1 bis Tabelle 3. Der aktuelle Forschungsstand hierzu kann in der Literatur nachgelesen werden [3; 4; 10; 15].

7 Gärtests – Batch-Verfahren

Nachfolgend wird die Durchführung von Gärtest nach den Batch-Verfahren beschrieben. Das dargestellte Verfahren ist anwendbar auf alle organischen Feststoffe oder Flüssigkeiten, die als repräsentative Testsubstanz eingesetzt werden können.

Derartige Gärtests erlauben Aussagen

- zur grundsätzlichen Bewertung des möglichen Biogasertrags und der anaeroben biologischen Abbaubarkeit eines Stoffes oder Stoffgemisches,
- zur qualitativen Beurteilung der Geschwindigkeit des anaeroben Abbaus des untersuchten Stoffes und
- zur qualitativen Bewertung der Hemmwirkung des untersuchten Stoffes im untersuchten Konzentrationsbereich.

Gärtests erlauben keine Aussagen

- zur Prozessstabilität in Reaktoren, die mit dem untersuchten Stoff oder dem Stoffgemisch kontinuierlich beschickt werden,
- zur Biogasausbeute unter Praxisbedingungen, auf Grund möglicher negativer oder positiver Synergieeffekte,
- zur Monovergärbarkeit des Substrates unter Prozessbedingungen und
- über die Grenzen der organischen Raumbelastung.

Das Ergebnis eines Gärtests hängt vor allem ab von

- der mikrobiologischen Aktivität des verwendeten Impfschlammes (diese ist abhängig von den Milieubedingungen wie Temperatur und Verfügbarkeit des Substrates sowie von der Leistungsfähigkeit der verwendeten biologisch aktiven Masse) und
- der ordnungsgemäßen Erfassung und Auswertung der entstandenen Biogasmengen.

Table 1 to Table 3 are not concerned with the topic of hygienization: instead you are referred to the limit values and experimental procedures in the relevant statutes and directives where these are also applicable to the fermentation of organic waste.

Microscopic and genetic research concerned with specification of the individual species of micro-organisms participating in the processes of anaerobic decomposition is today still at the exploratory stage. For this reason, collection of the corresponding data will also not be the concern of Table 1 to Table 3. The current state of research in this field may be ascertained from the literature [3; 4; 10; 15].

7 Fermentation tests – batch procedures

We will now describe how the fermentation test using the batch procedure is carried out. The procedure described can be applied to all organic solids or liquids which can be used as representative test substances.

Fermentation tests of this kind provide information regarding:

- Fundamental evaluation of the possible biogas yield and of the anaerobic biological degradability of a material or mixture of materials
- Qualitative appraisal of the speed of anaerobic degradation of the material under investigation, and
- Qualitative evaluation of the inhibitory effect of the material under investigation in the range of concentrations in the test.

Fermentation tests provide no information regarding:

- Process stability in reactors which are continuously fed with the material or mixture of materials under investigation
- Biogas yield under practical conditions due to possible negative or positive synergistic effects
- The mono-fermentability of the substrate under process conditions, and
- The limits of the organic loading rate per unit volume.

The result of a fermentation test depends primarily on:

- The microbiological activity of the seeding sludge being used (this is dependent on milieu conditions such as temperature and availability of the substrate as also the efficiency of the biologically active mass used), and
- Proper acquisition and evaluation of the biogas quantities created.

Um vergleichbare Ergebnisse in Gärtests zu erhalten ist es notwendig, sowohl die Erstellung eines Gäransatzes als auch die Gaserfassung und deren Auswertung möglichst genau zu definieren.

7.1 Material und Methoden

7.1.1 Gärtestapparaturen

Die Gärtestapparatur kann gemäß DIN 38414-8 oder gemäß DIN EN ISO 11734 ausgeführt werden. Zunächst gilt es bei der Auswahl der Gerätschaften und Materialien darauf zu achten, dass ein Luftsauerstoffeintrag oder ein unkontrollierter Biogasaustrag ausgeschlossen wird; das heißt alle verwendeten Gerätschaften sollten eine ausreichende Gasdichtigkeit aufweisen. Für alle Teile der Apparatur, die mit der Biogasatmosphäre in Kontakt sind, ist Glas der bevorzugte Werkstoff. Das gesamte System soll nach dem Aufbau einem Dichtigkeitstest unterzogen werden. Vor allem bei der Verwendung von Schläuchen ist die Dichtigkeit besonders sorgsam zu prüfen. Wie dieser im einzelnen Aussehen kann, ist abhängig von dem Versuchsaufbau. Dichtigkeitsprüfungen mit Stickstoff oder Luft sind nicht ausreichend, da verschiedene Werkstoffe unterschiedliche Permeabilitätsraten für die Hauptbestandteile des Biogases im Vergleich zu den Hauptbestandteilen der Luft haben. Sinnvollerweise werden die Dichtigkeitstests daher mit Biogas oder einer dem Biogas vergleichbaren synthetischen Mischung von CH_4 und CO_2 durchgeführt.

Die Inkubation der Ansätze erfolgt unter mesophilen ($37\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$) oder unter thermophilen Bedingungen ($55\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$). Zum Temperieren der Gäransätze können Klimakammern verwendet werden. Diese sind in der Regel nicht mit Umluftsystem ausgestattet und dann mit einem Ventilator nachzurüsten, um eine homogene Temperaturkonstanz im gesamten Inkubatorraum zu sichern. Als alternative Wärmequelle können Wasserbäder zum Einsatz kommen; hier ist darauf zu achten, dass der Flüssigkeitspegel im Wasserbad stets oberhalb der Füllstände in den Gärgefäßen ist.

Eine Einrichtung zur mechanischen Durchmischung des Gäransatzes ist hilfreich, jedoch meistens nicht erforderlich. Bei Substraten, die eine Schwimmschicht erzeugen, ist eine regelmäßige Durchmischung aber notwendig. Eine einmalige vollständige Durchmischung an Werktagen ist dabei meistens ausreichend. Das Durchmischen dient vor allem dazu, die Ausgasung des gebildeten Biogases zu fördern und die Bildung von trockenen inaktiven Flotatschichten zu verhindern.

Die Gärtestgefäße können 0,5-l-, 1-l- oder 2-l-Flaschen sein. Für besonders inhomogenes Substrat

This means that if comparable results are to be obtained in fermentation tests, not only the creation of a fermentation batch but also gas data acquisition and its evaluation must be defined as precisely as possible.

7.1 Material and methods

7.1.1 Fermentation test apparatus

Fermentation test apparatus may be as specified in DIN 38414 Part 8 or as specified in DIN EN ISO 11734. The first thing to pay attention to when selecting the equipment and materials is that introduction of atmospheric oxygen or unmonitored discharge of biogas is excluded; in other words, all equipment used should be adequately gastight. Glass is the preferred material for all parts of the apparatus which are in contact with the biogas atmosphere. Once it has been set up, the entire system should be tested to ensure it is leaktight. Particularly when hoses are used, an extra careful check should be made for leaks. How these may appear in individual cases may depend on the test apparatus set-up. Leak testing using nitrogen or air is inadequate since different materials have different permeability rates for the main constituents of the biogas as compared with the main constituents of air. For this reason, leak tests are carried out with biogas or with a synthetic mixture of CH_4 and CO_2 which is comparable to the biogas.

Feed materials are incubated under mesophilic conditions ($37\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$) or under thermophilic conditions ($55\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$). Climatic chambers can be used for temperature control of the fermentation batches. As a rule these chambers are not equipped with a circulating air system. A fan should therefore be fitted so as to ensure that temperatures are kept constant within the entire volume of the incubator. Water baths can be used as an alternative heat source but here it should be ensured that the level of water in the bath is always higher than the fill levels in the fermentation vessels.

A device for mixing the fermentation batch thoroughly may be useful but in most cases is not necessary. Substrates which produce a floating layer or scum will however need to be mixed thoroughly on a regular basis. In most cases a single thorough mixing will suffice on workdays. The main reason for thorough mixing is to encourage degassing of the biogas which forms and to prevent the formation of dry and inactive layers of flotat.

The containers used for the fermentation test can be 0,5 l, 1 l oder 2 l flasks. When a substrate is particu-

(Müll, Bioabfall etc.) ist der Einsatz größerer Gärvolumina (10 ℓ bis 20 ℓ) zu präferieren, da dadurch das Erstellen repräsentativer Proben erleichtert wird. Wenn Probenaufbereitung und Aufgabenstellung es zulassen, kann auch mit noch kleineren Gefäßen gearbeitet werden, wie es z.B. beim Hohenheimer Biogastest [14] beschrieben ist. Je größer die Probeflaschen und damit auch die eingesetzte Substratmenge sind, desto größer muss auch die gaserfassende Apparatur ausgelegt werden (Abschnitt 7.1.3). Dies trifft insbesondere bei der Vergärung energiereicher Rohsubstrate wie z.B. Maissilage, Flotatfett oder Speiseabfall zu, bei denen eine verhältnismäßig große Biogasausbeute zu erwarten ist.

Da der Systeminnendruck einen maßgeblichen Einfluss sowohl auf die Gasdichtigkeit der Apparatur als auch auf die Löslichkeit der Biogaskomponenten im Gärmedium hat, sind besonders niedrige Überdrücke im System vorteilhaft. Deshalb wird eine Apparatur gemäß DIN 38414-8 (Bild 3), Bild 5, Bild 6 oder Bild 8 gegenüber DIN EN ISO 11734 (Bild 4) präferiert, in der deutlich höhere Gasdrücke auftreten können. Niedrigste Systemüberdrücke werden durch den Verzicht auf eine Druckspeicherung des produzierten Biogases erzielt. Dies kann durch Verwendung von Foliengasbeuteln, bei kleineren Biogasproduktionen von 1 ℓ/h oder 8 ℓ/h Volumen mit dem Einsatz eines Mikrogaszählers (z.B. analog Bergedorfer Biogastest, siehe [12]) und bei höheren Biogasproduktionen mit einem Trommelgaszähler realisiert werden. Bei der Auswahl des Gaszählers ist die zu erwartende Biogasproduktion zu berücksichtigen.

Im folgenden werden exemplarisch sechs Möglichkeiten beschrieben, um das Gas zu erfassen (Bild 3 bis Bild 8).

Bei der Gaserfassung und -messung nach DIN 38414-8 (Bild 3) wird bei Niveaugleichheit der Sperrflüssigkeit mit Eudiometerrohr und Niveaugefäß das entwickelte Gasvolumen abgelesen. Insbesondere ist darauf zu achten, dass keine Sperrflüssigkeit über das Innenrohr in den Impfschlamm übertritt.

Im Gegensatz zur DIN 38414-8 wird das Gasvolumen nach der DIN EN ISO 11734 mit einem Druckmessgerät indirekt (Bild 4) erfasst. Zur Berechnung des Gasvolumens wird der aufgenommene Gasdruck und die gemessene Gastemperatur herangezogen. Der Gasdruck soll einen Wert von 100 hPa nicht überschreiten.

larly inhomogeneous (refuse, biowaste, and so on), it may be better to have larger fermentation volumes (10 ℓ to 20 ℓ) as this makes it easier to obtain representative samples. If sample preparation and the test objectives permit, even smaller containers may be used such as was the case in the Hohenheim biogas test, for example [14]. The larger the sample flasks are – and thus the amount of substrate used as well – the larger the apparatus detecting the gas must be dimensioned (see Section 7.1.3). This is particularly the case when energy-rich raw substrates are fermented. These include maize silage, fatty flotate or food waste from which a relatively high biogas yield is to be expected.

Since the internal pressure of the system has a decisive influence not only on the gastightness of the apparatus but also the solubility of the biogas components in the fermentation medium, particularly low overpressures in the system are an advantage. For this reason, apparatus such as is specified in DIN 38414-8 (Figure 3), Figure 5, Figure 6, or Figure 8 should be preferred to DIN EN ISO 11734 (Figure 4) in which markedly higher gas pressures can occur. The lowest system overpressures are obtained by dispensing with storing the produced biogas under pressure. This can be done by using plastic gas bags, employing a micro gas meter at lower levels of biogas production at volumes ranging between 1 ℓ/h and 8 ℓ/h (similar to the Bergedorf biogas test, for example; see [12]) and employing a drum-type gas meter at higher biogas production volumes. The level of biogas production expected should be taken into consideration when selecting the gas meter.

In what follows we shall describe by way of example six possible methods of detecting the gas (Figure 3 to Figure 8).

When detecting or measuring gas as specified in DIN 38414-8 (Figure 3) the gas volume produced is read off when the levels of the confining liquid in the eudiometer tube and in the levelling bottle are the same. Particular care should be taken that no confining liquid spills over the inner tube into the seeding sludge.

In contrast to DIN 38414-8, with DIN EN ISO 11734 the gas volume is measured indirectly by means of a pressure measurement instrument (Figure 4). The gas volume is calculated from the gas pressure registered and the gas temperature measured. The gas pressure should not exceed a value of 100 hPa.

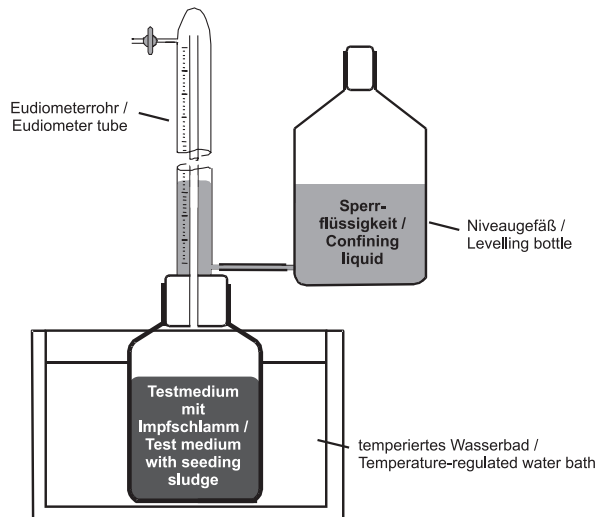


Bild 3. Versuchsapparatur nach DIN 38414-8 – Gasvolumenmessung mittels Eudiometerrohr

Figure 3. Test apparatus according to DIN 38414-8: Gas volume measurement with the eudiometer tube

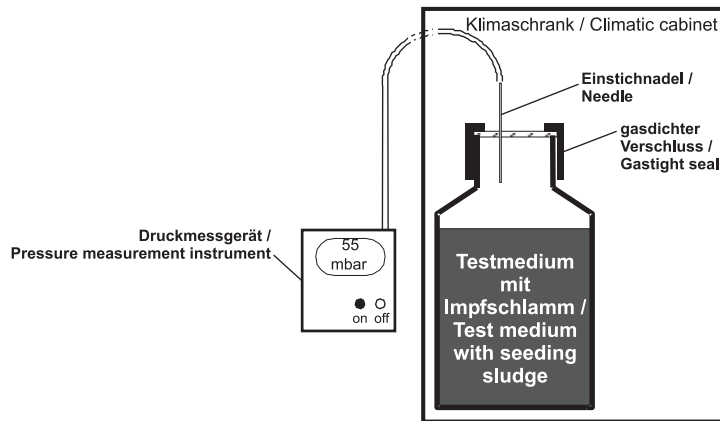


Bild 4. Versuchsapparatur nach DIN EN ISO 11734 – Gasvolumenmessung mittels Gasdruckmessgerät

Figure 4. Test apparatus according to DIN EN ISO 11734: Gas volume measurement with a gas pressure measurement instrument

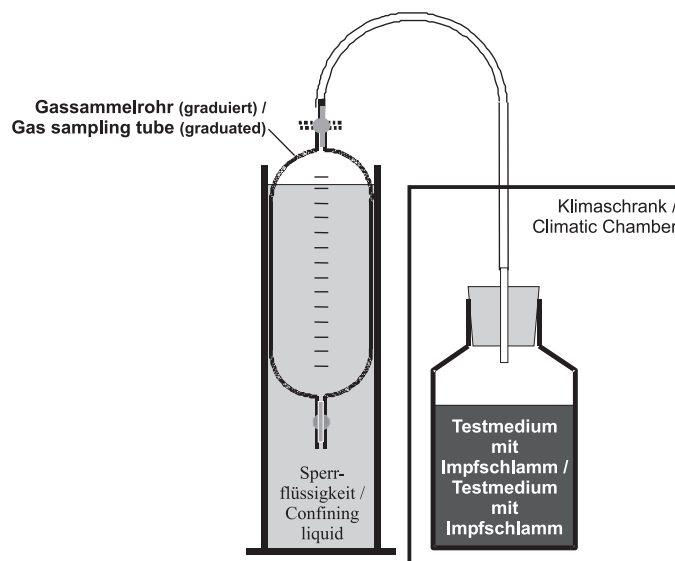


Bild 5. Versuchsapparatur – Gasvolumenmessung mittels Gassammelrohren

Figure 5. Test apparatus: Gas volume measurement with gas sampling tubes

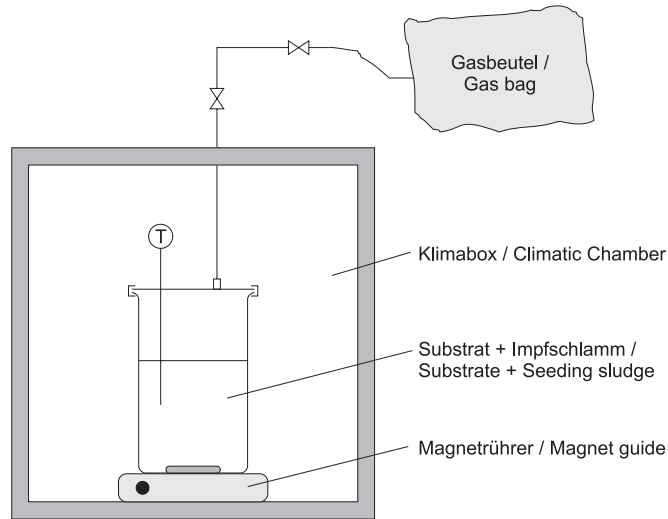


Bild 6. Gasvolumenmessung mittels Folienbeutel

Figure 6. Gas volume measurement using plastic bags

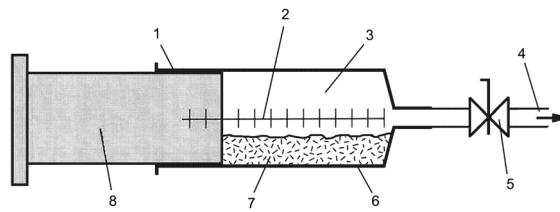


Bild 7. Schema des Hohenheimer Gärtests (Kolbenprober)

Figure 7. Schematic diagram of the Hohenheim fermentation test (syringe sampler)

- 1 Gleit- und Dichtmittel
- 2 Graduierung 1/1 ml zur Gasvolumenbestimmung
- 3 Gasraum
- 4 Öffnung zur Gasanalyse
- 5 Schlauchklemme/Glashahn
- 6 Glasspritze
- 7 Gärsubstrat
- 8 Stopfen

- 1 Sliding and sealing agent
- 2 Graduation 1/1 ml for gas volume determination
- 3 Gas chamber
- 4 Aperture for gas analysis
- 5 Hose clamp/Glass tap
- 6 Glass syringe
- 7 Fermentation substrate
- 8 Bung

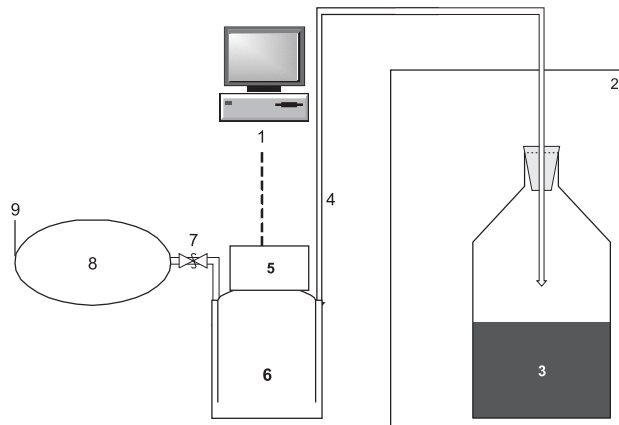


Bild 8. Gasvolumenmessung mittels Mikrogaszähler (Bergedorfer Gärtest)

Figure 8. Gas volume measurement with the micro gas meter (Bergedorf fermentation test)

- 1 PC-Auswerteeinheit (optional)
- 2 Trockenschrank zwangsbelüftet oder Wasserbad
- 3 Testmedium mit Impfschlamm
- 4 Gaseinlass
- 5 Elektron. Zähler
- 6 Mikrogaszählgerät (max. 1 l/h oder 8 l/h)
- 7 Gasauslass
- 8 Gasbeutel
- 9 Kanüle

- 1 PC-evaluation unit (optional)
- 2 Drying Cabinet with forced-air ventilation or water bath
- 3 Test medium with seeding sludge
- 4 Gas inlet
- 5 Electronic counter
- 6 Micro gas meter (max. 1 l/h or 8 l/h)
- 7 Gas outlet
- 8 Gas bag
- 9 Tubule

Anstelle des Druckmessgerätes kann das Gas in Gassammelrohre, die üblicherweise in einen Standzylinder mit Sperrflüssigkeit eingebracht sind, aufgenommen werden (Bild 5). Die Verbindung zwischen Substratflasche und Gassammelrohr sollte soweit möglich aus Glasrohr sein und die beweglichen Teile aus Kunststoff so kurz wie möglich gehalten werden.

Bild 6 stellt einen Gärtestaufbau für größere Gärvolumina dar. Das Gärgefäß kann z. B. ein Volumen von 10 ℓ haben und wird mittels Rührgerät durchmischt. Das gebildete Biogas wird in einem Folienbeutel aufgefangen, der über einen Trommelgaszähler periodisch entleert wird.

Bild 7 zeigt den so genannten Hohenheimer Biogasgärtest schematisch. Bei diesem Verfahren ist kein zusätzliches Gassammelrohr erforderlich. Die Sammlung des Biogases zwischen den Messzeiträumen erfolgt im Kolbenprober, der gleichzeitig als Gärraum dient. Gasverluste über Verbindungsschläuche zu einem Gassammelrohr werden dadurch vermieden. Durch die Einwaage einer nach der gängigen Aufbereitungsmethode für Futtermitteluntersuchungen [9] vorbereiteten Probe (Trocknung bei < 60 °C, Mahlen mit 1-mm-Sieb) kann trotz geringer Testsubstratmengen eine repräsentative Probe eingewogen werden. Zur Durchmischung des Kolbeninhaltes werden die Kolbenprober maschinell bewegt. Die kompakten, zur Standardausrüstung von Labors gehörenden Kolbenprober erlauben die gleichzeitige Untersuchung mehrerer Testsubstrate mit mehreren Wiederholungen.

Die unter Bild 3, Bild 5 und Bild 6 dargestellten Gas-mengenerfassungssysteme können auch durch mechanische Systeme ersetzt werden. Für kleinere Gas-mengen kommen Mikrogaszähler (maximal 1 ℓ/h oder 8 ℓ/h) und bei höheren Gasproduktionen Trommelgaszähler (ab 1 ℓ/h) zum Einsatz. Diese mechanischen Systeme ermöglichen die automatische Erfassung der Biogasbildung.

Das entstandene Biogas wird beim Bergedorfer Gärtest einem Mikrogaszähler zugeführt (Bild 8), das als Herzstück einen drehbaren Hohlkippwürfel mit definiertem und kalibriertem Volumen aufweist (1 mℓ oder 8 mℓ).

Der durch die Kippbewegung entstehende elektronische Impuls wird entweder über eine Anzeige direkt in Milliliter transformiert oder er erzeugt mittels PC und Messwerterfassungssoftware letztlich Gasbildungsdiagramme. Die Analyse der Gaszusammensetzung kann beispielsweise direkt am Gasauslass des Gerätes oder über einen Gasbeutel geschehen, der vorzugsweise am offenen Ende eine Kanüle trägt [11; 12].

Instead of a pressure gauge being used, the gas can be collected in gas sampling tubes which are normally installed in a gas jar with confining liquid (Figure 5). The connection between the substrate flask and the gas sampling tube should, if possible, be a glass tube and the moving parts made of plastic should be kept as short as possible.

Figure 6 shows a fermentation test rig for larger fermentation volumes. The fermentation vessel may, for example, have a volume of 10 ℓ and the contents mixed thoroughly by means of a stirrer. The biogas which forms is collected in a plastic bag which is emptied periodically via a drum-type gas meter.

Figure 7 is a schematic diagram of the so-called Hohenheim biogas fermentation test. This method does not need an additional gas sampling tube. Between measurement periods the biogas is collected in the syringe sampler which also serves as the fermentation chamber. Gas losses via the connection hoses to a gas sampling tube are thus avoided. By using a weighed portion of a sample prepared in accordance with the usual preparation method for animal fodder analyses [9] – that is, dried at less than 60 °C and ground with a 1-mm screen – a representative sample can still be weighed in despite the small quantities of substrate involved. The syringe sampler is mechanically agitated to mix the syringe contents thoroughly. With these compact syringe samplers (which are part of a laboratory's standard equipment) several test substrates can be investigated simultaneously and with several repetitions.

The gas quantity measurement systems shown in Figure 3, Figure 5 and Figure 6 can also be replaced by mechanical systems. In the case of smaller quantities of gas, micro gas meters can be used (not exceeding 1 ℓ/h to 8 ℓ/h) and drum-type gas meters for greater volumes of gas production (1 ℓ/h and more). These mechanical systems make it possible for biogas formation to be measured automatically.

In the Bergedorf fermentation test the biogas which forms is routed to a micro gas meter (Figure 8) whose central component is a rotatable hollow tilting cube of defined and calibrated volume (1 mℓ or 8 mℓ).

The electronic pulse arising from the tilting movement either is changed directly into millilitres via a display or it ultimately generates gas formation diagrams by means of a PC and measured value acquisition software. The composition of the gas can be analysed, for example, either directly at the gas outlet of the device or via a gas bag which preferably has a tube at the open end [11; 12].

Gaszähler, Kolbenprober und Folienbeutel haben gegenüber den anderen Messsystemen den Vorteil, dass mit niedrigen Drücken gearbeitet wird. Bei allen anderen Systemen baut sich auf Grund der Wassersäule (Bild 3 und Bild 5) oder des ansteigenden Druckes im Versuchsansatz (Bild 4) ein Gegendruck auf, der zu höheren Gasverlusten führt.

Versuchsapparaturen mit direkt an das Gärgefäß angeschlossenen Gasvolumenzählern wie z.B. Mikro-gaszähler oder Trommelgaszähler haben den Vorteil, dass das Messvolumen nicht begrenzt ist und das entstehende Gas nicht zwischenzeitlich abgelassen werden muss. Da jedoch über den Versuchszeitraum die Methankonzentration im Biogas nicht konstant ist, muss bei einem derartigen Versuchsaufbau das Gas zur Methanmessung entweder kontinuierlich einer Gasanalyse zugeführt oder mit einem Folienbeutel aufgefangen oder eine Methanmessung in ausreichend kurzen Zeitabständen wiederholt werden, um eine repräsentative Bestimmung der Methanproduktion zu ermöglichen.

Jede der exemplarisch beschriebenen Versuchsapparaturen hat ihre Stärken und Schwächen. Der Anwender muss unter Berücksichtigung und Bewertung von z. B.

- seinen finanziellen und personellen Ressourcen,
- der Menge der Substrateinwaage,
- der geforderten Analysengenauigkeit wie z.B. Gasdichtigkeit oder Repräsentativität der Substrateinwaage

für sich selbst ermitteln, welche Art von Versuchsapparatur für ihn die richtige ist. Für den jeweiligen Anwendungsfall können auch andere Versuchsapparaturen zielführend sein.

7.1.2 Impfschlamm

Als Impfschlamm soll bevorzugt unbehandelter Faulschlamm aus einer kommunalen Kläranlage, der keiner offensichtlichen Hemmung unterlegen ist, eingesetzt werden. Derartige Schlämme kommen auf Grund ihrer Natur mit einer Vielzahl an Substanzen in Kontakt und bilden somit ein Inoculum, das eine vielseitige Biozönose enthält und deshalb einem labor-technisch gezüchteten Inoculum, das keiner vergleichbaren Bandbreite an Substanzen ausgesetzt ist, vorzuziehen ist. Der Impfschlamm soll einen organischen Trockensubstanzgehalt (oTS) von über 50 % der TS aufweisen.

Vor dem Einsatz im Gärtest ist der Impfschlamm bei Testtemperatur eine Woche lang zu lagern, um durch eine Hungerphase seine Eigengasproduktion ausreichend abzusenken. Zur Gewährleistung einer ausreichenden Nährstoffversorgung und Pufferkapazität des Impfschlammes kann dieser wie in DIN EN ISO 11734

The advantage which gas meters, syringe samplers and plastic bags have over the other measurement systems is that they work with low pressures. In all of the other systems the head of water (Figure 3 and Figure 5) or the rising pressure in the test batch (Figure 4) creates a back-pressure which results in higher gas losses.

Test set-ups with gas volume meters, such as a micro gas meter or drum-type gas meter, for example, connected directly to the fermentation vessel have the advantage that the measurement volume is not restricted and the gas being produced does not have to be vented in the meantime. However, since the methane concentration in the biogas is not constant throughout the course of the test, with a test set-up of this kind to measure the methane, the gas will either have to be passed continuously to gas analysis or collected in a plastic bag, or methane measurement must be repeated at intervals short enough to make it possible to obtain a representative figure for methane production.

Each of the test set-ups described here as examples has its own strengths and weaknesses. The user must take into account and evaluate, for example,

- his financial and manpower resources,
- the quantity of the weighed portion of substrate,
- the analytical accuracy required precision such as gastightness, for example, or the representativeness of the weighed portion of substrate,

and determine for himself what type of test apparatus would be right for him. Depending on the individual application case, different test set-ups could be suitable.

7.1.2 Seeding sludge

By preference, the seeding sludge used should be untreated digested sludge from a municipal sewage treatment works and one which is not obviously subject to inhibition. Due to their nature, sludges of this kind come into contact with a large variety of substances and thus constitute an inoculum which contains a diversified biocoenose. For this reason an inoculum produced in the laboratory and which has therefore not been exposed to any comparable range of substances is to be preferred. The seeding sludge should have an organic dry matter content (oTS) greater than 50 % of the solids content.

Before it is used in the fermentation test the seeding sludge should be stored for a week at the test temperature so as to reduce sufficiently its own gas production by means of a hunger phase. To ensure an adequate supply of nutrients and buffering capacity of the seeding sludge it can be prepared as described in

beschrieben vorbereitet werden und im spezifizierten Testmedium resuspendiert werden. Ein Verfahren zur längeren Lagerung des Impfschlammes ist in DIN 38414-8 beschrieben.

Sollen landwirtschaftliche Rückstände, Nebenprodukte oder Abfälle vergoren werden, kann auch ein Inokulum aus einer landwirtschaftlichen Biogasanlage genommen werden, die den entsprechenden Rückstand, das jeweilige Nebenprodukt oder den entsprechenden Abfall ebenfalls vergärt (z.B. Gärtest mit Maissilage: Inokulum aus einer Biogasanlage, die Maissilage mitvergärt). Für thermophile Gärversuche muss der Impfschlamm entweder einer thermophil betriebenen Anlage entnommen oder entsprechend adaptiert werden.

Bei Substraten, die als schwer abbaubar einzuschätzen sind, kann eine vorgezogene Gärphase in Gegenwart der Prüfsubstanz durchgeführt werden, um eine Adaption des Impfschlammes an die Prüfsubstanz vor dem eigentlichen Gärtest zu erreichen (siehe auch DIN EN ISO 11734).

Der Impfschlamm ist vor dem Einsatz von groben Verunreinigungen zu befreien und gut zu durchmischen, um eine repräsentative Einwaage zu gewährleisten. Ein Waschen des Impfschlammes wie in DIN EN ISO 11734 beschrieben kann sich ebenfalls als vorteilhaft erweisen.

Zur Klärung der Frage, ob eine weitergehende Adaption des Impfschlammes zum besseren anaeroben biologischen Abbau des Prüfsubstrats möglich ist, kann ein Batch-Gärtest mit dem Gärückstand aus dem vorausgegangenen Test als Impfschlamm wiederholt werden.

Um den Gärverlauf zu vereinheitlichen, sollte im Gäransatz 1,5 Gew.-% bis 2 Gew.-% organische Masse aus dem Impfschlamm vorliegen (nicht weniger und nicht mehr), um eine vergleichbare Biomassekonzentration sicherzustellen (z.B. Gäransatz 500 ml benötigt 7,5 g_{oTS} bis 10 g_{oTS} aus dem Impfschlamm: also z.B. 400 ml Impfschlamm mit Trockensubstanzgehalt (TS) von 3,5 Gew.-% und oTS von 60 % des TS).

7.1.3 Probenmenge

Bei der Festlegung, wie viel Substrat und Impfschlamm in einen Gäransatz eingewogen werden sollen, gilt es folgende Rahmenbedingungen einzuhalten:

- Um eine Hemmung im Gäransatz zu verhindern, soll das Substrat im Verhältnis zum Impfschlamm keinen zu großen Anteil haben.

$$\frac{oTS_{\text{Substrat}}}{oTS_{\text{Impfschlamm}}} \leq 0,5$$

DIN EN ISO 11734 and resuspended in the specified test medium. A procedure for extended storage of the seeding sludge is described in DIN 38414-8.

If agricultural residues, by-products or waste are to be fermented, even an inoculum from an agricultural biogas installation can be used which also ferments the corresponding residue, the corresponding by-product or the corresponding waste (for example, fermentation test with maize silage: inoculum from a biogas installation which co-ferments maize silage). For thermophilic fermentation tests the seeding sludge must be taken either from a thermophilically operated installation or adapted accordingly.

In the case of substrates which are estimated as degrading only with difficulty, a fermentation phase in the presence of the test substance can be incorporated upstream so as to cause the seeding sludge to adapt to the test substance before the actual fermentation test (see also DIN EN ISO 11734).

The seeding sludge should be freed of coarse contaminating material before being used and mixed thoroughly to ensure that a representative weighed portion is obtained. It may also be a good idea to wash the seeding sludge as described in DIN EN ISO 11734.

To clarify the question as to whether it is possible to adapt the seeding sludge further for the purpose of better anaerobic biological degradation of the test substrate, a batch fermentation test can be repeated with the fermentation residue from the preceding test used as seeding sludge.

In order to standardize the course of fermentation, the fermentation batch should contain 1,5 % to 2 % by weight of organic mass from the seeding sludge (no more and no less) in order to ensure a comparable biomass concentration (for example, a fermentation batch of 500 ml requires 7,5 g_{oTS} to 10 g_{oTS} from the seeding sludge: in other words, for example, 400 ml seeding sludge with dry matter content (TS) of 3,5 % by weight and oTS of 60 % by weight of the TS).

7.1.3 Sample quantity

In determining how much substrate and seeding sludge should be weighed into a fermentation batch the following general constraints should be complied with:

- To prevent inhibition in the fermentation batch, the substrate should not be overlarge in proportion to the seeding sludge.

$$\frac{oTS_{\text{substrate}}}{oTS_{\text{seeding sludge}}} \leq 0,5$$

- Die Gaserträge des Substrates sollen mehr als 80 % der Gesamtgasmenge einer Probe ausmachen
- Der TS-Gehalt im Ansatz darf nicht mehr als 10 % betragen, um einen ausreichenden Stoffübergang sicherzustellen.

Die Gasproduktion darf dabei die Kapazität der Gärtestapparatur nicht überschreiten. Es muss auf jeden Fall verhindert werden, dass aus dem Gäransatz Gas entweicht, weil nicht rechtzeitig das entstandene Gas abgelassen werden konnte (gilt für Versuchsapparatur mit Eudiometer und Gassammelrohr oder Hohenheimer Gärtest) oder dass der Druck den maximal zulässigen Druck übersteigt, bevor dieser abgelassen wurde (Versuchsapparatur mit Druckmessgerät, Folienbeutel).

Die maximal entstehende Gasmenge kann bei bekannter Zusammensetzung von den in Tabelle 4 aufgeführten Werten hergeleitet werden oder über die Menge des CSB (Abschnitt 8.3) abgeschätzt werden.

Tabelle 4. Theoretische Gasausbeute und theoretische Gaszusammensetzung bei der Vergärung von Kohlenhydraten, Fetten und Proteinen (unter der theoretischen Annahme, dass das Substrat vollständig in Biogas umgesetzt wird – also ohne Berücksichtigung der Biomasseproduktion aus dem vergorenen Substrat)

Substrat-Typ	Theoretische Biogasausbeute in l _N /kg _o TS	Theoretische CH ₄ /CO ₂ -Zusammensetzung in Vol.-%	
		50 % CH ₄	50 % CO ₂
Kohlenhydrate	750	50 % CH ₄	50 % CO ₂
Fette	1390	72 % CH ₄	28 % CO ₂
Proteine	800	60 % CH ₄	40 % CO ₂

Falls die Elementarzusammensetzung oder die chemische Formel des Ausgangssubstrates bekannt ist, dienen die Gleichungen in Bild 9 als Grundlage für die Ermittlung der theoretischen Biogaserträge.

Da die Proteinstrukturen sehr unterschiedlich sind, kann bei der Vergärung von Proteinen der Methangehalt des gebildeten Biogases sich stark unterscheiden. Der in Tabelle 4 angegebene Methangehalt ist zwar für Aminosäuren typisch, aber da viele Proteine in geringer oxidiert Form vorliegen, entsteht bei deren Vergärung häufig Biogas mit Methangehalten von ca. 70 Vol.-%. Neben Methan und Kohlendioxid wird bei der Umsetzung von Proteinen in relevanten Mengen Ammoniak und Schwefelwasserstoff freigesetzt, die nicht in der Tabelle 4 berücksichtigt wurden.

- The gas yields from the substrate should make up more than 80 % of the total gas quantity of a sample
- The solids content of the batch should not exceed 10 % if an adequate mass transfer is to be assured.

Here the amount of gas produced should not exceed the capacity of the fermentation test apparatus. Gas must be prevented in all cases from escaping from the fermentation batch due to it not being possible to vent the gas produced in good time (this applies to test setups with a eudiometer and gas sampling tube or to the Hohenheim fermentation test) or to the pressure exceeding the maximum permitted pressure before this was released (test apparatus with pressure measurement device, plastic bags).

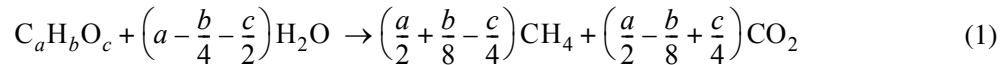
If the composition is known, the maximum quantity of gas arising can be derived from the values shown in Table 4 or estimated on the basis of the quantity of the CSB (see Section 8.3).

Table 4. Theoretical gas yield and theoretical gas composition during the fermentation of carbohydrates, fats and proteins (under the theoretical assumption that the substrate is fully converted into biogas – in other words, without taking into consideration the biomass production from the fermented substrate)

Substrate type	Theoretical biogas yield in l _N /kg _o TS	Theoretical CH ₄ /CO ₂ composition in % by volume	
		50 % CH ₄	50 % CO ₂
Carbohydrate	750	50 % CH ₄	50 % CO ₂
Fats	1390	72 % CH ₄	28 % CO ₂
Proteins	800	60 % CH ₄	40 % CO ₂

If the elemental composition or the chemical formula of the starting substrate is known, the equations in Figure 9 may serve as a basis for determining the theoretical biogas yields.

Since the protein structures may be very different, in fermentation of proteins the methane content of the biogas produced may vary greatly. Although the methane content given in Table 4 is typical for amino acids, since many proteins are present in a less oxidized form, during their fermentation biogas is frequently produced with a methane content of approx. 70 % by volume. When proteins are converted, not only are methane and carbon dioxide produced in significant quantities but ammonia and hydrogen sulphide are also released. These latter are not however taken into consideration in Table 4.

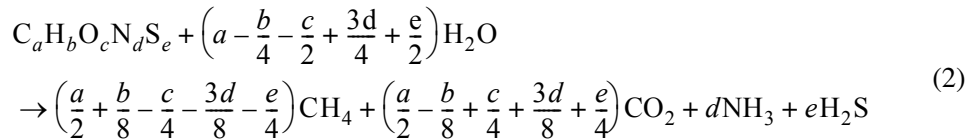


(Gleichung nach *Buswell* u. *Mueller* [1])

(equation after *Buswell* and *Mueller* [1])

oder (unter Einbeziehung von Schwefel und Stickstoff)

or (with inclusion of sulphur and nitrogen)



(Gleichung nach *Boyle* [2])

(equation after *Boyle* [2])

Bild 9. Gleichungen für die theoretische Biogaszusammensetzung

Figure 9. Equations for the theoretical biogas composition

Diese Werte sind theoretisch, da es sich um das maximal erreichbare Biogaspotenzial handelt. Ein Teil des abgebauten Substrats von ca. 3 % bis 10 % wird jedoch in Biomasse umgewandelt und steht somit für die Biogasbildung nicht zur Verfügung.

These values are theoretical since we are concerned with the maximum biogas potential which can be achieved. Part of the decomposed substrate of about 3 % to 10 % is, however, converted into biomass and is thus not available for biogas formation.

Realistisch sind für tierische Fette und Kohlehydrate Umsatzraten zu Biogas von ca. 85 % und für pflanzliche Fette und Proteine Umsatzraten von 50 % bis 70 %. Bei der Abschätzung einer täglichen Gasmenge ist weiterhin zu berücksichtigen, dass der Umsatz von Kohlenhydraten sehr schnell gehen kann (wenige Tage), aber bei Proteinen und Fetten zum Teil über einen Zeitraum von mehreren Wochen hinausgeht.

Realistic for animal fats and carbohydrates are rates of about 85 % for conversion into biogas and rates of 50 % to 70 % for plant fats and proteins. When estimating a daily gas quantity you should bear in mind that conversion of carbohydrates can be very rapid (a few days) but proteins and fats may sometimes require several weeks.

Der Methangehalt sollte nicht abgeschätzt, sondern gemessen werden. Da es sich auch im Verlauf der Zeit ändert, ist es am besten, eine Methanmengenkurve aufzunehmen. Zumindest sollte aber während des Gärtests der Methangehalt nicht nur einmal bestimmt werden.

The methane content should not be estimated but measured. Since it also changes over time, it is best to record a methane quantity curve. At the least the methane content should be determined more than just once during the fermentation test.

Im Versuch liegt der im Biogas gemessene CO₂-Gehalt immer unter dem theoretischen Wert, da im Gärmedium Kohlenstoffdioxid stärker absorbiert wird als Methan.

In the test the CO₂ content measured in the biogas is always below the theoretical value since in the fermentation medium carbon dioxide is more strongly absorbed than methane.

7.1.4 Einsatz einer Referenzprobe

Um sicherzustellen, dass die biologische Aktivität des eingesetzten Impfschlammes in Ordnung ist, soll in einem Ansatz ein Substrat mitvergoren werden, dessen Biogaspotenzial bekannt ist. Dieses Referenzsubstrat soll zum einen nicht zu schnell vergären und zum anderen aber vollständig abbaubar sein. Hier bietet sich beispielsweise mikrokristalline Zellulose an. Bei einem 100%igen Umsatz und unter Berücksichtigung der Biomasseneubildung würde daraus eine Gasmenge von 740 ml_N/g_{oTS} bis 750 ml_N/g_{oTS} entstehen. Dieser Wert sollte im Kontrollansatz zu 80 % erreicht werden. Dann kann davon ausgegangen werden, dass die biologisch aktive Masse eine ausreichend gute Leistungsfähigkeit besitzt.

7.1.4 Use of a reference sample

To ensure that the biological activity of the seeding sludge being used is in order, a substrate whose biogas potential is known should be fermented as well in the batch. This reference substrate should on the one hand not ferment too quickly and on the other should be completely degradable. One possible candidate here is microcrystalline cellulose. With 100 % conversion and taking the new formation of biomass into consideration, a gas quantity would be produced from it of 740 ml_N/g_{oTS} to 750 ml_N/g_{oTS}. This value should be 80 % reached in the control batch. It could then be assumed that the biologically active mass has an adequate level of potential performance.

Bei der Untersuchung von gelösten Substraten kann als Referenzsubstrat auch Acetat eingesetzt werden, das zu 100 % anaerob abbaubar ist.

7.2 Versuchsdurchführung

Batch-Gärtests sollen mindestens als Doppelbestimmungen (besser Dreifachbestimmungen) durchgeführt werden. Dieses gilt auch für die Referenz- und die Nullprobe.

Das Substrat wird mit in das Gärgefäß eingewogen, falls erforderlich mit Wasser vermischt und anschließend mit Impfschlamm vorsichtig auf das gewünschte Volumen aufgefüllt. Ein Arbeiten unter Stickstoffatmosphäre, wie in DIN EN ISO 11734 beschrieben, ist bei diesem Arbeitsschritt nicht notwendig. Ein allzu intensiver Austausch mit der Umgebungsluft sollte aber vermieden werden.

Vor dem Verschließen der Gärtestgefäße ist die Gasphase mit Stickstoff zu spülen, um den restlichen Sauerstoff aus der Gasphase zu entfernen. Dieser würde durch aerobe Abbauprozesse die Biogasausbeute negativ beeinflussen.

Während der Versuchsdurchführung ist auf eine ausreichende Durchmischung des Gärguts zu achten. Ein periodisches Mischen wie tägliches Schütteln zum vollständigen Resuspendieren der Sedimente und Schwimmdecken ist ausreichend.

Die entstehende Biogasmenge soll so häufig abgelesen werden, dass der Verlauf der Gasbildung einwandfrei zu erkennen ist. Dafür muss zu Beginn der Messungen täglich abgelesen werden. Sinkt die tägliche Gasproduktion, kann auf Ablesen alle zwei bis drei Tage reduziert werden. In regelmäßigen Abständen, z.B. bei jedem Ablassen von Biogas, soll dessen Gehalt an Methan bestimmt werden. Eine einmalige Methanbestimmung über den gesamten Versuchszeitraum reicht nicht aus, da sich der Methangehalt im Verlauf des Gärtests stark ändert.

Der Versuch wird so lange fortgeführt, bis nur noch ein geringes Biogasvolumen gebildet wird. Als Abbruchkriterium für den Versuch gilt, dass die tägliche Biogasrate nur noch 1 % des bis zu diesem Zeitpunkt angefallenen Biogasgesamtvolumens beträgt. Die Hauptmenge an Biogas wird üblicherweise innerhalb der ersten Woche des Gärversuchs gebildet. Häufig ist der biologische Abbau nach 20 Tagen weitgehend abgeschlossen und nach etwa 40 Tagen wird meistens nur noch eine sehr geringe Biogasproduktion beobachtet.

Bei Versuchsaapparaturen muss auf den Gasraum oberhalb des Flüssigkeitsstandes geachtet werden. Insbesondere bei der Versuchsaapparatur gemäß

Even acetate can be used as a reference substrate when dissolved substrates are tested since it is 100 % anaerobically degradable.

7.2 Test procedure

Batch fermentation tests should be conducted at least as double determinations (or better as triple determinations). The same applies to the reference and zero samples as well.

The substrate is also weighed into the fermentation vessel, mixed if necessary with water, and the vessel then carefully filled with seeding sludge to the desired volume. In this operational step it is not necessary to work in a nitrogen atmosphere, as described in DIN EN ISO 11734. However, over-intensive exchange with the ambient air should be avoided.

Before the fermentation test vessels are closed the gas phase should be flushed with nitrogen so as to remove the residual oxygen from the gas phase. Due to aerobic degradation processes this would have a negative effect on the biogas yield.

During the course of the test, care should be taken that the fermentation material is sufficiently mixed. Regular mixing (such as shaking the vessels each day to fully resuspend the sediments and the scum layers) will suffice.

The biogas quantity should be read off as frequently as is necessary to make the course of gas formation perfectly recognizable. This calls for daily readings at the beginning of the measurements. Once the daily gas production falls, the frequency of reading can be reduced to once every two or three days. The methane content of the biogas should be determined at regular intervals; for example, every time biogas is vented. It is not sufficient to determine the methane content just once during the entire test period as the methane content varies markedly during the course of the fermentation test.

The test is continued until only a small volume of biogas forms. The criterion for terminating the test is when the daily biogas rate is equivalent to only 1 % of the total volume of biogas produced up to that time. Normally the great majority of the biogas is formed within the first week of the fermentation trial. Often biological degradation has more or less finished after 20 days and after 40 days or so in most cases only a very small level of biogas production is observed.

In the test apparatus, attention must be paid to the gas space above the level of the liquid. This is especially necessary with the test set-up shown in Figure 4 since

Bild 4 ist dies notwendig, da der freie Gasraum zur Umrechnung des gemessenen Druckes in ein Gasvolumen benötigt wird.

Nach Beendigung des Versuchs ist der pH-Wert des Materials im Gärtestgefäß zu bestimmen und zu protokollieren.

7.3 Auswertung

Die folgenden beiden Abschnitte geben eine detaillierte Anleitung zur erforderlichen Datenerhebung und quantitativen Auswertung von Gärtests als auch Hinweise zur qualitativen Beurteilung des gemessenen Verlaufs der Biogasbildung.

Quantitative Auswertung

Als erster Schritt ist eine Berechnung des Normvolumens des in den einzelnen Zeitabschnitten entwickelten Faulgases durchzuführen. Dabei wird der Wasserdampfgehalt des Biogases herausgerechnet und das trockene Gasvolumen ermittelt. Dazu dient die folgende Gleichung.

$$V_0^{\text{tr}} = V \cdot \frac{(p - p_w) \cdot T_0}{p_0 \cdot T} \quad (3)$$

Dabei ist

V_0^{tr} Volumen des trockenen Gases im Normzustand in m^3_{N}

V abgelesenes Volumen des Gases in m^3

p Druck der Gasphase zum Zeitpunkt der Ableseung in hPa

p_w Dampfdruck des Wassers in Abhängigkeit von der Temperatur des umgebenden Raumes in hPa

T_0 Normtemperatur; $T_0 = 273 \text{ K}$

p_0 Normdruck; $p_0 = 1013 \text{ hPa}$

T Temperatur des Faulgases oder des umgebenden Raumes in K

Wird der Versuch im thermostatisierten Raum ausgeführt, so ist als T dessen Temperatur einzusetzen. Befindet sich nur die Standflasche mit dem Schlamm im Thermostaten, so gilt für das Faulgas die Raumtemperatur.

Wird der Methangehalt im feuchten anstatt im trockenen Gas gemessen, kann der Methangehalt des trockenen Gases wie folgt berechnet werden:

$$C_{\text{CH}_4}^{\text{tr}} = C_{\text{CH}_4}^{\text{f}} \frac{p}{p - p_w} \quad (4)$$

Dabei ist

$C_{\text{CH}_4}^{\text{tr}}$ Methankonzentration im trockenen Gas, in Vol.-%

the free gas space is required for converting the measured pressure into a gas volume.

At the end of the test the pH value of the material in the fermentation test vessel should be determined and recorded.

7.3 Evaluation

The two sections which follow provide not only a detailed introduction to data acquisition and quantitative evaluation of fermentation tests but also information on qualitative assessment of the measured course of biogas formation.

Quantitative evaluation

The first step is to calculate the normal volume of the fermentation gas which developed during the periods between readings. Here the water vapour content of the biogas is calculated from this and the dry gas volume obtained. The following equation is used for this:

$$V_0^{\text{tr}} = V \cdot \frac{(p - p_w) \cdot T_0}{p_0 \cdot T} \quad (3)$$

where

V_0^{tr} volume of the dry gas in the normal state, in m^3_{N}

V volume of the gas as read off, in m^3

p pressure of the gas phase at the time of reading, in hPa

p_w vapour pressure of the water as a function of the temperature of the ambient space, in hPa

T_0 normal temperature; $T_0 = 273 \text{ K}$

p_0 normal pressure; $p_0 = 1013 \text{ hPa}$

T temperature of the fermentation gas or of the ambient space, in K

If the test is carried out in a thermostat-controlled room, the temperature in this room should be used as T . If only the jar with the sludge is in the constant-temperature bath, the room temperature will apply to the fermentation gas.

If the methane content is measured in the humid gas instead of the dry gas, the methane content of the dry gas can be calculated as follows:

$$C_{\text{CH}_4}^{\text{tr}} = C_{\text{CH}_4}^{\text{f}} \frac{p}{p - p_w} \quad (4)$$

where

$C_{\text{CH}_4}^{\text{tr}}$ is the methane concentration in the dry gas, in % by volume

- $C_{\text{CH}_4}^f$ Methankonzentration im feuchten Gas, in Vol.-%
- p Druck des Gasphase zum Zeitpunkt der Ablesung, in hPa
- p_w Dampfdruck des Wassers in Abhängigkeit von der Temperatur des umgebenden Raumes, in hPa (Der Dampfdruck bei 37 °C beträgt 66 hPa, für andere Temperaturen siehe Anhang D Feuchtetransport im Biogas)

Hat das Gasvolumen in der Gärtestapparatur zum Beginn des Gärtests (Kopfraum) eine relevante Größe im Vergleich zum gebildeten Biogasvolumen, müssen die gemessenen Konzentrationen der Biogaskomponenten einer Kopfraumkorrektur unterzogen werden, da das zu Beginn des Gärtests im Kopfraum vorliegende Inertgas eine Verdünnung der Biogaskomponenten bewirkt. Die korrigierten Konzentrationen können mit folgender Gleichung berechnet werden.

$$C_{\text{korr}}^{\text{tr}} = C_{t_2}^{\text{tr}} + (C_{t_2}^{\text{tr}} - C_{t_1}^{\text{tr}}) \frac{V_K}{V_B} \quad (5)$$

Dabei ist

- $C_{\text{korr}}^{\text{tr}}$ korrigierte Konzentration der Biogaskomponente im trockenen Gas in Vol.-%
- C^{tr} gemessene Konzentration der Biogaskomponente im trockenen Gas in Vol.-%
- V_K Kopfraumvolumen in ml
- V_B Volumen des produzierten Biogases in ml
- t Messzeitpunkt ($t_2 > t_1$)

Werden die Konzentrationen von Methan und Kohlenstoffdioxid, die beiden Hauptkomponenten des produzierten Biogases, zeitgleich analysiert, kann die Zusammensetzung des trockenen Biogases folgendermaßen ohne Feuchte- und Kopfraumkorrektur berechnet werden: jeder der beiden Messwerte wird mit dem gleichen Faktor multipliziert, so dass die Summe der beiden korrigierten Messwerte 100 % ergibt.

$$C_{\text{korr}}^{\text{tr}} = C_{\text{CH}_4(\text{CO}_2)} \frac{100}{C_{\text{CH}_4} + C_{\text{CO}_2}} \quad (6)$$

Dabei ist

- $C_{\text{korr}}^{\text{tr}}$ korrigierte Konzentration der Biogaskomponente im trockenen Gas in Vol.-%
- $C_{\text{CH}_4(\text{CO}_2)}$ gemessene Konzentration an Methan (oder Kohlenstoffdioxid) im Gas in Vol.-%
- C_{CH_4} gemessene Methankonzentration im Gas in Vol.-%

- $C_{\text{CH}_4}^f$ is the methane concentration in the moist gas, in % by volume
- p is the pressure of the gas phase at the time of reading, in hPa
- p_w is the vapour pressure of the water as a function of the temperature of the ambient space, in hPa (the vapour pressure at 37 °C is 66 hPa – for other temperatures, see Annex D Transportation of moisture in the biogas).

If the gas volume in the fermentation test apparatus at the beginning of the fermentation test (headspace) has a relevant magnitude in comparison with the volume of biogas formed, the measured concentrations of the biogas components will need to be subjected to headspace correction since inert gas in the headspace at the beginning of the fermentation test causes a dilution of the biogas components. The corrected concentrations can be calculated by means of the following equation.

$$C_{\text{korr}}^{\text{tr}} = C_{t_2}^{\text{tr}} + (C_{t_2}^{\text{tr}} - C_{t_1}^{\text{tr}}) \frac{V_K}{V_B} \quad (5)$$

where

- $C_{\text{korr}}^{\text{tr}}$ is the correct concentration of the biogas components in the dry gas, in % by volume
- C^{tr} is the measured concentration of biogas components in the dry gas, in % by volume
- V_K is the headspace volume, in ml
- V_B volume of the biogas produced, in ml
- t time of measurement ($t_2 > t_1$)

If the concentrations of methane and carbon dioxide – the two principle components of the biogas produced – are analyzed simultaneously, the composition of the dry biogas can be calculated as follows without moisture or headspace correction: each of the two measured value is multiplied by the same factor so that the sum of the two corrected measured values comes to 100 %.

$$C_{\text{korr}}^{\text{tr}} = C_{\text{CH}_4(\text{CO}_2)} \frac{100}{C_{\text{CH}_4} + C_{\text{CO}_2}} \quad (6)$$

where

- $C_{\text{korr}}^{\text{tr}}$ corrected concentration of the biogas component in the dry gas, in % by volume
- $C_{\text{CH}_4(\text{CO}_2)}$ measured concentration of methane (or carbon dioxide) in the gas, in % by volume
- C_{CH_4} measured methane concentration in the gas, in % by volume

C_{CO_2} gemessene Kohlenstoffdioxidkonzentration im Gas in Vol.-%

Ebenso werden die Ansätze mit ausschließlich Impfschlamm ausgewertet.

Für jede angesetzte Mischung aus Substrat, Referenzsubstrat und Impfschlamm wird das Versuchsprotokoll getrennt geführt. Das bei jedem Versuch angefallene Biogasvolumen wird schrittweise in der Reihenfolge der Ablesungen summiert. Änderungen des Totvolumens, die sich infolge veränderter Temperatur- und Druckverhältnisse zwischen den Ablesungen ergeben, sind unerheblich und können deshalb vernachlässigt werden.

Für die Ansätze der Mischung des Substrats oder des Referenzsubstrats wird der Anteil der Gasproduktion des Impfschlammes im Versuch nach folgender Gleichung errechnet:

$$V_{IS(korr.)} = \frac{\sum V_{IS} \cdot m_{IS}}{m_M} \quad (7)$$

Dabei ist

$V_{IS(korr.)}$ Gasvolumen, das aus dem Impfschlamm entwickelt wurde in $m\ell_N$

$\sum V_{IS}$ Summe der Gasvolumina des Versuchs mit Impfschlamm für die betrachtete Versuchsdauer in $m\ell_N$

m_{IS} Masse des für die Mischung benutzen Impfschlammes in g

m_M Masse des im Kontrollversuch benutzen Impfschlammes in g

Das Netto-Gas-Normvolumen des Substrats oder des Referenzsubstrats im Versuch ergibt sich für die gleichen Versuchszeiten als Differenz von Normvolumen des trockenen Gases im Versuch minus dem Normvolumen des trockenen Gases aus dem Impfschlamm. Die spezifische Faulgasproduktion V_s von Substrat oder Referenzsubstrat in Abhängigkeit von der Versuchsdauer berechnet man von Ablesung zu Ablesung schrittweise nach der Gleichung:

$$V_s = \frac{\sum V_n \cdot 10^4}{m \cdot w_T \cdot w_V} \quad (8)$$

Dabei ist

V_s spezifische, auf die Glühverlustmasse bezogene Faulgasproduktion während der Versuchszeit in ℓ_N/kg_{GV}

$\sum V_n$ Netto-Gasvolumen des Substrats oder des Referenzsubstrats für die betrachtete Versuchsdauer in $m\ell_N$

C_{CO_2} measured carbon dioxide concentration in the gas, in % by volume

The batches with seeding sludge only are evaluated in the same way.

A separate test record is maintained for each mixture of substrate, reference substrate and seeding sludge used. The volume of biogas occurring with each test is added cumulatively in that order in which the readings were taken. Changes in the dead volume occurring as the result of changes in temperature and pressure between readings are minor and can therefore be ignored.

For the batches with the mixture of the substrate or of the reference substrate, the proportion of gas production from the seeding sludge in the test is calculated by means of the following equation:

$$V_{IS(korr.)} = \frac{\sum V_{IS} \cdot m_{IS}}{m_M} \quad (7)$$

where

$V_{IS(korr.)}$ gas volume which was released from the seeding sludge, in $m\ell_N$

$\sum V_{IS}$ total of the gas volumes in the test with seeding sludge for the test duration under consideration, in $m\ell_N$

m_{IS} mass of the seeding sludge used for the mixture, in g

m_M mass of the seeding sludge used in the control test, in g

The net gas normal volume of the substrate or of the reference substrate in the test is obtained for the same test times as the difference between the normal volume of the dry gas in the test less the normal volume of the dry gas from the seeding sludge. The specific fermentation gas production V_s from the substrate or reference substrate as a function of the test duration is calculated step by step from reading to reading in accordance with the equation:

$$V_s = \frac{\sum V_n \cdot 10^4}{m \cdot w_T \cdot w_V} \quad (8)$$

where

V_s the specific fermentation gas production relative to the ignition loss mass during the test period, in ℓ_N/kg_{GV}

$\sum V_n$ net gas volume of the substrate or of the reference substrate for the test duration under consideration, in $m\ell_N$

m	Masse des eingewogenen Substrats oder des Referenzsubstrats in g
w_T	Trockenrückstand der Probe oder des Vergleichschlammes in %
w_v	Glühverlust (GV) der Trockenmasse der Probe oder des Vergleichschlammes in %

Das Netto-Methannormvolumen des Substrats oder des Referenzsubstrats im Versuch ergibt sich für die gleichen Versuchszeiten als Differenz von Methannormvolumen im Versuch minus des Methannormvolumens aus dem Impfschlamm. Das Methannormvolumen wird durch Multiplikation des Normvolumens des trockenen Gases mit dem Methangehalt des trockenen Gases errechnet. Steht statt dem Methangehalt nur der Kohlenstoffdioxidgehalt des trockenen Gases zur Verfügung wird der Methangehalt unter der Annahme berechnet, dass sich das trockene Gas nur aus Methan und Kohlenstoffdioxid zusammensetzt.

Analog zur spezifischen Biogasproduktion wird die spezifische Methanproduktion von Substrat oder Referenzsubstrat bestimmt.

Die Werte der spezifischen Biogasproduktion und der spezifischen Methanproduktion von Substrat oder Referenzsubstrat werden als Summenkurven aufgetragen, bezogen auf die Glühverlustmasse zu Versuchsbeginn.

Qualitative Auswertung

Es ist zum Teil schwierig, Störungen der Vergärung von anderen Eigenschaften zu unterscheiden. Störungen treten auf, wenn die Biologie nicht in der Lage ist, die zu verarbeitende Substratmenge sofort umzusetzen. Die Hemmung ist manchmal zeitlich begrenzt oder führt nur zu einem verlangsamten Abbau.

Bild 10 zeigt typische Verläufe von Biogassummenkurven. Die hier abgebildete Netto-Biogasproduktion ist die Differenz der Biogasproduktion aus dem Substrat im Versuch minus der Biogasproduktion aus dem Impfschlamm.

Leicht umsetzbare Substanzen werden schnell zu Biogas umgesetzt, der Kurvenverlauf ist gekennzeichnet durch einen raschen Anstieg der akkumulierten Biogasmenge. Schwer abbaubare Substanzen (z.B. ligninhaltige Stoffe, einige Fette) zeigen eine verzögerte Gasbildungskurve. Dieser Kurvenverlauf kann auch auf eine leichte Hemmung zurückzuführen sein. Erfolgt der Abbau in zwei Schritten (stufenartiger Treppenverlauf), so kann dies auf eine zweiphasige Umsetzung zurückgeführt werden (Diauxie). Eine starke oder vollständige Hemmung führt zu einer negativen Biogasnettoproduktion, das heißt die Gasbildung liegt unterhalb des Ansatzes der Nullprobe.

m	mass of the weighed-in substrate or of the reference substrate, in g
w_T	dry residue of the sample or of the reference sludge, in %
w_v	loss on ignition (GV) of the dry mass of the sample or of the reference sludge, in %

The net methane normal volume of the substrate or of the reference substrate in the test is obtained for the same test times as the difference between the normal volume of the methane in the test less the normal volume of the methane from the seeding sludge. The methane normal volume is calculated by multiplying the normal volume of the dry gas by the methane content of the dry gas. If only the carbon dioxide content of the dry gas is available rather than the methane content, the methane content is calculated under the assumption that the dry gas is composed only of methane and carbon dioxide.

The specific methane production of the substrate or reference substrate is determined in a manner analogous to the specific biogas production.

The values for the specific biogas production and for the specific methane production from the substrate or reference substrate are plotted as cumulative frequency curves with respect to the ignition loss mass at the start of the test.

Qualitative evaluation

It is in some cases difficult to distinguish problems with the fermentation from other properties. Problems will occur when the biology is not capable of converting immediately the quantity of substrate which is to be processed. Inhibition is frequently time-limited or only results in a decelerated degradation process.

Figure 10 shows some typical shapes for biogas cumulative frequency curves. The net biogas production in the diagram is the difference between the biogas production from the substrate in the test less the biogas production from the seeding sludge.

Easily convertible substances are converted rapidly into biogas and the corresponding curve is characterized by a steep increase in the accumulated biogas quantity. Substances which degrade with difficulty (such as substances containing lignin, a few fats) exhibit a retarded gas formation curve. The shape of this curve can also be due to slight inhibition. If degradation takes place in two stages (the curve resembles stairway steps), this may be due to a two-phase decomposition (diauxia). Strong or complete inhibition results in a negative net biogas production – in other words, gas formation is less than the batch from the zero sample. In addition to the curve shapes shown

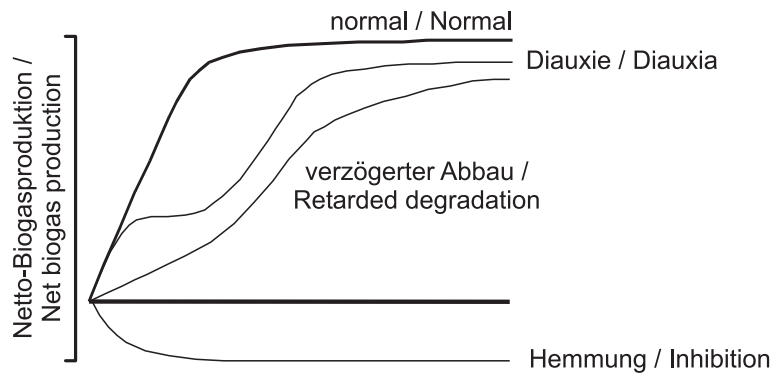


Bild 10. Typische Verläufe von Gasbildungskurven

Figure 10. Typical shapes of gas formation curves

Neben diesen aufgezeigten Kurvenverläufen gibt es eine Vielzahl von Mischformen.

here there is a large number of mixed forms.

7.4 Untersuchungsbericht bzw. Versuchsprotokoll

Im Anhang befinden sich beispielhafte Formblätter zur Dokumentation der Versuchsergebnisse (Anhang E) und Versuchsauswertung (Anhang F). Insgesamt sollte sichergestellt werden, dass die folgenden Punkte dokumentiert werden:

- Beschreibung des Substrats
- Beschreibung des Impfschlammes
- Beschreibung des Gärtestansatzes
- Dokumentation der Biogasbildung
- Qualitative Beschreibung des Gärverlaufs mit Angabe des pH-Werts des Gäransatzes bei Beendigung des Gärtests

Bei der Ermittlung einer spezifischen Biogasbildung, ausgedrückt in ℓ_N Biogas/kg_{oTS} ist zu berücksichtigen, dass bei Substraten mit einem hohen Anteil leicht flüchtiger Substanzen (z.B. organischer Säuren bei Silagen oder Schlempen) der im Trockenschrank und Muffelofen bestimmte oTS eine verfälschte Bezugsgröße hinsichtlich des ermittelten Biogaspotenzials darstellt und sich dann ein erhöhter Wert ergibt. Um diesen Wert zu korrigieren können entsprechend der DIN 38414-19 die im Wasserdampf flüchtigen Säuren und gegebenenfalls Milchsäure bestimmt und dem oTS hinzugerechnet werden. Eine Konzentration von 10000 mg/l Essigsäureäquivalente bedeutet eine Erhöhung des oTS-Gehalts bezogen auf die Feuchtmasse um 1 % absolut.

8 Gärversuche – Kontinuierliche Verfahren

Die apparativen Anforderungen und der Betreuungsaufwand bei kontinuierlichen Gärtestversuchen sind im Vergleich zum Batch-Test wesentlich höher. Des-

7.4 Analysis report or test record

In the annex will be found examples of forms for documenting the test results (Annex E) and for test evaluation (Annex F). Efforts should be made to ensure that the following points are documented:

- Description of the substrate
- Description of the seeding sludge
- Description of the fermentation test batch
- Documentation of biogas formation
- Qualitative description of the course of fermentation and quoting the pH value of the fermentation batch when the fermentation test ended

When determining a specific biogas formation, expressed in ℓ_N biogas/kg_{oTS} it is necessary to take into account that in the case of substrates with a high proportion of readily volatile substances (such as organic acids in the case of silage or stillage) the organic dry matter determined in the drying oven and muffle furnace constitutes a falsified reference variable with regard to the determined biogas potential and thus yields a higher value. To correct this value, the volatile acids in the water vapour (and also the lactic acids, if applicable) can be determined in accordance with DIN 38414-19 and added to the organic dry matter. A concentration of 10000 mg/l acetic acid equivalent means an increase of 1 % absolute in the oTS content with respect to the moist mass.

8 Fermentation tests: continuous procedures

The apparatus requirements and amount of necessary supervision are considerably greater with continuous fermentation test trials than with the batch test. For

halb bedarf die Entscheidung zu Installation und Betrieb einer kontinuierlichen Gärversuchsanlage einer sorgfältigen Aufwand/Nutzen-Analyse.

Eine Reihe versuchstechnischer Zielstellungen lässt sich nur mit kontinuierlicher Prozessführung erreichen. Dazu gehören:

- Grundlagenuntersuchungen zum anaeroben Prozess bezüglich organischer Raumbelastung, mittlerer Verweilzeit und Biomasseverweilzeit, mehrphasiger Prozessführung, Bildung und Akkumulation von Stoffwechselzwischenprodukten und ihrem Einfluss auf die Prozessstabilität, Effizienz, Bewertung von Schockbelastungen und qualitativen Schwankungen der Substratzusammensetzung sowie Hemmungen und Limitierungen im Dauerbetrieb.
- Versuchsprogramme, die über den Versuchszeitraum umfangreiche Messungen einer Vielzahl von Parametern in der Gas- und Flüssigphase erfordern und dadurch die Bereitstellung von größeren Probenmengen bedingen.

Bei den üblicherweise verwendeten Testvolumina für Batch-Tests sind in der Regel nur Start- und Endproben verfügbar. Außerdem verhindern die geringen Abmessungen und die Geometrie der Gärtestflaschen die Installation der meisten handelsüblichen Messsonden für Online-Messungen im Versuch.

- Untersuchungen zur optimierten Substratzufuhr, zu Steuer- und Regelungsstrategien, zum Anfahrregime, zu Stressfaktoren, zu Reaktorkonzepten (kontinuierlich durchmischter Reaktor; Pfropfenströmungs-Reaktor) und zu Viskositätseinflüssen.
- Weiterführende Untersuchungen an den Gärprodukten (Gärrückstand, Biogas), die nur im kontinuierlichen Betrieb in solcher Menge gesammelt werden können, dass belastbare Ergebnisse aus Folgetests erzielbar sind.
- Einsatz von Substratqualitäten, die nach erfolgter Vorbehandlung des Roh-Inputs dem großtechnisch eingesetzten Gärzulauf nahe kommen, um bezüglich Partikelgröße u.Ä. vergleichbare Bedingungen zu erhalten.
- Elimination des Faulschlammeinflusses auf den Versuch, durch Nutzung einer adaptierten Biozönose im Langzeitversuch sowie der Ausschluss von Verfälschungen, wie beim Batch-Test, infolge der hohen Ansatzverdünnung.

Nicht sinnvoll oder nicht geeignet oder nicht durchführbar sind kontinuierliche Gärtests, wenn

- keine ausreichenden Probenmengen verfügbar sind,
- Risikomaterial untersucht werden soll,

this reason any decision to install and operate a continuous fermentation test installation calls for a careful costs/benefits analysis.

There is a number of test objectives which cannot be achieved without the use of continuous process control. These include:

- Basic principle investigations into the anaerobic process as regards organic loading rate per unit volume, mean residence time and biomass residence time, multiphase process control, formation and accumulation of metabolic intermediates and their influence on process stability or efficiency, evaluation of shock loads and qualitative fluctuations in the substrate composition as well as inhibitions and limitations in continuous operation.
- Test programmes which over the test period call for extensive measurements of a large number of parameters in the gas and liquid phases and thus require the supply of larger sample quantities.

As a rule with the test volumes normally used for batch tests only starting and final samples are available. Furthermore the small sizes and the shape of fermentation test flasks rule out the installation of most proprietary measuring probes for on-line measurements during the test.

- Investigations into optimized substrate feed, open and closed-loop control strategies, start-up operation, stress factors, reactor designs (continuously mixing reactor; plug-flow reactor) and into viscosity influences.
- More advanced investigations into the fermentation products (fermentation residue, biogas) which can only be collected under continuous operation in the quantities which permit usable results to be obtained from subsequent tests.
- Use of substrate qualities which following pretreatment of the raw input material come close to the industrial-scale fermentation feedstocks so as to produce comparable conditions with regard to particle size and the like.
- Elimination of the influence of digested sludge on the test, by the use of an adapted biocoenose in the long-term test as well as the exclusion of falsifications (as in the batch test) arising from high dilution of the batch.

Continuous fermentation tests do not make sense, are not appropriate or are not conductible if

- no adequate sample quantities are available
- hazardous material is to be investigated

- die umweltgerechte Entsorgung größerer Mengen an Versuchsrückständen Schwierigkeiten bereitet oder unmöglich ist,
- der verfügbare Zeitrahmen eine kontinuierliche Testreihe nicht gestattet,
- die Erlangung prinzipieller Aussagen zur Gärfähigkeit den Aufwand kontinuierlicher Versuche nicht rechtfertigt und auch im Batch-Test möglich ist.

Für breit angelegte Versuchsprogramme ist die Kombination von Batch-Tests und kontinuierlichen Untersuchungen zu prüfen, wobei der kontinuierliche Versuch die langzeitlichen Prozessbedingungen simuliert, während mit einer Vielzahl paralleler Batch-Tests prinzipielle Ergebnisse zum Einfluss relevanter Parametervariationen gewonnen werden.

8.1 Methodik

8.1.1 Ziele

Ziel der Gärversuche muss es unter den definierten Notwendigkeiten zur Durchführung kontinuierlicher Untersuchungen sein, verlässliche langzeitliche Daten über die Gasausbeute und die stoffliche Zusammensetzung des Gases zu erhalten und ein möglichst umfassendes Bild über den Abbau der Organik, den Gärverlauf und eventuell auftretende Störungen des Abbauprozesses zu gewinnen (Tabelle 5).

Mit Hilfe kontinuierlicher Gärversuche kann fernerhin ermittelt werden, wie sich die physikalisch-chemischen Eigenschaften der Substrate auf den Gärprozess auswirken und welche Prozessbedingungen eingestellt werden müssen, um einen optimalen Abbau und Gasertrag zu erzielen. Kontinuierliche Gärversuche liefern somit bereits erste Aussagen über die Leistungsfähigkeit und die Belastungsgrenzen des Prozesses, die zur Anlagenauslegung und für den Anlagenbetrieb benötigt werden.

Die Versuchsergebnisse kontinuierlicher Gärtests können dazu genutzt werden, die Eignung einzelner potenzieller Gärsubstrate für eine anaerobe Behandlung zu bestimmen, Störungen des Gärprozesses auf Grund von Mangelstoffen zu erkennen und die Handhabungs- sowie Verwertungs- oder Entsorgungsbedingungen für die Gärrückstände zu beurteilen.

8.1.2 Besonderheiten

Da nur die Abarbeitung einer komplexen Aufgabenstellung den Aufwand eines kontinuierlichen Gärversuches vertretbar macht, sollten das Arbeitsvolumen und die Geometrie des Versuchsreaktors die wartungsfreundliche Installation einer Vielzahl von Messsonden und Probenahmemöglichkeiten gestatten. Außerdem muss die Prozessregelung (Mischung,

- it is difficult or impossible to dispose of larger quantities of test residues in an environmentally friendly manner
- the time frame available does not permit a continuous test series
- obtaining general conclusions about fermentability does not justify the expense of continuous tests and is possible even in the batch test.

For broadly designed test programmes the combination of batch tests and continuous tests should be checked: here the continuous test simulates long-term process conditions while a large number of batch tests running in parallel deliver results concerning the influence of relevant parameter variations.

8.1 Methodology

8.1.1 Objectives

The objective of the fermentation tests, under the defined necessities, must be to carry out continuous investigations, to obtain reliable long-timebase data about the gas yield and the material composition of the gas, and to build up the most comprehensive picture possible regarding the degradation of the organic material, the course of fermentation, and any problems in the degradation process which may occur (Table 5).

With the aid of continuous fermentation tests it will also be possible to determine how the physico-chemical properties of the substrates affect the fermentation process and what process conditions must be put in place in order to achieve an optimum degradation and gas yield. Continuous fermentation tests thus deliver the first useful information about the capabilities and the loading limits of the process which is needed for designing and running the installation.

Test results from continuous fermentation tests can be used for determining the suitability of individual potential fermentation substrates for an anaerobic treatment, for detecting problems in the fermentation process arising from deficient substances, and for assessing handling, recycling or disposal conditions for the fermentation residues.

8.1.2 Special aspects

Since it is only the execution of a complex task which makes acceptable the outlay involved in a continuous fermentation test run, the working capacity and the shape of the test reactor should make it a fairly straightforward matter to install and maintain a large number of measurement sensors and sampling devices. In addition, it must be possible to integrate

Tabelle 5. Einstell- und Bestimmungsgrößen kontinuierlicher Gärversuche

Einstellgrößen	Einheit
Temperatur	°C, K
Substratzusammensetzung	%TS, %oTS, mgCSB/ℓ, mgKN/ℓ, mgNH ₄ -N/ℓ
Substrat-Partikelgröße	mm
Raumbelastung	goTS/(ℓ · d)
hydraulische Verweilzeit	d
Messgrößen	Einheit
pH-Wert	–
Redox-Potenzial	mV
Biogasrate	ℓ/d
Biogasausbeute	ℓBiogas/kgFM _{zugef.} , ℓBiogas/kgoTS _{zugef.}
Methanausbeute	ℓMethan/kgFM _{zugef.} , ℓMethan/kgoTS _{zugef.}
Biogasproduktivität	ℓBiogas/(ℓReaktorvol. · d)
Methanproduktivität	ℓMethan/(ℓReaktorvol. · d)
Gaszusammensetzung	Vol.-% CH ₄ , Vol.-% CO ₂ , ppmV H ₂ S
Abbaugrad	%
Gärrückstand-Zusammensetzung	%TS, %oTS, mgCSB/ℓ, mgKN/ℓ, mgNH ₄ -N/ℓ

Table 5. Settings and output variables in continuous fermentation tests

Settings	Unit
Temperature	°C, K
Substrate composition	%TS, %oTS, mgCOD/ℓ, mgKN/ℓ, mgNH ₄ -N/ℓ
Particle size of substrate	mm
Loading rate per unit volume	goTS/(ℓ · d)
Hydraulic residence time	d
Measured variables	Unit
pH value	–
Redox potential	mV
Biogas rate	ℓ/d
Biogas yield	ℓbiogas/kgFM _{input} , ℓbiogas/kgoTS _{input}
Methane yield	ℓmethane/kgFM _{input} , ℓmethane/kgoTS _{input}
Biogas productiveness	ℓbiogas/(ℓreactor vol. · d)
Methane productiveness	ℓmethane/(ℓreactor vol. · d)
Gas composition	CH ₄ % by volume, CO ₂ % by volume, ppmV H ₂ S
Degree of degradation	%
Composition of fermentation residues	%TS, %oTS, mgCSB/ℓ, mgKN/ℓ, mgNH ₄ -N/ℓ

Temperierung, Zu- und Ablauf des Gärgutes u. Ä.) integrierbar sein. Zudem ist für das Handhaben von quasi-originalen Substraten die Einhaltung von Mindestquerschnitten erforderlich, um die Gefahr von Verstopfungen zu minimieren. Daraus resultiert die Tendenz zu größeren Behälterabmessungen.

closed-loop process control (mixing, temperature control, intake and discharge of the fermentation material, and the like). As regards the handling of quasi-original substrates, it is also important that minimum cross-section requirements are observed so as to minimize the risk of clogging and blockages. This results in a trend towards larger-sized containers.

Dem entgegen steht der zunehmende Aufwand für Transport, Konditionierung, Lagerung, Dosierung und letztendlich Entsorgung des Versuchsmaterials, um die gewünschte hydraulische Verweilzeit im Reaktor zu gewährleisten. Außerdem wächst der Aufwand für die Reaktordurchmischung und die Beheizung. Als Kompromiss findet man im praktischen Einsatz kontinuierlich arbeitende Labor- und Versuchsfeldreaktoren zwischen 5 ℓ und 2 m³.

Für die Versuchsplanung ist das Verweilzeitverhalten des bevorzugt eingesetzten vollständig durchmischten Reaktors zu beachten. Bei einer Änderung des Eingangssubstrates sind im Reaktor erst nach Ablauf von drei bis fünf hydraulischen Verweilzeiten wieder konstante Verteilungen auf einem neuen Niveau zu erwarten (Bild 11).

In Abhängigkeit von den geplanten Testreihen ist damit die notwendige Gesamtversuchszeit abzuschätzen und dafür die Substratbereitstellung zu sichern. Wird konstante Substratqualität für den geplanten Zeitraum gefordert, ist dieses stabilisiert (gekühlt oder eingefroren) einzulagern oder bei wenig veränderter Zusammensetzung am Anfallort jeweils in Intervallen frisch abzufassen.

Bei biologisch leicht abbaubaren Substraten empfiehlt sich ein Einfrieren von Tageschargen bei ca. –25 °C, die jeweils erst kurz vor der Reaktorbeschickung aufgetaut werden. Je geringer die Substratverfügbarkeit und je aufwändiger die erforderliche Konditionierung vor der Vergärung ist, desto kleiner muss das nutzbare Gärvolumen angesetzt werden.

This is, however, opposed by the increasing costs of transportation, conditioning, storage, metered dispensing, and ultimately the disposal of the test materials in order to ensure the desired hydraulic residence time in the reactor. There is also the increased outlay on achieving a thorough mixing of the reactor contents and on heating. What is found as a compromise in practical service are continuously operating laboratory and pilot-scale reactors with capacities between 5 ℓ and 2 m³.

Attention should be paid in test planning to the residence time behaviour of the thoroughly mixed reactor which is preferably to be used. In the event of a change in the input substrate, it is not until three to five hydraulic residence times have passed that a restored constancy of distributions at a new level can be expected in the reactor (Figure 11).

The total testing time necessary will depend on the test series planned and the substrate needed should be secured. If a constant quality of substrate is required for the planned time period it will need to be stored in a stabilized form (cooled or frozen) or, in the case of a slightly changed composition, regularly made up freshly at the place of origin.

In the case of substrates which can be readily degraded biologically it is recommended that daily batches be frozen at about –25 °C and that each batch be thawed out just before being loaded into the reactor. The lower the availability of the substrate and the more effort has to be applied to the conditioning it requires before fermentation, the smaller the usable fermentation volume will need to be.

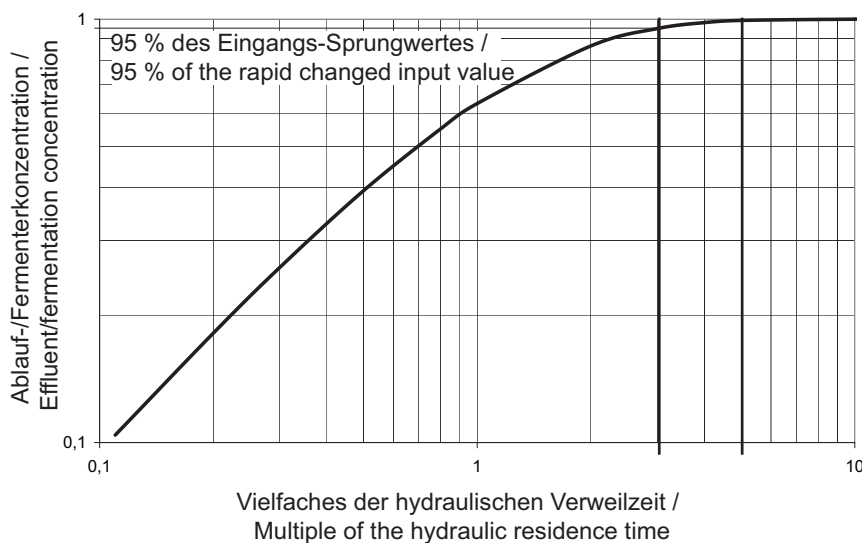


Bild 11. Theoretischer Verlauf des Verweilzeitverhaltens eines kontinuierlich durchmischten Reaktors in Abhängigkeit einer sprunghaften Änderung der Eingangskonzentration zu der Zeit $t = 0$

Figure 11. Theoretical curve for residence time behaviour of a continuously mixed reactor as a function of a rapid change in the input concentration at time $t = 0$

Der Versuchsaufbau muss so gestaltet sein, dass ein Luftsauerstoffeintrag oder ein Biogasaustrag ausgeschlossen ist. Die gesamte Versuchsanordnung muss daher vor Versuchsbeginn auf Dichtigkeit überprüft werden. Vor allem bei Verwendung von Rührreinrichtungen und Schlauchverbindungen ist eine besonders sorgfältige Überprüfung erforderlich.

Problematisch beim kontinuierlich betriebenen Versuchsreaktor ist die Bilanzierung der Biogausausbeute auf der Basis von Zu- und Ablauf. Da der Ablauf immer anteilig die Zulaufänderungen der letzten drei bis fünf Verweilzeiten widerspiegelt, sind belastbare Ergebnisse nur zu erwarten, wenn die Zulaufqualität während dieses Zeitraumes annähernd konstant bleibt.

Außerdem dürfen keine Anreicherungen (in Schwimm- und Sinkschichten) im Reaktor erfolgen. Inkohärenzen lassen sich durch statistisch abgesicherte Mittelung der Ergebnisse über verlängerte Versuchszeiträume ausgleichen.

8.2 Untersuchungsmethode

Die Untersuchungsmethode hängt davon ab, ob mit dem kontinuierlichen Gärtest eine prinzipielle Aussage zur Abbaubarkeit und zum Gasertrag eines Gärsubstrates ermittelt werden soll, oder ob prozessspezifische Informationen zu bestimmen sind, die dann nur für das erprobte Verfahren Gültigkeit haben.

Für den kontinuierlichen anaeroben Abbau existieren derzeit noch keine normierten Testverfahren, weshalb im Folgenden bewährte kontinuierliche Versuchstechniken aus der Forschung als Entscheidungshilfe für Aufbau und Betrieb solcher Apparaturen vorgestellt und diskutiert werden.

8.2.1 Einfacher kontinuierlicher Gärtest

Ein Testsystem für kontinuierliche anaerobe Versuche besteht prinzipiell aus einem gasdichten und thermostatisierten Reaktor mit Zu- und Ablauf, einem Gasentnahmestutzen zum Auffangen des gebildeten Biogases, einem Probenahmestutzen sowie Messeinrichtungen zur Überwachung der Temperatur und im Bedarfsfall zur Regelung des pH-Wertes (Bild 12).

Die Größe des gewählten Arbeitsvolumens wird durch die Inhomogenität und die Stückigkeit der Substrate bestimmt.

Die Zugabe des Gärsubstrats kann nur im Ausnahmefall durch Pumpen oder Presskolben erfolgen, da in der Regel die Original-Partikelgrößen der Gärsubstrate eingesetzt werden. Eine zuverlässige Dosierung ist im Labormaßstab daher meist nur durch externe

The test set-up must be designed such that entry of atmospheric oxygen or escape of biogas is excluded. For this reason the complete test apparatus must be tested for leaks before testing commences. Particularly when pipe fittings or hose connections are used, an especially careful check is required.

What is problematic with continuously operating test reactors is balancing the biogas yield on the basis of inflows and outflows. Since the outflow always proportionally reflects inflow changes of the last three to five residence times, usable results can only be expected when the inflow quality remains more or less constant during this time period.

In addition, no enrichments (in scum or settled material) should occur in the reactor. Incoherences can be neutralized by means of statistically well-founded averaging of the results over extended testing time periods.

8.2 Experimental methods

The experimental method applied will depend on whether a general statement is to be made regarding degradability and the gas yield of a fermentation substrate on the basis of the continuous fermentation test or whether process-specific information is to be obtained which will then be used solely for the tried and tested procedure.

Currently no standardized test procedures exist for continuous anaerobic degradation. For this reason we must confine ourselves in what follows to describing and discussing some tried and tested continuous testing techniques from the research field as decision-making aids for designing and operating apparatus of this kind.

8.2.1 Simple continuous fermentation test

A test system for continuous anaerobic tests basically consists of a gastight and thermostatted reactor with infeed and outlet, a gas offtake connection for collecting the biogas which forms, a sampling connection and also measurement devices for monitoring the temperature and if need be for regulating the pH value (Figure 12).

The selected working volume will be determined by the inhomogeneity and the chunkiness of the substrates.

Only in exceptional cases the fermentation substrate may be added by means of pumps or feed rams since, as a rule, the original particle sizes of the fermentation substrate are used. For this reason dependable metered dispensing on the laboratory scale is usually

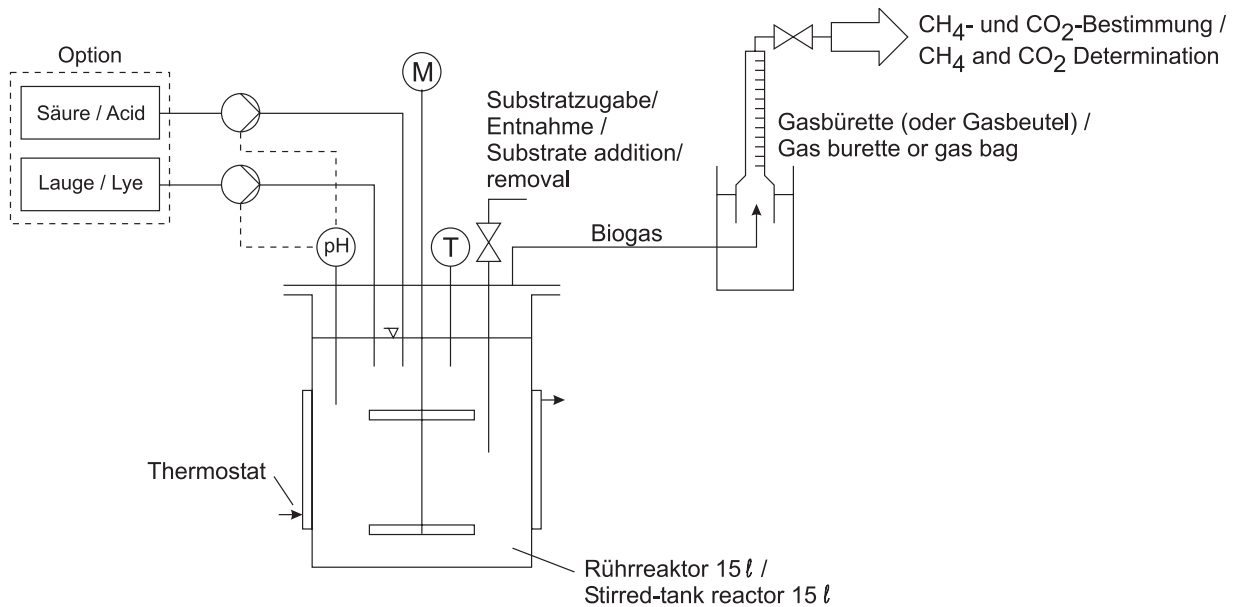


Bild 12. Prinzipieller Aufbau einer kontinuierlichen/semi-kontinuierlichen Gärtesteinheit

Figure 12. Basic structure of a continuous/semi-continuous fermentation test unit

Wägung und händische Substratzugabe möglich, die aus arbeitstechnischen Gründen allgemein nur ein- bis zweimal pro Tag durchgeführt wird. Die Zugabe erfolgt über ein kopfseitig angeordnetes Tauchrohr, über das gleichzeitig vor der Beschickung eine adäquate Menge an Gärückstand abgezogen wird. Vor der Reaktorbeschickung wird das Gärsubstrat allgemein mit einer geringen Menge Gärückstand vermengt, um die Substratzugabe zu erleichtern und eine schnelle Vermischung mit dem Reaktorinhalt zu erreichen. Sofern das Substrat einen hohen, biologisch nicht-abbaubaren Feststoffanteil enthält, muss zur Einhaltung eines konstanten Trockensubstanzgehaltes im Reaktor das Substrat vorher mit Wasser oder abgetrennter Prozessflüssigkeit verdünnt werden. Die bei Verdünnung mit Wasser erzielten Daten geben dabei Auskunft über das reine Abbau- und Gärverhalten des Substrats, wohingegen bei Rückführung von Gärflüssigkeit die durch Anreicherung von Nährstoffen und anderen gelösten Komponenten verursachten Hemmeffekte mit erfasst werden, die für das Abbau- und Gärverhalten unter Praxisbedingungen bestimmend sein können.

Für eine ausreichende Vermischung und Entgasung genügt allgemein ein Rühren bei niedrigen Drehzahlen von 50 min^{-1} bis 100 min^{-1} . Sofern das Substrat nicht zur Entmischung neigt, ist ein kurzzeitiges Rühren von wenigen Minuten pro Stunde ausreichend. In der Regel kann auf eine pH-Regelung verzichtet werden, da sich selbst bei Einsatz von Substraten mit sehr niedrigem pH-Wert ein stabiler Wert

only possible when the substrate is weighed externally and added by hand. Generally this can only be done once or twice daily for reasons related to work organization, personnel deployment or the like. Substrate is added via a dip tube located at the head end. At the same time the tube removes a sufficient quantity of fermentation residue. The fermentation substrate is generally mixed with a small quantity of fermentation residue before being fed into the reactor in order to make adding substrate easier and ensure rapid mixing with the reactor contents. If the substrate has a high, biologically non-degradable solids content, the substrate will need to be diluted first with water or extracted process liquid in order to ensure the dry matter content in the reactor is kept constant. The data obtained when there is dilution with water will provide information about the pure degradation and fermentation behaviour of the substrate, while in contrast when fermentation liquid is fed back in, the inhibitory effects caused by enrichment with nutrients and other dissolved components will also be recorded and these can be of decisive importance to degradation and fermentation behaviour on the industrial scale.

In general stirring at low speeds between 50 min^{-1} and 100 min^{-1} will suffice to ensure adequate mixing and degassing. If the substrate does not tend to unmix, a short period of stirring of just a few minutes each hour will be sufficient. As a rule it is possible to dispense with pH regulation since a stable pH value of more than 7 will establish itself automatically when substrates with very low pH values are used

von $pH > 7$ einstellt, sofern ein ausgewogenes C/N-Verhältnis vorliegt. Die täglich produzierte Gasmenge wird in einer Gasburette oder mittels Gasbeutel aufgefangen und anschließend einer Gasmessstrecke zur Bestimmung der Hauptbestandteile zugeführt (Bild 13), sofern die Gasmessung nicht in die Versuchsanlage online integriert ist (Bild 15).

Hierzu ist das Gas zunächst zu trocknen und mittels Gaspumpen den Analysatoren für Schwefelwasserstoff, Methan und Kohlenstoffdioxid zuzuführen. Zur Ermittlung des Gasvolumens wird das Gas anschließend über einen Präzisionsgaszähler abgeführt. Um die Messdauer zu verkürzen, kann ein Teilstrom des Gases über einen Bypass an den Gasanalysatoren vorbeigeführt werden.

Zur Bewertung des Abbauverhaltens sowie des Gasertrags muss der kontinuierliche Gärtestversuch bei unterschiedlichen Raumbelastungen oder unterschiedlichen mittleren Verweilzeiten durchgeführt werden. Zu Versuchsbeginn wird der Rührreaktor in der Regel mit einem bereits vorgezuchteten adaptierten Impfschlamm befüllt und mit der Substratzugabe bei einer niedrigen Raumbelastung B_R von etwa $0,5 \text{ kgOTS}/(\text{m}^3 \cdot \text{d})$ begonnen. Sobald die tägliche Methanproduktion P_{CH_4} über erfahrungsgemäß mindestens vier Tage konstant ist, kann die Raumbelastung um jeweils 0,5 Einheiten erhöht werden (Bild 14).

In den meisten Fällen kann alle 14 Tage eine Erhöhung der Raumbelastung vorgenommen werden. Diese Steigerung der Raumbelastung wird solange

provided there is a balanced C/N ratio. The quantity of gas produced each day is collected in a gas burette or gas bags and then sent to a gas measurement section to determine the main components (Figure 13) unless on-line gas measurement is integrated into the test apparatus (Figure 15).

First of all, the gas should be dried and then sent by means of gas pumps to the analyzers for hydrogen sulphide, methane and carbon dioxide. The gas is then taken off via a precision gas meter in order to determine the gas volume. Some of the gas can be routed around the gas analyzers via a bypass in order to shorten the duration of the test.

Evaluation of the degradation behaviour and the gas yield requires the continuous fermentation test to be run at different loading rates per unit volume or with different mean residence times. At the beginning of the test the stirred-tank reactor is usually filled with a pre-cultivated adapted seeding sludge and addition of substrate is started at a low loading rate per unit volume B_R of about $0,5 \text{ kgOTS}/(\text{m}^3 \cdot \text{d})$. As soon as the daily methane production P_{CH_4} is constant over at least four days (empirical value), the loading rate per unit volume can be increased by 0,5 units (Figure 14).

In most cases the loading rate can be raised every 14 days. This process of increasing the loading rate is continued until the specific gas productivity no

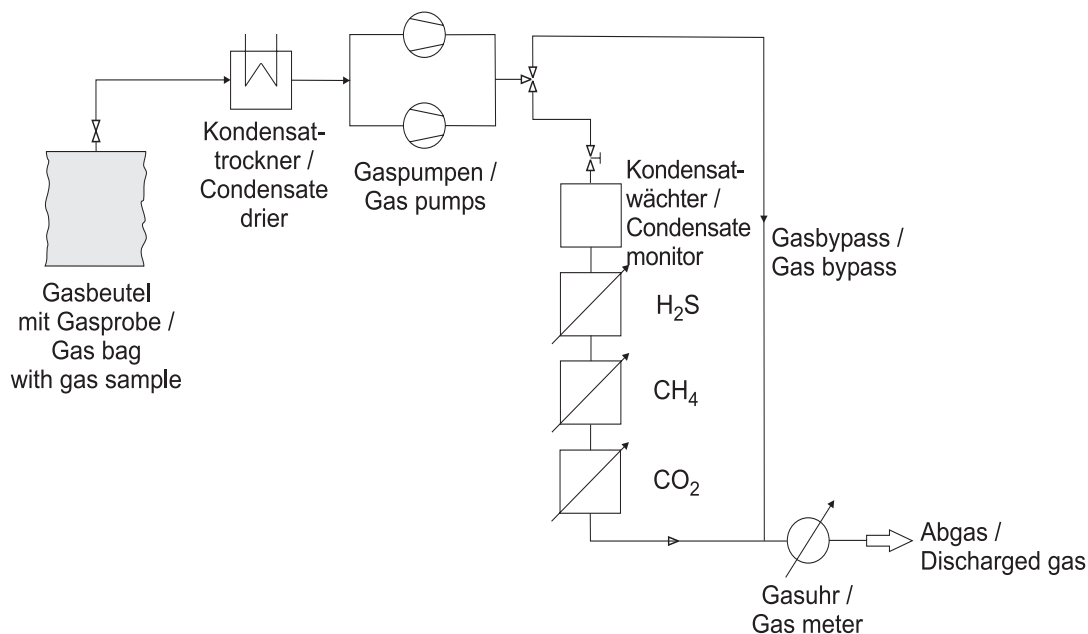


Bild 13. Messstrecke zur Gasqualitäts- und Volumenbestimmung

Figure 13. Measurement section for determining gas quality and volume

fortgeführt, bis die spezifische Gasproduktivität bei Erhöhung der Raumbelastung nicht weiter zunimmt oder sogar abnimmt.

Sobald dieser Betriebszustand erreicht ist, liegt eine Überlastung des Systems vor. Solange die Gasproduktivität linear zur Raumbelastung zunimmt, ist die Abbaukapazität des Systems größer als die zugeführte Fracht, so dass aus den gewonnenen Gasertragsdaten der maximale erzielbare Abbaugrad errechnet werden kann. Dabei ist zu beachten, dass sich die Substrateigenschaften im Reaktor zum Zeitpunkt der Erhöhung der Raumbelastung in der Regel noch nicht im stationären Gleichgewicht befinden, da dieser Zustand erst nach Ablauf von mindestens drei hydraulischen Verweilzeiten erreicht ist. Die Berechnung des Abbaugrades über eine Bilanzierung der Zu- und Abflüsseigenschaften des Substrats ist daher zu diesem Zeitpunkt fehlerbehaftet. Für die Beprobung des Reaktorablaufs müssen mindestens drei hydraulische Verweilzeiten abgewartet werden, wodurch sich der Zeitaufwand für die kontinuierlichen Gärversuche unverhältnismäßig stark erhöht. Daher wird in der Regel auf eine Berechnung des Abbaugrades über die Bilanzierung der Substratphase verzichtet.

longer increases – or even falls – when the loading rate is increased.

As soon as this operational state is reached, the system may be regarded as overloaded. As long as gas productivity increases linearly with respect to the loading rate per unit volume, the degradation capacity of the system will be greater than the material fed in, which means that it is possible to calculate the maximum achievable level of degradation from the gas yield figures obtained. It should be borne in mind here that the substrate properties in the reactor at the time when the loading rate was increased are usually not yet in steady-state equilibrium since this state is not reached until at least three hydraulic residence times have elapsed. For this reason, if the degree of degradation is calculated by means of a balancing of the incoming and outgoing properties of the substrate at this point in time, it will be encumbered with errors. Before sampling activity in the reactor it is necessary to wait at least three hydraulic residence times; this means a disproportionately marked increase in the time required for continuous fermentation tests. Accordingly the degree of degradation is not usually calculated by means of balancing of the substrate phase.

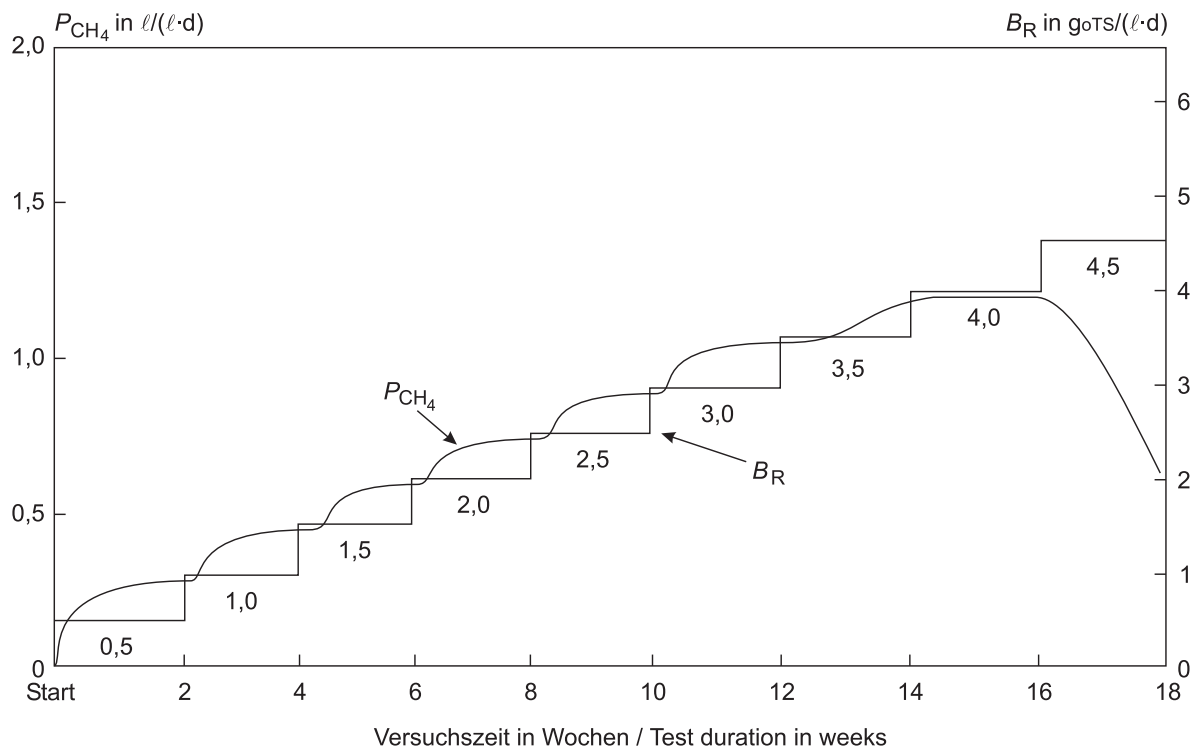


Bild 14. Zeitlicher Verlauf eines kontinuierlichen Gärtestversuchs – Darstellung zum zeitlichen Verlauf eines Gärversuchs zur Ermittlung der maximal erreichbaren organischen Raumbelastung an Hand der gemessenen spezifischen Biogasproduktion

Figure 14. Time plot of a continuous fermentation test: the progress of a fermentation test to determine the maximum achievable organic loading rate per unit volume using the measured specific biogas production

In Abhängigkeit vom Untersuchungsziel werden die Reaktoren im mesophilen (33 °C bis 42 °C) oder thermophilen (50 °C bis 55 °C) Temperaturbereich betrieben. Sofern überprüft werden soll, ob der Abbau durch einen Mangel an Nährstoffen oder Spurenelementen limitiert wird, kann zusätzlich eine Spurenelement-/Nährstofflösung kontinuierlich zudosiert werden.

8.2.2 Komplexer kontinuierlicher Gärtest

Das Verfahrensfliessbild eines komplexen anaeroben Gärtests in Bild 15 zeigt exemplarisch die versuchstechnischen Möglichkeiten zur experimentellen Untersuchung auch komplizierter prozesstechnischer Zusammenhänge. Dargestellt ist der Versuchsaufbau für die Untersuchungen eines Zweiphasenprozesses mit getrennter Hydrolyse und Methanisierung. Dazu wird das Substrat zuerst in der Hydrolysestufe unter definierten Prozessbedingungen mikrobiell verflüssigt und versäuert und dieses Hydrolysat dann der Methanisierungsstufe als eigentlichem Methanbildungsprozess zugeführt. Diese Prozessführung ist problemspezifisch und nicht zwingend. Bei Substratdosierung direkt in den Methanisierungsreaktor wird dieser als Mischgärung mit simultaner Hydrolyse und Methanisierung betrieben.

Der Substratdurchlauf ist automatisiert; ebenso die Temperierung der Gärstufe. Online gemessen werden Temperaturen und pH-Werte sowie Gasmenge und -zusammensetzung (CH₄, CO₂; weitere Komponenten sind möglich wie H₂S, NH₃, O₂, N₂, CO, H₂).

Mit labortechnischen Mitteln ist das Versuchsmaterial so aufzubereiten, dass es in der verfügbaren Versuchsanlage einsetzbar ist. Rohzustand, Aufbereitung und Gär suspension sind zu dokumentieren, um die späteren Ergebnisse bezüglich ihrer Praxisrelevanz bewerten zu können.

Die Beschickung/Entnahme des Reaktors erfolgt in der Regel in Intervallen (quasi-kontinuierlich), da bei den geringen Absolutmengen eine kontinuierliche Förderung kaum realisierbar ist. Während bei einfachen Versuchsanlagen die Dosierung meist von Hand (Abschnitt 8.2.1) ein- oder mehrmals tagsüber und häufig mit Aussetzern an den Wochenenden erfolgt, haben komfortablere Anlagen eine Automatikdosierung mit frei programmierbaren Dosierintervallen.

Kontinuierliche Messungen in der Gasphase sind ebenfalls wegen der geringen anfallenden Gasmen gen mit handelsüblichen Gasanalysatoren nur schwer möglich. Hier kann man sich helfen, indem eine grö ßere Gasmenge über den Reaktorkopf im Kreislauf gefördert wird. In diesem Gasstrom arbeiten dann die Detektoren. Dieser Gasstrom muss jedoch kontinu-

Depending on the purpose of testing, the reactors are run either in the mesophilic (33 °C to 42 °C) or in the thermophilic (50 °C to 55 °C) temperature range. If a check is to be made to see whether degradation is being limited by a lack of nutrients or trace elements, a solution of trace elements or nutrients can also added on a continuous basis.

8.2.2 Complex continuous fermentation test

The process flow chart of a complex anaerobic fermentation test in Figure 15 shows by way of example the test possibilities available for experimental investigation of contexts which are complex from the process-engineering point of view. The diagram shows a test set-up for investigating a two-phase process with separate hydrolysis and methanation. The substrate is first microbially liquefied and acidified in the hydrolysis stage under defined process conditions and this hydrolysate passed on to the methanation stage as the actual methane formation process. This type of process control is problem-specific and not mandatory. When substrate is dispensed directly into the methanation reactor, it will be operated as a mixed fermenter with simultaneous hydrolysis and methanation.

Passage of the substrate is automated, as is temperature control of the fermentation stage. Temperatures and pH values are measured on-line as are gas quantity and composition (CH₄, CO₂; further components are possible such as H₂S, NH₃, O₂, N₂, CO, H₂).

The test material should be prepared using laboratory equipment such that it can be used in the test installation which is available. Raw state, preparation and fermentation suspension must be documented to permit evaluation of subsequent results with regard to their practical relevance.

The reactor is usually loaded and unloaded at intervals (quasi-continuously) since with the small absolute quantities involved, continuous passage through the reactor is hardly feasible. While simple test installations are usually fed by hand (see Section 8.2.1) once or twice a day – and possibly not at all at weekends – installations which are easier to run will be equipped with automatic dispensers with programmable dosing intervals.

Continuous measurements in the gas phase are also very difficult to implement in practice with proprietary gas analysis units due to the small gas quantities involved. One remedy is to put a larger quantity of gas into circulation via the reactor head. The detectors will work within this gas flow then. It will, however, need to be cooled continuously (by, for exam-

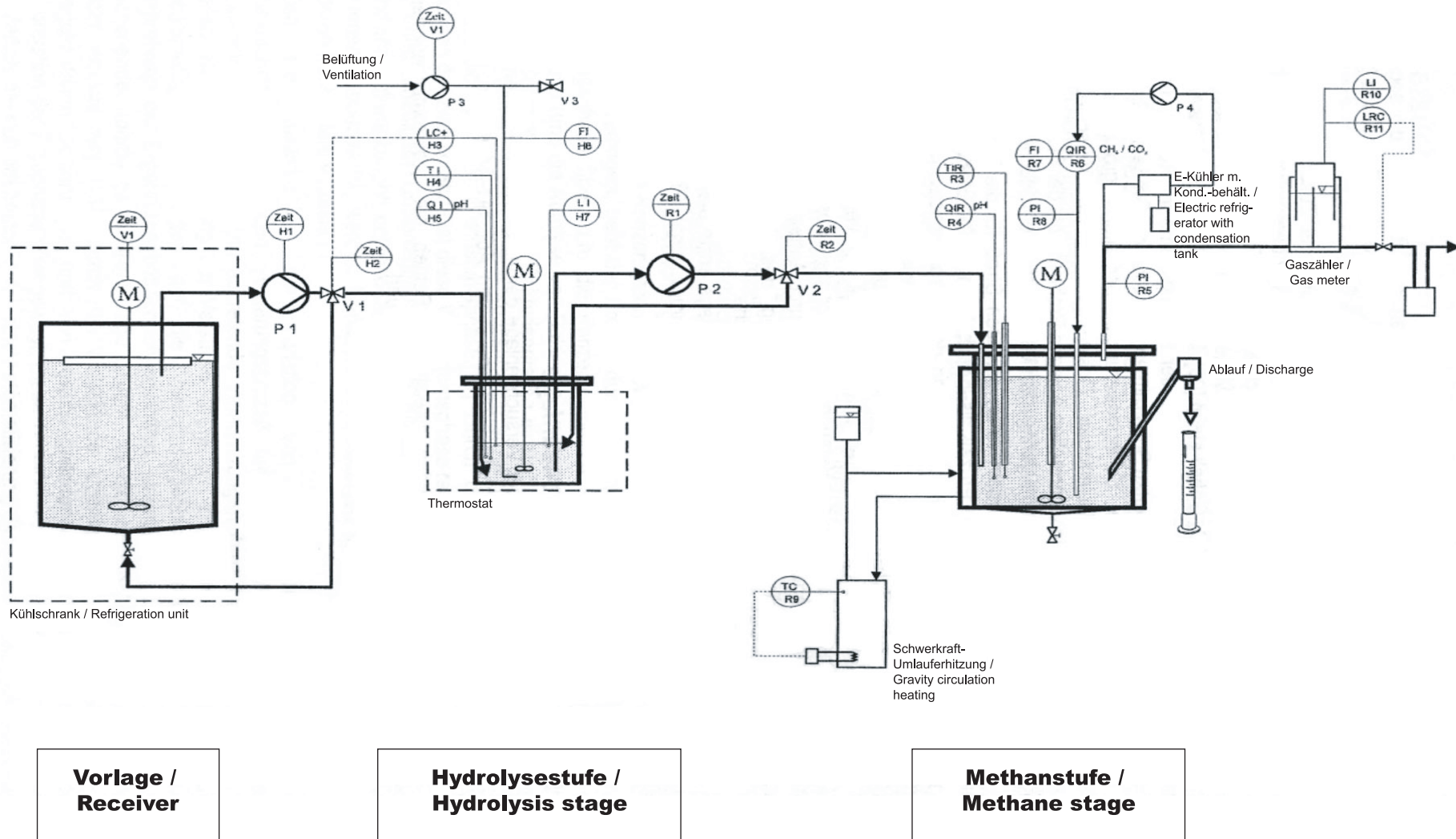


Bild 15. Beispiel eines komplexen Versuchsstandes zur zweistufigen Vergärung

Figure 15. Example of a complex test rig for two-stage fermentation

ierlich gekühlt werden (z.B. Peltier-Gaskühler), um Feuchtigkeit auszukondensieren und für die Messung ein trockenes Gas bereitzustellen. Das Kondensat wird in den Reaktor zurückgeführt.

Während physikalische Messgrößen alternativ an der Versuchsanlage oder aus gezogenen Proben im Labor gemessen werden können, ist die chemische und chromatographische Messung in der Regel an die Probenauswertung im Labor gebunden. Je nach Versuchsziel kann eine Vielzahl von Einzelanalysen erforderlich werden:

- Online oder offline gerätetechnisch ermittelbare Messgrößen
 - Füllstände, Temperaturen, pH-Werte, Dosiermengen und Mischzeiten sowie momentane und kumulative Gasmengen
 - Kontinuierliche Messung der Gasmenge und -zusammensetzung (CH_4 , CO_2)
 - Chromatographische Online-Messungen des Spektrums organischer Säuren oder von Spurengaskomponenten sowie der Einsatz von Flüssigphasen-Elementaranalysatoren und CSB-, TOC-, KN-Titrationsautomaten
- Probenanalytik im Labor (Hier ist das gesamte analytische Spektrum der Wasserchemie einsetzbar, wobei die hohen Feststoffgehalte der Gärproben Modifikationen der Standardanalysevorschriften erfordern.)
 - Trockensubstanz (TS), organische Trockensubstanz (oTS) und filtrierbare Stoffe einer Probe stellen das Minimum der analytischen Probenbeschreibung dar.
 - Photometrisch messbare Stoffkonzentrationen unter Einsatz konfektionierter Test-Kits (CSB, KN, $\text{NH}_4\text{-N}$, und weitere Stoffe).
Durch hohen partikulären Feststoffanteil und Eigenfärbung der Probe können Auswertprobleme auftreten.
 - Organische Säuren werden als Summe wasserdampf-flüchtiger Säuren aus der Probe überdestilliert oder sind als aussagekräftigeres chromatographisches Säurespektrum ermittelbar.
 - Schwermetallgehalte werden mittels Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) bestimmt.
- Bakteriologische Untersuchungen
Bakteriologische Untersuchungen können nur in darauf spezialisierten Labors erfolgen. Die Ermittlung biokinetischer Konstanten wie Wachstumsraten, Ausbeutekoeffizienten, Hemmkonstanten nach den gängigen Modellbeziehungen der Mikrobiologie ist für anaerob behandelte Organikschlämme problematisch, da die analytische Differenzierung des Glühverlustes in Substrat-

ple, a Peltier gas cooler) to condense out moisture and to make a dry gas available for measurement. The condensate is returned to the reactor.

While physical measurands can be measured either in the test installation or from samples in the laboratory, chemical and chromatographic measurement usually has to be carried out by evaluating samples in the laboratory. Depending on the test's objective, a large number of individual analyses may be required:

- Measured variables which can be obtained via instruments on-line or off-line
 - Fill levels, temperatures, pH values, metered quantities and mixing times as well as instantaneous and cumulative gas quantities
 - Continuous measurement of the gas quantity and composition (CH_4 , CO_2)
 - Chromatographic on-line measurements of the spectrum of organic acids or of trace-gas components as well as the use of liquid-phase elemental analyzers and CSB, TOC, KN automatic titrators
- Sample analysis in the laboratory (the entire analytical spectrum of hydrochemistry can be used here although the high solids contents of the fermentation samples mean that revision of the standard analysis regulations will be necessary.)
 - Dry matter (TS), organic dry matter (oTS) and filterable substances in a sample represent the minimum level of analytic sample description.
 - Photometrically measurable substance concentrations with the use of prepared test kits (CSB, KN, $\text{NH}_4\text{-N}$, and other substances).
Evaluation problems may occur due to a high particular solids content and the inherent coloration of the sample.
 - Organic acids are overdistilled as the total of steam-volatile acids from the sample or can be determined as a chromatographic acids spectrum with a higher informational content.
 - Heavy-metal contents are determined by means of atomic absorption spectrometry (AAS).
- Bacteriological investigations
Bacteriological investigations can only be carried out in laboratories specializing in this. Determination of biokinetic constants such as growth rates, yield coefficients, inhibition constants on the basis of currently modelled relationships in microbiology is problematic in the case of anaerobically treated organic sludges since analytical differentiation of the loss of weight on ignition in the or-

anteil und Bakterienbiomasse nur unvollkommen möglich ist.

- **Verdaulichkeitsanalysen**
Die Klassifizierung der feststoffreichen Gärsubstrate analog der van Soest Analyse erfordert darauf spezialisierte Labors. Rohfaser-, Rohprotein- und Fettbestimmungen nach Standardanalytik können Anhaltswerte zu Verwertbarkeit und energetischem Potenzial liefern.
- **Elementaranalytische Untersuchungen**
Massenanteile C, H, O, N, S, P des organischen Anteils eines Substrats zur Aufstellung der Brutosummenformel sind ermittelbar. Daraus lassen sich über die Stöchiometriebeziehungen die maximale Biogasausbeute und -zusammensetzung (Buswell-Formel) und der theoretisch notwendige Oxidationssauerstoff (CSB) gewinnen. Damit sind die experimentell ermittelten Gärparameter verifizierbar. Die elementaranalytischen Untersuchungen erfordern dafür ausgerüstete Labors.
- **Umweltschadstoffe**
BTEX-, AOX-Verbindungen und weitere Schadstoffkomponenten werden mit spezieller gaschromatographischer Spurenanalytik untersucht. Wegen des hohen Messaufwandes und der umstrittenen Aussagekraft der Ergebnisse gehört ihre Ermittlung nicht zum Standardanalysenprogramm eines Gärversuches.

8.3 Versuchsauswertung

Da das produzierte Biogasvolumen und die Biogaszusammensetzung in der Regel genauer und einfacher zu bestimmen sind als der Restgehalt des Substrats im Gärrückstand durch entsprechende chemische Analysen, wird empfohlen den Substratabbau auf der Grundlage der Biogasproduktion und der zugeführten Substratmenge zu ermitteln. Folgende Bilanzierungsmethoden sind hierfür geeignet:

- Kohlenstoff-Bilanz
- CSB-Bilanz
- oTS-Bilanz

Für diese Methoden sind prinzipiell neben der Analyse des Substrates und der Bestimmung seiner zugeführten Masse nur die täglichen Messungen des Gasertrags und der Gaszusammensetzung durchzuführen. Das gemessene Gasvolumen muss dann noch auf Normbedingungen (273 K, 1013 hPa) trockenen Gases umgerechnet werden.

In einer Kohlenstoff-Bilanz wird aus der Anzahl der Mole an CH₄ und CO₂ im gebildeten Biogas und unter Berücksichtigung, dass ca. 7 % des abgebauten Kohlenstoffs zur Neubildung von Bakterienmasse verwendet wird, in erster Näherung der Abbau des

organic component of the substrate and the bacterial biomass is only possible to a limited extent.

- **Digestibility analyses**
Classification of fermentation substrates with a high solids content similar to the van Soest analysis requires specialist laboratories. Determination of raw fibre, raw protein and fat content by standard analytical methods can provide guideline values regarding utilization and energy potential.
- **Elemental-analytical investigations into the titrimetric proportions of C, H, O, N, S, and P in the organic part of a substrate can be carried out in order to set up the empirical formula. From this we can obtain, via the stoichiometric relationships, the maximum biogas yield and composition (Buswell's formula) and the oxidation oxygen theoretically required (CSB). This means that the fermentation parameters determined experimentally can be verified. Elemental-analytical investigations require laboratories which are equipped for this.**
- **Environmental pollutants**
BTEX and AOX compounds and other polluting components are investigated using special gaschromatographic trace analysis. Due to the high cost of measurement and the disputed informativeness of the results, their measurement does not form part of the standard analytical programme of a fermentation test.

8.3 Interpretation of test results

Since the produced volume of biogas and the biogas composition can usually be determined more precisely and simply than the final content of substrate in the fermentation residue by the corresponding chemical analyses, it is recommended that substrate degradation be determined on the basis of biogas production and the quantity of substrate which was put in. The following balancing methods are suitable for this purpose:

- Carbon balance
- CSB balance
- oTS balance

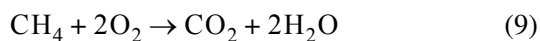
For these methods, in addition to analysis of the substrate and determination of its input mass, it is basically necessary only to make daily measurements of the gas yield and the gas composition. The gas volume measured needs to be converted to standard conditions (273 K, 1013 hPa) for a dry gas.

In a carbon balance the degradation of the TOC of the input substrate is calculated as a first approximation from the number of moles of CH₄ and CO₂ present in the biogas which has formed and taking into consideration the fact that around 7 % of the degraded car-

TOC des zugeführten Substrats berechnet. Will man den TOC-Abbau genauer ermitteln, ist zusätzlich die Zunahme des anorganischen Kohlenstoffs (TIC) im Gärrückstand (gelöstes CO₂ und Carbonate) zu berücksichtigen, die ebenfalls auf den Abbau des TOC des Substrates zurückzuführen ist.

Die Kohlenstoff-Bilanz hat den Vorteil, dass ihr methodischer Ansatz Aussagen über den Anteil des Substrats zulässt, der vollständig abgebaut wird, und dies uneingeschränkt von der Art des Substrats mit der gleichen Genauigkeit. Ferner ist keine Analyse des Biogases auf seine Bestandteile notwendig, sofern auf Grund der Art des zugeführten Substrats sichergestellt ist, dass das gebildete Biogas weitgehend nur aus CH₄, CO₂ und Wasserdampf zusammengesetzt ist. Von Nachteil ist der hohe Analysenaufwand und entsprechende Anforderungen an die Qualifikation des Laborpersonals, insbesondere wenn aus Gründen der Genauigkeit die Änderung des TIC im Gärrückstand zu bestimmen ist, oder wenn inhomogene Feststoffe vergoren werden.

Die CSB-Bilanz ist eine Art Bilanz der stofflich gebundenen Energie. Aus der täglichen Messung des Gasertrags und der Gaszusammensetzung kann unmittelbar die spezifische Methanausbeute (CH₄/kg Substrat_{zu}) sowie die spezifische Methanproduktivität (CH₄/(Arbeitsvolumen · d)) ermittelt werden. Ferner muss die CSB-Fracht des eingesetzten Gärsubstrates bekannt sein. Über die Stöchiometrie der Methanoxidation folgt:

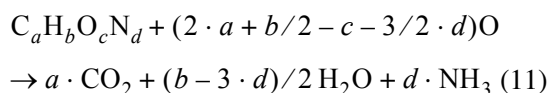


Für die Oxidation von 1 Mol CH₄ werden 2 Mole O₂, also 64 g Sauerstoff, gebraucht. Wird der für ein Mol CH₄ benötigte Oxidationssauerstoff als theoretisch ermittelbarer chemischer Sauerstoffverbrauch (CSB) definiert, bedeutet dies, dass 1 Mol CH₄ einen CSB von 64 g entspricht. Unter Berücksichtigung des Molvolumens von 22,4 l_N/mol folgt:

$$\begin{aligned} & 22400 \text{ ml}_N \text{ CH}_4 / 64 \text{ g CSB} \\ & = 350 \text{ ml}_N \text{ CH}_4 / \text{g CSB} \end{aligned} \quad (10)$$

Der CO₂-Anteil des Biogases ist dabei für eine CSB-Bilanz nicht relevant, da CO₂ ausschließlich aus bereits oxidiertem Kohlenstoff besteht.

Ein entsprechender Vergleich der Stöchiometrie oxidiert organischer Verbindungen

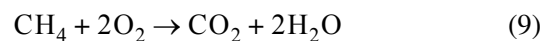


mit der anaeroben Umsatzbilanz nach *Buswell* (siehe Gleichung 1) bestätigt das Ergebnis.

bon is used for the fresh creation of bacterial mass. If the TOC degradation is to be determined more precisely, the increase in the inorganic carbon (TIC) in the fermentation residue (dissolved CO₂ and carbonates) will also have to be included as this also results from the degradation of the TOC of the substrate.

The advantage offered by the carbon balance is that its methodical approach means that information is obtained about the proportion of the substrate which is completely degraded and this at the same level of accuracy, not limited by the kind of substrate. Furthermore, an analysis to identify the components of the biogas is not necessary, provided it has been ensured, on the basis of the kind of substrate which is input, that the biogas formed is predominantly composed of solely CH₄, CO₂, and water vapour. One disadvantage is the high cost of analysis and the corresponding requirements relating to the qualifications of the laboratory personnel, particularly if, for reasons of accuracy, the change in the TIC in the fermentation residue is to be determined or when inhomogeneous solids are fermented.

The CSB balance is a kind of balance-sheet of the energy bound to the various substances. The specific methane yield (CH₄/kg substrate_{input}) and also the specific methane productivity (CH₄/(working volume · d)) can be obtained directly from daily measurement of the gas yield and of the gas composition. In addition, the CSB content of the fermentation substrate must be known. From the stoichiometrics of methane oxidation we obtain:

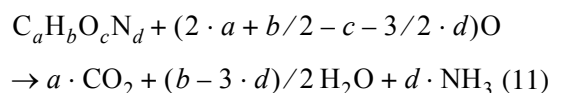


For the oxidation of 1 mole of CH₄, 2 moles of O₂, are required – in other words, 64 g of oxygen. If the oxidation oxygen required for one mole of CH₄ is defined as theoretically determinable chemical oxygen demand (CSB), this means that 1 mole of CH₄ corresponds to a CSB of 64 g. Taking into account the molar volume of 22,4 l_N/mole it follows that:

$$\begin{aligned} & 22400 \text{ ml}_N \text{ CH}_4 / 64 \text{ g CSB} \\ & = 350 \text{ ml}_N \text{ CH}_4 / \text{g CSB} \end{aligned} \quad (10)$$

The proportion of CO₂ in the biogas has no relevance here to a CSB balance since CO₂ consists exclusively of already oxidized carbon.

A corresponding comparison of the stoichiometry of oxidized organic compounds



with the anaerobic conversion balance as per *Buswell* (see Equation 1) confirms the result.

Für Glucose $C_6H_{12}O_6 = 180 \text{ g/mol}$ als einfache organische Verbindung errechnet sich der CSB (Oxidationssauerstoff) zu $1,067 \text{ g O}_2/\text{g oTS}$. Anaerob umgesetzt ergeben sich 3 Mol CH_4 und 3 Mol CO_2 , was zu einem Gasertrag von $0,747 \text{ l}_N/\text{g}$ umgesetzte Kohlenhydrate mit 50 Vol.-% Methananteil führt.

Andererseits errechnet sich über den CSB der Verbindung, das Methanäquivalent je umgesetzte CSB-Einheit und den Methananteil im Gas ebenfalls $1,067 \cdot 0,35/0,5 = 0,747 \text{ l}_N \text{ Biogas/g}$ umgesetzte organische Substanz, womit sich die CSB-Relevanz der Methanbildung bestätigt.

Da auf Grund von Erfahrungen bekannt ist, dass etwa 10 % der umgesetzten CSB-Fracht zur Neubildung von Biomasse verbraucht wird, kann davon ausgegangen werden, dass unter Praxisbedingungen bei einem vollständigen Abbau von 1 g CSB etwa 320 ml_N Methangas gebildet werden. Damit kann gemäß der Gleichung 12 der Abbaugrad berechnet werden.

Die CSB-Bilanz ist vor allem im Bereich der anaeroben Abwasserreinigung ein weit verbreiteter Summenparameter zur Bewertung der Reinigungsleistung. Sie hat den Vorteil, dass die Löslichkeit des gebildeten CO_2 im Gärrückstand als auch Dichtigkeitsanforderungen der Versuchsapparatur bzgl. CO_2 keinen Einfluss auf die Genauigkeit der Aussage haben. Ihr Nachteil besteht darin, dass sie keine Aussagen bezüglich des vollständigen anaeroben Abbaus des zugeführten Substrats liefert und bei der Vergärung von inhomogenen Feststoffen der Analysenaufwand groß ist.

For glucose $C_6H_{12}O_6 = 180 \text{ g/mole}$ as a simple organic compound, the CSB (oxidation oxygen) is calculated at $1,067 \text{ g O}_2/\text{g oTS}$. Anaerobically converted, this yields 3 moles of CH_4 and 3 moles of CO_2 , which results in a gas yield of $0,747 \text{ l}_N/\text{g}$ of converted carbohydrates with a proportion of methane amounting to 50 % by volume.

On the other hand, the methane equivalent per converted CSB unit and the proportion of methane in the gas are also calculated via the CSB of the compound as $1,067 \cdot 0,35/0,5 = 0,747 \text{ l}_N \text{ biogas/g}$ of converted organic substance, thus confirming the relevance of the CSB in methane formation.

Since it is known from practical experience that about 10 % of the converted CSB load is consumed in the reformation of biomass, it can be assumed that under practical conditions a complete degradation of 1 g CSB will produce about 320 ml_N of methane gas. This means that the degree of degradation can be calculated by Equation 12.

The CSB balance is a widespread empirical parameter, particularly in the field of anaerobic wastewater treatment, for assessing cleaning performance. It has the advantage that neither the solubility of the CO_2 formed in the fermentation residue nor test apparatus requirements regarding freedom from CO_2 leaks have an influence on the precision of the conclusion. Its disadvantage is that it provides no information regarding the complete anaerobic degradation of the input substrate and in the case of fermentation of inhomogeneous solids the cost of analysis is high.

CSB-Bilanz zur Bestimmung des Abbaugrades

1 g CSB entspricht $350 \text{ ml}_N \text{ CH}_4$
 1 g CSB_{abgebaut} entspricht ca. $320 \text{ ml}_N \text{ CH}_4$

CSB-Abbaugrad

$$= \frac{V_{\text{Gas}} \cdot x_{\text{CH}_4}}{320 \cdot m_{\text{Substrat}} \cdot \text{CSB}_{\text{Substrat}}} \cdot 100 \text{ in \%} \quad (12)$$

Dabei ist

- V_{Gas} Biogasvolumen in ml_N/d
- x_{CH_4} Methananteil
- m_{Substrat} Substratzugabe in g/d
- $\text{CSB}_{\text{Substrat}}$ Substrat-CSB in g/g

CSB balance for determining the degree of degradation

1 g CSB corresponds to $350 \text{ ml}_N \text{ CH}_4$
 1 g CSB_{degraded} corresponds to ca. $320 \text{ ml}_N \text{ CH}_4$

CSB degree of degradation

$$= \frac{V_{\text{Gas}} \cdot x_{\text{CH}_4}}{320 \cdot m_{\text{Substrate}} \cdot \text{CSB}_{\text{Substrate}}} \cdot 100 \text{ in \%} \quad (12)$$

Where

- V_{Gas} volume of biogas in ml_N/d
- x_{CH_4} amount of Methane
- $m_{\text{Substrate}}$ substrate addition in g/d
- $\text{CSB}_{\text{Substrate}}$ substrate CSB in g/g

Der Abbaugrad kann auch über eine oTS-Bilanz ermittelt werden. Hierzu muss der organische Trockensubstanzgehalt des zugeführten Substrats und des Gärrückstands gemessen werden. Gegenüber der Gasphasenbilanz ist die Bestimmung ungenauer, da auf Grund unvermeidbarer Inhomogenitäten des Reaktorinhalts und der häufig langfasrigen Struktur von schlecht abbaubaren Komponenten eine repräsentative Probenahme erheblich erschwert ist. Dies kann dadurch kompensiert werden, dass der oTS-Abbau über die mit dem Biogas abgeführte Masse an Methan und Kohlenstoffdioxid ermittelt wird. Enthält das untersuchte Substrat einen relevanten Anteil an leicht flüchtigen organischen Säuren, ist die zugeführte organische Trockenmasse um den Anteil der wasserdampfgefährlichen organischen Säuren ($Hac_{\text{äq}}$) zu erhöhen.

Unter Berücksichtigung, dass ca. 7 % der abgebauten organischen Trockenmasse zur Neubildung von Bakterienmasse verwendet wird, errechnet sich der oTS-Abbau des Substrats wie folgt:

$$\text{oTS-Abbaugrad} = \frac{V_{\text{Gas}} \cdot C_{\text{CH}_4+\text{CO}_2}}{m_{\text{Substrat}} \cdot (\text{oTS}_{\text{Substrat}} + Hac_{\text{äq Substrat}}) \cdot 0,93} \cdot 100 \text{ in \%} \quad (13)$$

$$\text{oTS degree of degradation} = \frac{V_{\text{gas}} \cdot C_{\text{CH}_4+\text{CO}_2}}{m_{\text{substrate}} \cdot (\text{oTS}_{\text{substrate}} + Hac_{\text{eqv substrate}}) \cdot 0,93} \cdot 100 \text{ in \%} \quad (13)$$

Dabei ist

- V_{Gas} Biogasvolumen in m^3/d
- $C_{\text{CH}_4+\text{CO}_2}$ Massenkonzentration von CH_4+CO_2 im Biogas in g/m^3
- m_{Substrat} Substratzugabe in g/d
- $\text{oTS}_{\text{Substrat}}$ oTS-Konzentration im Substrat g/g
- $Hac_{\text{äq Substrat}}$ flüchtige Fettsäuren im Substrat in g/g

Where

- V_{gas} volume of biogas, in m^3/d
- $C_{\text{CH}_4+\text{CO}_2}$ mass concentration of CH_4+CO_2 in the biogas, in g/m^3
- $m_{\text{substrate}}$ substrate addition, in g/d
- $\text{oTS}_{\text{substrate}}$ oTS concentration in the substrate g/g
- $Hac_{\text{eqv substrate}}$ volatile fatty acids in the substrate, in g/g

Die Methode der oTS-Bilanz ist insbesondere für die Vergärung von inhomogenen Feststoffgemischen mit niedrigem Fettanteil geeignet. Sie hat den Vorteil, dass bei diesen Substraten die Anforderungen an die Probenaufbereitung als auch der Analysenaufwand im Vergleich zu den beiden anderen Methoden gering sind. Ihr Nachteil besteht darin, dass sie keine Aussagen bezüglich des vollständigen anaeroben Abbaus des zugeführten Substrats liefert und methodisch für die Bewertung der Vergärung von stark reduzierten Substanzen wie z. B. Fette nicht geeignet ist. Denn gemäß der anaeroben Umsatzbilanz nach Buswell (siehe Gleichung 1) kommt es bei der Vergärung von stark reduzierten Verbindungen zu einer Spaltung von

The degree of degradation can also be ascertained with the aid of an oTS balance. Here the organic dry matter content of the input substrate and of the fermentation residue has to be measured. This method of determination is less accurate than the gas phase since representative sampling is made considerably more difficult by the unavoidable inhomogeneities of the reactor contents and the frequently long-fibred structure of poorly degradable components. This can be compensated for by the fact that the oTS degradation is determined via the masses of the methane and carbon dioxide taken off with the biogas. If the substrate under investigation contains a significant proportion of readily volatile organic acids, the organic dry matter input should be increased by the proportion of the steam-volatile organic acids (Hac_{eqv}).

Taking the fact into consideration that approximately 7 % of the degraded organic dry weight is used for reformation of bacterial mass, the oTS degradation of the substrate is calculated as follows:

The oTS-balance method is particularly suitable for the fermentation of inhomogeneous mixtures of solids with a low proportion of fats. Its advantage is that with these substrates requirements regarding both sample preparation and also analysis costs are low in comparison with the two other methods. Its disadvantage is that it provides no information regarding the complete anaerobic degradation of the input substrate and is methodologically not suitable for the evaluation of the fermentation of markedly reduced substances such as fats. This is because according to Buswell's anaerobic conversion balance (see Equation 1) water is decomposed during the fermentation of markedly reduced compounds. Accordingly, one

Wasser. Somit ist ein Teil der Masse an CH_4 und CO_2 im erzeugten Biogas anorganischen Ursprungs und kann nicht dem Abbau des zugeführten Substrats zugeordnet werden. Fernerhin wird das gelöste CO_2 nicht erfasst, was die Genauigkeit der Methode einschränkt.

Weiterhin ist zu berücksichtigen, dass die oTS-Bestimmung von Substraten, die flüchtige organische Säuren enthalten, fehlerbehaftet ist, sofern die Trockenmasse nicht um diesen Anteil erhöht wird. Dies ist insbesondere bei Gärversuchen mit Silagen zu beachten, da diese hohe Anteile an wasserdampfgefährlichen organischen Säuren enthalten.

Das Muster eines Versuchsprotokolls ist im Anhang G gegeben. Sinnvoll ist die elektronische Bearbeitung mit Online-Erfassung aller Anlagenprozessparameter über PC-Schnittstelle und Übertragung der Offline ermittelten Laboranalysendaten. Damit ist eine einfache grafische Auswertung und die modellmäßige regressionsanalytische Untersuchung der zu erwartenden großen Parametermengen eines kontinuierlichen Versuches möglich.

Ein Einstieg in die analytische Beschreibung vergärbare Stoffklassen sowie die Verifizierung eigener Untersuchungen wird unterstützt durch Stoffdatenbanken und analytische Beprobungsergebnisse, die sich im Internet erreichen lassen u. a. über die Websites:

- www.ktbl.de
- www.graskraft.de
- www.fachverband-biogas.de
- www.fnr.de

Auch verschiedene Hochschulen und Universitäten stellen relevante Versuchsergebnisse ins Internet.

part of the mass of CH_4 and CO_2 in the biogas generated is of inorganic origin and cannot be assigned to the degradation of the input substrate. Furthermore, the dissolved CO_2 is not registered, thus limiting the accuracy of the method.

It also needs to be borne in mind that determination of the oTS of substrates which contain volatile organic acids will be encumbered with errors unless the dry matter is not increased by this proportion. This should be particularly observed in fermentation tests with silages since these contain high proportions of steam-volatile organic acids.

A specimen of a test record is provided in Annex G. It is reasonable to employ electronic data processing with online-acquisition of all installation process parameters via a PC interface and transmission of laboratory analysis data obtained offline. This makes it possible to have simple graphic evaluation and apply model-related regression analysis to examine the large volumes of parameter data to be expected with a continuous test.

An introduction to the analytical description of fermentable classes of substance as well as the verification of one's own tests is supported by material databases and analytical sampling results which can be accessed at the following internet addresses:

- www.ktbl.de
- www.graskraft.de
- www.fachverband-biogas.de
- www.fnr.de

Various universities and other institutes of higher education make relevant test results available on the internet.

Schrifttum/Bibliography

Gesetze, Verordnungen, Verwaltungsvorschriften/ Acts, ordinances, administrative regulations

EGV 1774/02 Verordnung (EG) Nr. 1774/2002 des Europäischen Parlaments und des Rates vom 3. Oktober 2002 mit Hygienevorschriften für nicht für den menschlichen Verzehr bestimmte tierische Nebenprodukte (Regulation (EC) No 1774/2002 of the European Parliament and of the Council of 3 October 2002 laying down health rules concerning animal by-products not intended for human consumption). ABl EG, 2002, Nr. L 273, S. 1–95

Verordnung über die Verwertung von Bioabfällen auf landwirtschaftlich, forstwirtschaftlich und gärtnerisch genutzten Böden (Bioabfallverordnung – BioAbfV). BGBl I, 1998, Nr. 65, S. 2955–2981

AbfklärV Klärschlammverordnung (Sewage Sludge Ordinance) 86/278/EWG (1986-06-12). BGBl I, 1992, Nr. 21, S. 912–934

Verordnung über das Inverkehrbringen von Düngemitteln, Bodenhilfsstoffen, Kultursubstraten und Pflanzenhilfsmitteln (Düngemittelverordnung – DüMV). BGBl I, 2003, Nr. 57, S. 2373–2437

Technische Regeln/Technical Rules

ATV-DVWK-M 372 : 2003-05 Technische Rahmenbedingungen für die Vergärung biogener Abfälle. Hennef: GFA

DIN 38414-8 : 1985-06 Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Schlamm und Sedimente (Gruppe S); Bestimmung des Faulverhaltens (S8) (German standard methods for the examination of water, waste water and sludge; sludge and sediments (group S); determination of the amenability to anaerobic digestion (S 8)). Berlin: Beuth Verlag

DIN 55350-14 : 1985-12 Begriffe der Qualitätssicherung und Statistik; Begriffe der Probenahme (Quality assurance and statistical terminology; Concepts relating to sampling). Berlin: Beuth Verlag

DIN EN ISO 5667-13 : 1998-02 Wasserbeschaffenheit; Probenahme; Teil 13: Anleitung zur Probenahme von Schlämmen aus Abwasserbehandlungs- und Wasseraufbereitungsanlagen (ISO 5667-13:1997); Deutsche Fassung DIN EN ISO 5667-13:1997 (Water quality; Sampling; Part 13: Guidance on sampling of sludges from sewage and water treatment works (ISO 5667-13:1997); German version EN ISO 5667-13:1997). Berlin: Beuth Verlag

DIN EN ISO 11734 : 1998-11 Wasserbeschaffenheit; Bestimmung der vollständigen anaeroben biologischen Abbaubarkeit organischer Verbindungen im Faulschlamm (ISO 11734:1995); Deutsche Fassung EN ISO 11734:1998 (Water quality; Evaluation of the "ultimate" anaerobic biodegradability of organic compounds in digested sludge; Method by measurement of the biogas production (ISO 11734:1995); German version EN ISO 11734:1998). Berlin: Beuth Verlag

DIN ISO 3310-1 : 2001-09 Analysensiebe; Technische Anforderungen und Prüfung; Teil 1: Analysensiebe mit Metalldrahtgewebe (ISO 3310-1:2000) (Test sieves; Technical requirements and testing; Part 1: Test sieves of metal wire cloth (ISO 3310-1:2000)). Berlin: Beuth Verlag

Staatliche landwirtschaftliche Untersuchungs- und Forschungsanstalt (LUF) Augustenberg: Laborinformation, Untersuchung des N-Gehaltes von flüssigen Wirtschaftsdüngern, Gülle-Probenahme <http://www.landwirtschaft-mlr.baden-wuerttemberg.de/la/lufa/laborinformationen/guelle.htm>

VDMA 24435 : 1997-08 Anlagen und Komponenten zur anaeroben Abfallbehandlung. Berlin: Beuth Verlag

Literatur/Literature

- [1] *Buswell, A.M. und Müller, H.F.* Mechanism of methane fermentation. *Ind. Eng. Chem.* 44 (1952), pp. 550–552
- [2] *Boyle, W.C.:* Energy recovery from sanitary landfills – a review. In: *Schlegel, H.G. und Barnea, S.* (Hrsg.): *Microbial Energy Conversion*: Oxford, Pergamon Press; 1976
- [3] *Fall, P. A.:* FISH zur Überwachung von Biogasreaktoren. Hieronymus Buchreproduktion GmbH; Berichte aus Wassergüte und Abfallwirtschaft, Technische Universität München, Nr. 172; München, 2002
- [4] *Hofmann-Bang J., Zheng D., Westermann P., Ahring B.K., Raskin L.* Molecular ecology of anaerobic reactor systems. *Adv. Biochem. Eng. Biotechnol.* 81 (2003), pp. 151–203
- [5] *Jörg, R.:* Testverfahren zur anaeroben biologischen Abbaubarkeit. In: *P. Kämpfer, W. Weißenfels* (eds.): *Biologische Behandlung organischer Abfälle*. Heidelberg: Springer Verlag, 2001, pp. 151–176
- [6] LAGA PN 98 : Richtlinie für das Vorgehen bei physikalischen, chemischen und biologischen Untersuchungen im Zusammenhang mit der Verwertung/Beseitigung von Abfällen, Länderarbeitsgemeinschaft Abfall (LAGA), 2002, Band 32, ISBN 3503070370
- [7] *Linke, B.:* Grundlagen, Verfahren und Potenzial der Biogasgewinnung im Land Brandenburg. In: *Biogas in der Landwirtschaft (Brandenburgische Energie Technologie Initiative)*. Ministerium für Landwirtschaft, Umweltschutz und Raumordnung des Landes Brandenburg, 2003, S. 10–23
- [8] *Methodenbuch zur Analyse von Kompost*, Bundesgütegemeinschaft Kompost, Köln
- [9] *Naumann, K. und Bassler, R.:* Die chemischen Untersuchungen von Futtermitteln. Melsungen: Verlag J. Neumann-Neudamm, 1983
- [10] *Raskin L, Zhen D., Griffin M.E., Stroot P.G., Misra P.:* Characterization of microbial communities in anaerobic bioreactors using molecular probes. *Antonie van Leeuwenhoek* 68 (1995) 4, pp. 297–308
- [11] *Scherer, P.A.:* Biogascounterstation für Co-Vergärungen. *KA Wasserwirtschaft, Abwasser, Abfall* 48 (2001), S. 245–246
- [12] *Scherer, P.A.:* A miniaturized instrument to measure slow biogas flow rates. In: *Proceedings of Anaerobic Digestion of Solid Wastes 2002*, IWA World Congress, Technical University Munich
- [13] *Schertler, C. und H. Kübler:* Gärtest zur Bestimmung des Biogaspotentials. *Entsorgungspraxis* (1996) 9, S. 33–36
- [14] *Helffrich, D. und H. Oechsner:* Hohenheimer Biogasertrags-test. *Agrartechnische Forschung* 9 (2003) 3, S. 27–30
- [15] *Conway de Macario E., J. Macario:* Molecular ecology of anaerobic reactor systems. *Adv. Biochem. Eng. Biotechnol.* 81 (2003), pp. 98–149
- [16] *KTBL-Arbeitspapier 249 : Kofermentation*. KTBL (Hrsg.), KTBL-Schriften-Vertrieb im Landwirtschaftsverlag Münster-Hiltrup 1998, ISBN 3-7843-1971-8

Anhang A Probenahmeprotokoll

Probenahmeplan/-protokoll Nr.

Anzahl der zugehörigen Probenlisten:

a) Allgemeine Angaben

Anschriften

1 Veranlasser/Auftraggeber

Auftragnehmer/Dienststelle/Firma

2 Grund der Probenahme, Zielstellung:

3 Probenahmetag/Uhrzeit:

4 Probenehmer/Name:

b) Vor-Ort-Gegebenheiten

5 Probenahmestelle:

6 Gesamtvolumen/Form der Lagerung:

7 Lagerungsdauer (Vorgeschichte):

8 Einflüsse auf das Material (Witterung):

c) Organoleptisch-sensorische Ansprache

9 Materialart/Herkunft und Zusammensetzung:

10 Konsistenz:

11 Homogenität:

12 Sonstige Merkmale
(Farbe, Körnung, Kornverteilung, Geruch, Gasentwicklung):

d) Probenahme

13 Probenahmegerät:

14 Probenahmeverfahren:

15 Probenvorbereitungsschritte:

16 Anzahl der Einzelproben: _____ Mischproben: _____ Sammelproben: _____

17 Anzahl der Einzelproben je Mischprobe: _____

18 Beobachtungen bei der Probenahme/
Bemerkungen:

19 Lageskizze (bei Haufwerken etc. und Probenahmepunkte):

20 Probentransport und -lagerung, Kühlung:
(evtl. Kühltemperatur):

21 Konservierung:

22 Ort: _____

Datum: _____

Unterschrift(en) Probenehmer:

Annex A Sampling record

Sampling plan/record no.

Number of associated sample lists:

(a) General information

Addresses

1 Commissioned by

Contractor/department/company

2 Reason for sampling, objectives:

3 Date and time of sampling:

4 Name of person sampling:

(b) Information relating to locality

5 Sampling point:

6 Total volume/form of storage:

7 Duration of storage (previous history):

8 Influences affecting the material (e.g. weather):

(c) Organoleptic-sensory examination

9 Type of material, origin and composition:

10 Consistency:

11 Homogeneity:

12 Other characteristics
(colour, grain size, grain distribution, odour, gas development):

(d) Sampling

13 Sampling device:

14 Sampling procedure:

15 Sample preparation procedure:

16 Number of subsamples: _____ Blended bulk samples: _____ Cumulative samples: _____

17 Number of subsamples per blended bulk sample: _____

18 Observations during sampling/comments:

19 Location diagram (in the case of heaps of material etc. and sampling points):

20 Transportation and storage of samples, cooling
(possibly, cooling temperature)

21 Conservation:

22 Place: _____

Date: _____

Signature(s) of sampler(s):

Anhang C Probenaufbereitungsprotokoll

Probenaufbereitungsprotokoll Nr.

a) Allgemeine Angaben

1	Veranlasser/Auftraggeber	Anschriften	Auftragnehmer/Dienststelle/Firma
2	Art der Probe:		_____
3	Tag der Aufbereitung/Uhrzeit:		_____
4	Aufbereiter/Name:		_____

b) Durchführung der Probenaufbereitung

5	Masse der eingesetzten Probe in kg:	_____
6	Störstoffseparierung:	_____
	Anteil der Störstoffe in kg:	_____
	Art der Störstoffe:	_____
7	Klassierung	
	Anteil < 10 mm in kg:	_____
	Anteil > 10 mm in kg:	_____
8	Art der Zerkleinerung des Anteils > 10 mm:	_____
9	Art der Homogenisierung:	_____
10	(ggf.) Erreichtes Zielkornband des Gärgutes	_____
11	Aufbewahrungsfrist:	_____
12	Ort: _____	
	Datum: _____	

Unterschrift(en) Bearbeiter

Annex C Sample preparation record

Sample preparation record no.

(a) General information

1	Commissioned by	Addresses	Contractor/department/company
2	Type of sample:		_____
3	Date and time of preparation:		_____
4	Name of person preparing samples:		_____

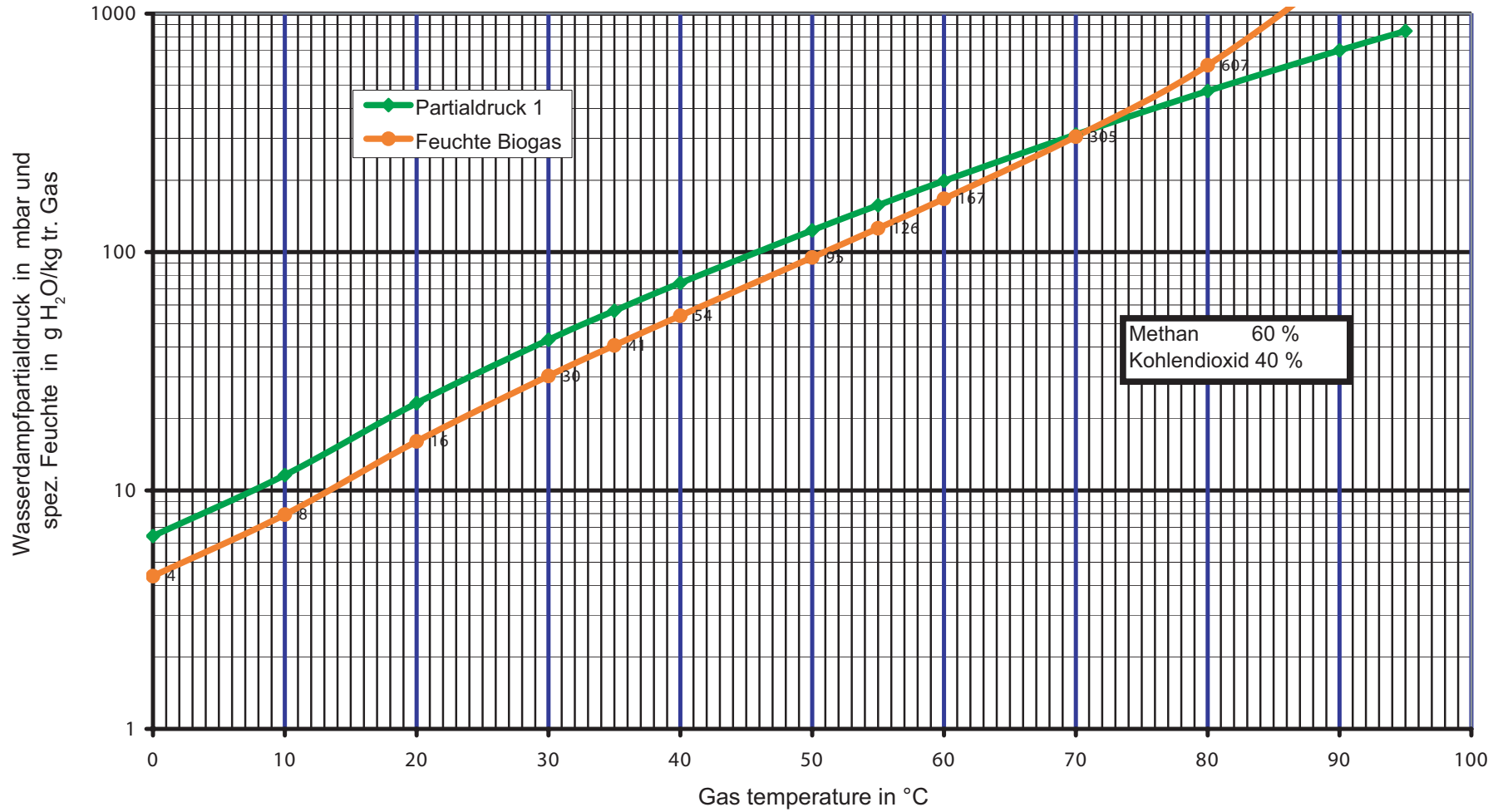
(b) Carrying out sample preparation

5	Mass of sample, in kg:	_____
6	Separation of interferences:	_____
	Quantity of interferences, in kg:	_____
	Type of interferences:	_____
7	Grading	
	Fraction below 10 mm, in kg:	_____
	Fraction above 10 mm, in kg:	_____
8	Method used for size reduction of fraction above 10 mm:	_____
9	Type of homogenization:	_____
10	(If applicable) Target granulation range achieved for fermentation material	_____
11	Storage deadlines:	_____
12	Place:	_____
	Date:	_____

Signature(s) of the protocol editor

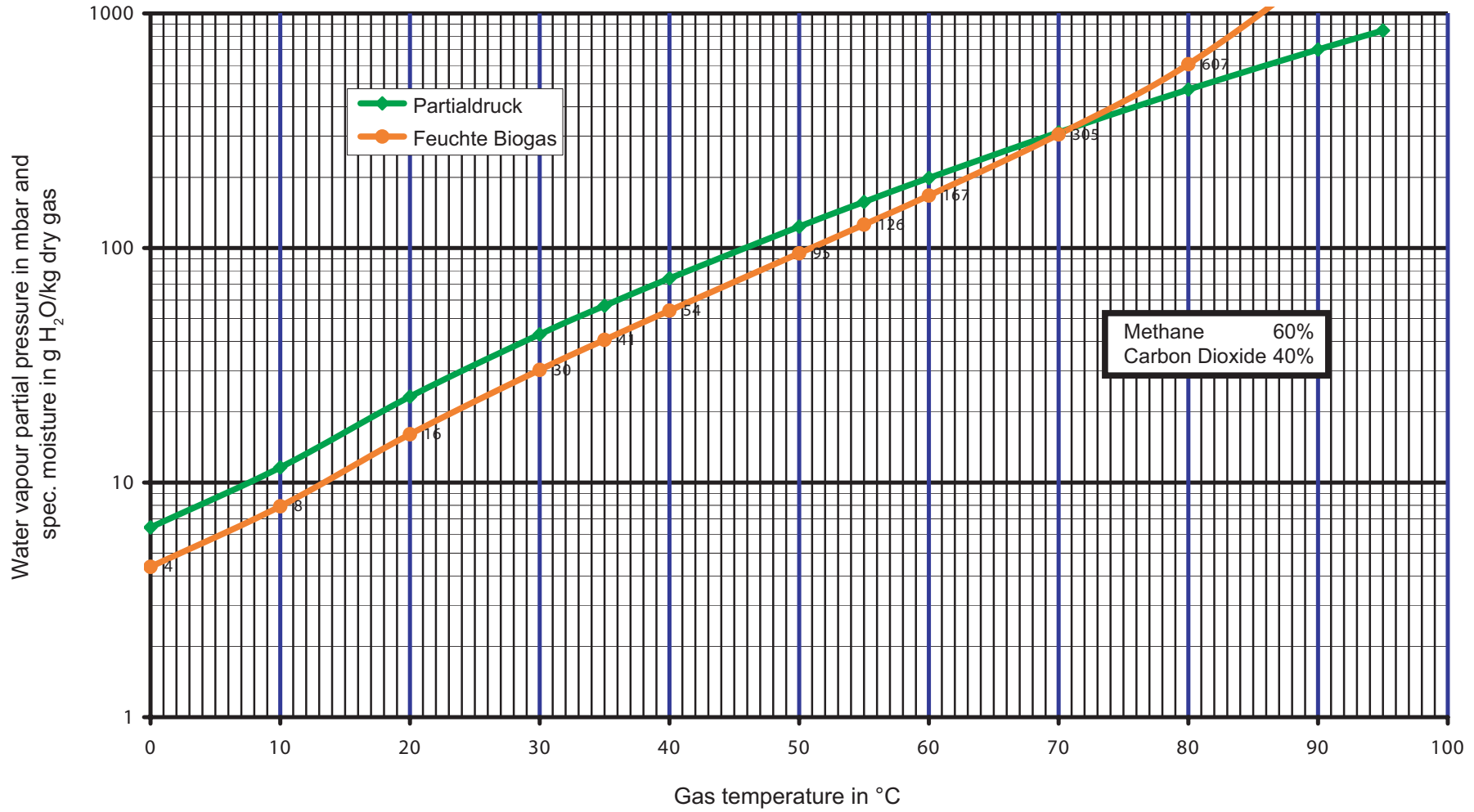
Anhang D Feuchtetransport im Biogas

Feuchtetransport im Biogas



Annex D Transportation of moisture in the biogas

Transportation of moisture in the biogas



Anhang F Batch-Gärtest – Versuchsauswertung

Batch Gärtest

Versuchsauswertung

Nr.: _____

Gärsubstrat

Bez.: _____

TS: _____ Masse-%

GV: _____ % TS

Impfschlamm:

Herkunft: _____

Menge: _____ g

TS: _____ Masse-%

GV: _____ % TS

Gärtest:

End-pH-Wert: _____

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Versuchsdauer in d	Summe der Normvolumina des trockenen Gases im Versuch in mℓ _N	Summe der Normvolumina des trockenen Gases aus Impfschlamm in mℓ _N	Netto-Gasnormvolumen des Ansatzes (= 2 – 3) in mℓ _N	Spezifische Gasproduktion bezogen auf die Glühverlustmasse in ℓ _N /kgGV	Summe der Normvolumina an Methan im Versuch in mℓ _N	Summe der Normvolumina an Methan aus Impfschlamm in mℓ _N	Netto-Methannormvolumen des Ansatzes (= 6 – 7) in mℓ _N	Spezifische Methanproduktion bezogen auf die Glühverlustmasse in ℓ _N CH ₄ /kgGV	Bemerkungen

Anhang G Kontinuierliche Tests – Analyseprotokoll

Analyseprotokoll ¹⁾		Versuchszeitraum															
Wochentag	Datum	Mo	Di	Mi	Do	Fr	Sa	So	Mo	Di	Mi	Do	Fr	Sa	So	Mo	Di
Parameter	Einheit																
Zulaufspezifikation																	
Temperatur	°C																
pH-Wert	–																
TS-Gehalt	%																
oTS	%TS																
TS-Filtrat	%																
oTS-Filtrat	%TS																
org. Säuren ¹⁾	mmol/l																
	mg/l																
CSB ²⁾	mg/l																
CSB-Filtrat	mg/l																
BSB ₅	mg/l																
TKN (N-ges)	mg/l																
TKN-Filtrat	mg/l																
NH ₄ -N	mg/l																
NH ₄ -N-Filtrat	mg/l																
P _{ges}	mg/l																
TOC (org.C)	mg/l																
TOC-Filtrat	mg/l																
Gesamtschwefel	mg/l																
Sulfatschwefel	mg/l																
Chloridgehalt	mg/l																
C/N	–																
Rohprotein	mg/l																
Rohfaser	mg/l																
Dichte	g/l																
dynamische Viskosität	Pas																
Q _{Beschickung} (früh)	m/Dosierung																
Q _{Beschickung} (mittag)	m/Dosierung																
Q _{Beschickung} (abend)	m/Dosierung																
lgl. Q _{Beschickung} ³⁾	m/d																
Faulschlamm-Ablaufspezifikation																	
Temperatur	°C																
pH-Wert	–																
TS-Gehalt	%																
oTS	%TS																
TS-Filtrat	%																
oTS-Filtrat	%TS																
org. Säuren ¹⁾	mmol/l																
	mg/l																
Alkalität/Säurekapazität	mmol/l																
	mg/l																
CSB ²⁾	mg/l																
CSB-Filtrat	mg/l																
BSB ₅	mg/l																
TKN (N-ges)	mg/l																
TKN-Filtrat	mg/l																
NH ₄ -N	mg/l																
NH ₄ -N-Filtrat	mg/l																
P _{ges}	mg/l																
TOC (org.C)	mg/l																
TOC-Filtrat	mg/l																
Gesamtschwefel	mg/l																
Sulfatschwefel	mg/l																
C/N	–																
Rohprotein	mg/l																
Rohfaser	mg/l																
Dichte	g/l																
lgl. Entnahmemenge	m/d																
dynamische Viskosität	Pas																
Biogas																	
kumulatives Gasvolumen	m ³																
lgl. Gasvolumen	m ³ /d																
CH ₄ ⁴⁾	%																
CO ₂ ⁴⁾	%																
O ₂ ⁴⁾	%																
H ₂ S ⁴⁾	ppm																
H ₂ ⁴⁾	ppm																
CO ⁴⁾	ppm																
Gastemperatur Messort ⁵⁾	°C																
Gaskondensat ⁶⁾	m ³ /d																
Prozessdaten Gärreaktor																	
Temperatur	°C																
pH-Wert	–																
Redox-Potenzial	mV																
el. Leitfähigkeit/Salzgehalt	µS/cm																
Füllstand	mm																
Druck	mbar																
Mischung EIN	min																
Mischung AUS	min																
Heiztemperatur	°C																
Heizung EIN/AUS	min																
Schaumbildung	mm																
Schwimmdecke	mm																
Dosierung Lauge	m ³ /d																
Dosierung Säure	m ³ /d																
Dosierung Antischaumm.	m ³ /d																
Dosierung Nährstoffe	m ³ /d																
Dosierung Spurenelemente	m ³ /d																
Entnahme Sediment	m ³ /d																
Zu Definitionen und Verfahrensnormung siehe Abschnitt 3 und Abschnitt 6																	
Spezielle Analytik wie AOX, PCB, PAK, Phenolindex, Östrogene, Schwermetalle, u.a. gesondert protokollieren																	

1) als Summe wasserdampfflüchtiger Säuren oder chromatografisch als Säurespektrum
 2) Analysenverfahren angeben; in der Regel nach Kaliumdichromatmethode
 3) Erfassungswerte Beschickung können variieren in Abhängigkeit manueller oder automatisierter Verfahren
 4) je nach Erfordernis und verfügbarer Messtechnik
 5) zur Ermittlung und Kompensation der Gasfuchte
 6) Ergebnisse erfolgter Laboranalytik für Kondensat gesondert protokollieren
 7) bei mehrstufiger Verfahrensführung für jede Prozessstufe zu führen

Annex G Continuous fermentation tests: analysis record

Analysis record ⁷⁾		Test time period																
Day of week		Mo	Tu	We	Th	Fr	Sa	Su	Mo	Tu	We	Th	Fr	Sa	Su	Mo	Tu	
Date																		
Parameter	Unit																	
Influent specification																		
Temperature	°C																	
pH value	-																	
TS content	%																	
oTS	%TS																	
TS filtrate	%																	
oTS filtrate	%TS																	
Organic acids ¹⁾	mmol/l																	
	mg/l																	
CSB ²⁾	mg/l																	
CSB filtrate	mg/l																	
BSB ₅	mg/l																	
TKN (total N)	mg/l																	
TKN filtrate	mg/l																	
NH ₄ -N	mg/l																	
NH ₄ -N filtrate	mg/l																	
P _{total}	mg/l																	
TOC (organic C)	mg/l																	
TOC filtrate	mg/l																	
Total sulphur	mg/l																	
Sulphate sulphur	mg/l																	
Chloride content	mg/l																	
C/N	-																	
Raw protein	mg/l																	
Raw fibre	mg/l																	
Density	g/l																	
Dynamic viscosity	Pas																	
Q _{oper,early}	m ³ /dosing																	
Q _{oper,(noon)}	m ³ /dosing																	
Q _{oper,(evening)}	m ³ /dosing																	
Daily Q input ³⁾	m ³ /d																	
Digested sludge output specification																		
Temperature	°C																	
pH value	-																	
TS content	%																	
oTS	%TS																	
TS filtrate	%																	
oTS filtrate	%TS																	
Organic acids ¹⁾	mmol/l																	
	mg/l																	
Alkalinity/acid capacity	mmol/l																	
	mg/l																	
CSB ²⁾	mg/l																	
CSB filtrate	mg/l																	
BSB ₅	mg/l																	
TKN (total N)	mg/l																	
TKN filtrate	mg/l																	
NH ₄ -N	mg/l																	
NH ₄ -N filtrate	mg/l																	
P _{total}	mg/l																	
TOC (organic C)	mg/l																	
TOC filtrate	mg/l																	
Total sulphur	mg/l																	
Sulphate sulphur	mg/l																	
C/N	-																	
Raw protein	mg/l																	
Raw fibre	mg/l																	
Density	g/l																	
Quantity removed daily	m ³ /d																	
Dynamic viscosity	Pas																	
Biogas																		
Cumulative gas volume	m ³																	
Daily gas volume	m ³ /d																	
CH ₄ ⁴⁾	%																	
CO ₂ ⁴⁾	%																	
O ₂ ⁴⁾	%																	
H ₂ S ⁴⁾	ppm																	
H ₂ ⁴⁾	ppm																	
CO ⁴⁾	ppm																	
Gas temp. meas. point ⁵⁾	°C																	
Gas condensate ⁶⁾	m ³ /d																	
Fermentation reactor process data																		
Temperature	°C																	
pH value	-																	
Redox potential	mV																	
El. conductivity/salt content	µS/cm																	
Fill level	mm																	
Pressure	mbar																	
Mixture IN	min																	
Mixture OUT	min																	
Heating temperature	°C																	
Heating ON/OFF	min																	
Froth formation	mm																	
Scum layer	mm																	
Dosing: lye	m ³ /d																	
Dosing: acid	m ³ /d																	
Dosing: anti-frothing agent	m ³ /d																	
Dosing: nutrients	m ³ /d																	
Dosing: trace elements	m ³ /d																	
Removal of sediment	m ³ /d																	
Regarding definitions and process standardization see Section 3 and Section 6 Special analyses such as ADX, PCB, PAK, phenol index, oestrogens, heavy metals and similar to be recorded/logged separately		1)	as sum of steam-volatile acids or chromatographically as acid spectra															
		2)	State analytical procedure; usually by potassium dichromate method															
		3)	Values obtained for input may vary depending on whether procedure is manual or automatic															
		4)	Depending on requirements and available measurement equipment															
		5)	To determine and compensate for gas moisture content															
		6)	Results of completed lab analyses for condensate to be recorded separately															
		7)	With multistage process organization, to be recorded for each process stage															