

## **Probenahme aus Gülle-, Fermenter- und Gärrestbehältern, Einsatzstofflagern und offenen Silos**



**Nr. III – 20/2017**

---

Zusammengestellt von der Arbeitsgruppe III (Prozessbiologie, -bewertung und Analytik) im „Biogas Forum Bayern“ von:

---

## Inhaltsverzeichnis

1.	Vorwort	3
2.	Einfluss der Probenahme auf die Qualität von Laboranalysen	4
3.	Häufigkeit von Laboruntersuchungen	5
4.	Vorüberlegungen zur Probenahme	5
5.	Repräsentative Probe	6
6.	Beprobung flüssiger Behälterinhalte in Güllelagern, Fermenter, Nachgärern und Endlagern	7
6.1	Vorbereitung der Probenahme	7
6.2	Grundsätze	8
6.3	Anzahl der Einzelproben von flüssigen Fermenterhalten	10
6.4	Flüssige Proben direkt aus den Gärbehältern oder der Vorgrube	10
6.5	Flüssige Proben aus einem Entnahmehahn	11
6.6	Flüssige Proben aus dem Bypass	11
6.7	Flüssige Proben aus dem Überlauf	12
6.8	Halbflüssige und pastöse Proben	12
6.9	Probentransport	12
7.	Beprobung von Silos, pflanzlichen Feststoff- und Schnittgutlagern und Festmistbehältern	13
7.1	Probenahmegeräte	13
7.2	Anzahl der Einzelproben	14
7.3	Zu beprobende Menge	14
7.4	Beprobung eines Silos von oben	14
7.5	Beprobung eines Silos an der Schnittkante	15
8.	Fazit zur Probenahme	17
9.	Literatur / Gesetze /Schriftenverzeichnis	17
	<i>Anlage 1, Muster-Probenahmeprotokoll (flüssige Behälterinhalte)</i>	<i>20</i>
	<i>Anlage 2, Muster-Probenahmeprotokoll (Einsatzstoffe)</i>	<i>21</i>

## 1. Vorwort

Der Markt für die Bioenergie hat in den vergangenen Jahren einen enormen Aufschwung genommen. Dabei ist das Wachstum der Biomassenutzung über Biogasanlagen von ökonomischen, technischen Parametern und umweltpolitischen Gesichtspunkten bestimmt.

Soll ein Teil des steigenden Energiebedarfs im „Energienmix der Zukunft“ aus nachwachsenden Rohstoffen (NawaRo) der landwirtschaftlichen Produktion gedeckt werden, so spielt eine gute Laboranalytik für die Optimierung der Prozesse und eine effektive Steuerung der Prozessbiologie in einer Biogasanlage eine immer bedeutendere Rolle. Zudem kann durch Beratung und Information und Interpretation der für den Landwirt neue Produktionszweig der Energie aus NawaRo zu einer guten und nachhaltigen Einkommensquelle werden. Sei es durch die Biogaserzeugung selbst oder zumindest durch Lieferung von Einsatzstoffen (Substraten) zu einem neuen Absatzmarkt seiner pflanzlichen Erzeugnisse.

Um geeignete Einsatzstoffe zu beurteilen und deren Gaserträge abzuschätzen, eine Biogasanlage auszulasten und die Prozesse zu optimieren, sind Messwerte zum Einsatzstoff und Qualitätsuntersuchungen im Labor für die wichtigsten Fermenterparameter erforderlich. Denn mit der Kenntnis dieser Mess- und Laborwerte kann die Umsetzung der Bioenergie effektiver und wirtschaftlicher betrieben werden. Gleichzeitig kann mit Hilfe von hochwertigen Analysen gezielt in einen suboptimalen Prozess eingegriffen oder in kritischen Situationen die Methanproduktion wieder kontrollierbar gemacht werden.

Das bedeutet, dass den Laborwerten, die für die Abschätzung der Gasproduktion und der Prozessbeurteilung herangezogen werden, ein hoher ökonomischer Stellenwert zukommt. Um aber diesem hohen Stellenwert gerecht zu werden, sind bestimmte Grundvoraussetzungen zu erfüllen, die ebenso wichtig sind wie die Laborergebnisse selbst.

Dabei gibt es bislang für die Probenahme im Umfeld von Biogasanlagen keine einheitliche Regelung oder Normung. Daher wird hier, wie so oft im Bereich der Bioenergie, ein Regelwerk aus anderen Bereichen, z. B. der Futtermittelanalytik, Bodenprobenahme, Lebensmittel-, Düngemitteluntersuchung, Wasser- und Abwassertechnik herangezogen und für die Bioenergie adaptiert.

Auch wenn es sich bei Biogas-Einsatzstoffen (Substraten) oder bei der Probenahme von Fermenter- oder anderen Behälterinhalten oft um das gleiche Material, z. B. Silomais oder Grassilage, Gülle, Jauche usw. handelt, so gelten hier die amtlichen Rechtsvorschriften für die oben genannten Bereiche nicht.

Die Grundregeln der amtlichen Futtermittelkontrolle sind in der „Verordnung (EU) 2017/625 des Europäischen Parlaments und des Rates...“ festgelegt und können als Anhaltspunkt für eine Probenahme von Einsatzstoffen dienen. Weiterhin gibt es eine Anleitung zur „Probenahme von flüssigen Proben in Biogasanlagen“ vom VDLUFA, die als wesentliche Basis dieser Schrift zu sehen ist. Diese ist dem VDLUFA Band VII Umweltanalytik; Grundwerk, V; 4. Aufl. 2011 Gesamtwerk einschl. 1. Ergänzungslieferung 2014, ISBN 978-3-941273-10-8, zu entnehmen. Die in dieser Quelle beschriebenen Methoden und Verfahren wurden in dieser Fachinformation stark berücksichtigt.

Amtliche Futtermittelproben, Wirtschaftsdünger und Düngemittel müssen von geschultem Personal nach den jeweiligen rechtlichen Vorgaben entsprechend den EU-Richtlinien

gezogen werden. Durch das Fehlen einer solchen Regelung im Bereich der landwirtschaftlichen Biogasanlagen kann jeder Mitarbeiter einer Biogasanlage oder ein Beauftragter vom Silo oder Fermenter Proben ziehen. Damit dies einheitlich und auf geeignete Weise vollzogen werden kann, dient diese Anleitung zur Probenahme.

## 2. Einfluss der Probenahme auf die Qualität von Laboranalysen

Da die Qualität der Untersuchungsergebnisse nicht nur von der eigentlichen Laboranalyse bestimmt wird, sondern auch das Resultat aller vorhergehenden Verfahrensschritte ist, wirken sich die einzelnen Verfahrensschritte auch auf die Gesamtqualität von Analyseergebnissen aus. Die Qualität lässt sich daher nicht an den absoluten Werten und den angegebenen Nachkommastellen im Labor bemessen, sondern an der Repräsentativität der Probe sowie der Genauigkeit, mit der die Proben vorher gezogen und verarbeitet wurden. Dies macht Abbildung 1 deutlich:

Der Hauptanteil der Analysefehler entsteht schon während der Probenahme. Bei der anschließenden Probenvorbereitung, Trocknung, Vermahlung und Homogenisierung der Proben sind Fehler von bis zu 10 % nicht auszuschließen. Nur ein geringer Teil (+/-1 %) ergibt sich während der Analyse z. B. durch Wäge- und Pipettierfehler.

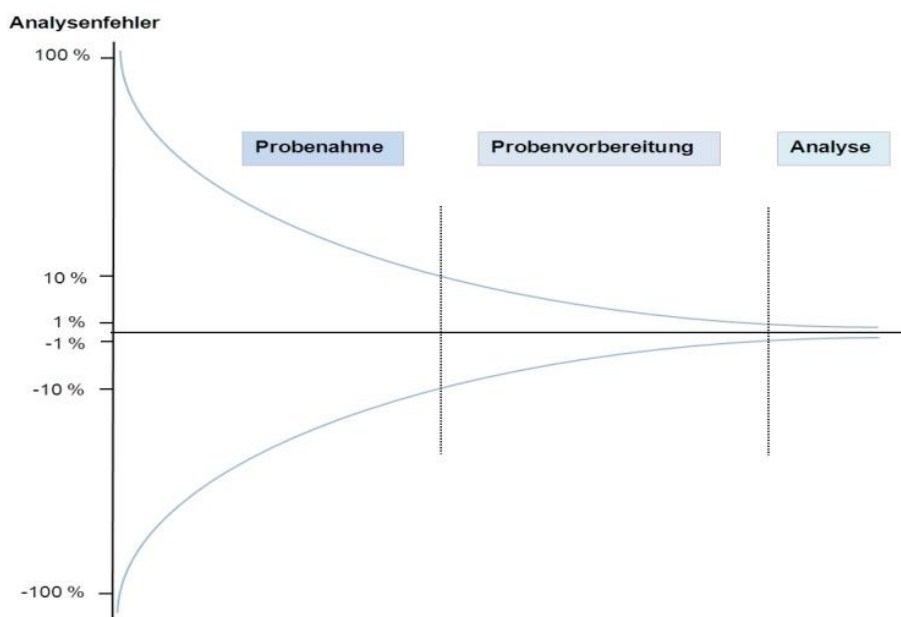


Abb. 1: Modellhafter Zusammenhang zwischen Analysefehler und Verfahrensschritten

Bei Analysen im Rahmen der Prozessüberwachung ist darauf zu achten, dass die aus dem Gülle- und Substratlager, Fermenter, Nachgärer oder Endlager entnommenen Proben möglichst repräsentativ das vollständige zu beprobende Material widerspiegeln.

### 3. Häufigkeit von Laboruntersuchungen

Wichtig ist bei allen Laboruntersuchungen, dass die Untersuchungshäufigkeit mit den Qualitätszielen des Betreibers übereinstimmt. Läuft eine Anlage im ungestörten Betrieb und die Untersuchung dient nur als Routine der Qualitätssicherung und der Selbstüberprüfung, können einfache, wöchentliche Untersuchungen ausreichend sein.

Sollen Ziele der Prozessoptimierung angestrebt werden, sollten komplexere Untersuchungen z. B. zu Carbonsäuren, Spurenelementen, Essigsäureäquivalent, Gasmengen und -ausbeute die Basis eventueller Betriebsänderungen sein. Hier ist je nach Fütterung und Stoffumsatz von zwei- bis fünftägigen Untersuchungszyklen auszugehen.

Sollen Störungen beseitigt werden, sind einige schnelle und gezielte Untersuchungen z. B. zu Hemm- und Störstoffen sowie zu den Einsatzstoffen erforderlich. Hier empfiehlt es sich, täglich zu beproben. Nach der Prüfung des Erfolgs von Maßnahmen sollten dann in einem größeren Abstand etwa eine Woche nach Störungsbeseitigung erneut Untersuchungen durchgeführt werden.

Die Analyseergebnisse sind aufgrund verschiedener Faktoren mit gewissen Unsicherheiten behaftet. So ist beispielsweise nicht jedes Ergebnis mit der gleichen Sicherheit wiederholbar. Insbesondere ist der Laborfehler hoch, wenn mehrere Labore die Untersuchungen durchführen. Abweichungen bei Doppelbestimmungen können aber auch innerhalb eines Labors auftreten. Außerdem hat jede Methode ihre eigene Nachweis- und Bestimmungsgrenze, von der es abhängt, wie klein die Konzentration des Analyten sein kann, damit er noch nachgewiesen werden kann. Da jedes Labor eine etwas andere Probenvorbereitung und Messmethode verwendet, ist von unterschiedlichen Ergebnissen auszugehen. Daher sind bei solchen Untersuchungszyklen Laborwechsel zu vermeiden.

### 4. Vorüberlegungen zur Probenahme

Welche Mengen bei der Probenahme genommen werden, ist nicht pauschal für jeden Betrieb zu beantworten. Jeder Betreiber einer Biogasanlage muss entsprechend den Vorgaben seiner verwendeten Technik, den baulichen Gegebenheiten, den Behältergrößen und den Prozessparametern, die Probenahme selbst anpassen.

Bevor man jedoch eine Beprobung durchführt, sollte man sich grundsätzlich überlegen, was der Grund der Beprobung ist.

Ist es eine Routinemessung, eine Beseitigung von Störungen oder eine Optimierung des Prozesses?

Je grösser die zu beprobende Partie, also der zu beprobende Behälter ist, desto mehr Einzelproben müssen genommen werden.

Auf alle Fälle muss die Beprobung die Gesamtmenge des zu untersuchenden Behälters möglichst gut repräsentieren und mit größtmöglicher Sorgfalt durchgeführt werden. Durch die Anzahl der Stichproben und die Zahl der Beprobungen kann man mit hoher Wahrscheinlichkeit eine repräsentative Probe entnehmen, niemals aber ein 100%iges Abbild der Gesamtmenge erhalten.

**Routineuntersuchung:** Ein Betreiber einer Biogasanlage sollte im Rahmen der Qualitätssicherung sowohl die eingesetzten Substrate, wie auch die flüssigen Behälterinhalte routinemäßig im Labor untersuchen lassen. Beim Fermenter wäre es z. B. angeraten, in einem regelmäßigen Abstand (etwa wöchentlich) den sog. FOS, den TAC und den Quotienten FOS/TAC zu untersuchen. Dies bleibt aber auch dem Anlagenbetreiber selbst überlassen. Routineuntersuchungen müssen nicht immer zwingend repräsentativ und aufwändig sein, wenn der Betreiber selbst ein paar einfache Untersuchungen vornimmt. Die Probenahme sollten aber dennoch immer gleich erfolgen. So kann der Laborwert mit den vorherigen Laborwerten verglichen werden und der stabile Betrieb sichergestellt werden.

**Störungsbeseitigung:** Will man Störungen aufspüren, so muss schon bedeutend mehr Wert auf eine gute Probenahme gelegt werden. Denn hier fehlen ja die entsprechenden vorherigen Werte und diese Beprobung muss genau das widerspiegeln, was aktuell im Fermenter vor sich geht. In diesem Fall ist es besonders wichtig, eine repräsentative Probe zu ziehen, denn ohne diese Vorbedingung kann kein Laborwert entstehen, der eine Diagnose ermöglicht und verlässliche Rückschlüsse auf den Prozess zulässt und auf dessen Basis die entscheidenden Sofortmaßnahmen zu treffen sind.

**Optimierungen:** Wenn bei Routineuntersuchungen festgestellt wurde, dass der Prozess durchaus noch Potentiale zur Gasproduktion aufweist, so können die weniger optimalen Bedingungen verbessert und technische Schwachstellen identifiziert und behoben werden. Auch hier gilt, dass eine repräsentative Beprobung unerlässlich ist. Zudem sollte die Überprüfungshäufigkeit deutlich angehoben werden um nicht Gefahr zu laufen, dass der Prozess überlastet wird und eine „Versäuerung“ droht.

Gerade bei Störungen und gewünschten Optimierungen ist es sinnvoll, ein beratendes Labor oder eine fachkundige Firma hinzuzuziehen, um einen maximalen Erfolg zu gewährleisten. Die Probenahme kann durchaus vom Betreiber selbst durchgeführt werden, wenn er die Hinweise in dieser Fachinformation berücksichtigt.

**Die Qualität des Untersuchungsergebnisses hängt in erster Linie von der Qualität der Probenahme ab!**

## 5. Repräsentative Probe

Die repräsentative Probe ist die einzige Art der Probenahme, welche einen Rückschluss auf die gesamte Partie zulässt. Sie ist daher bei allen Untersuchungen wichtig, kann aber bei reinen Routineproben durch z. B. geringere Stichprobenzahlen etwas vereinfacht werden.

Bei der Probenahme müssen oft Kompromisse gemacht werden zwischen der notwendigen Aussagekraft einer analysierten Probe und der zeitlichen Inanspruchnahme, dem vertretbaren Aufwand und den technischen Möglichkeiten.

## **6. Beprobung flüssiger Behälterinhalte in Güllelagern, Fermentern, Nachgärern und Endlagern**

### **6.1 Vorbereitung der Probenahme**

Vor Beginn der Probenahme stellen Sie sicher, dass alles benötigte Material bereit steht (Probeneimer, Probenflaschen, Material zum Mischen/Teilen von Proben, Verpackungs- und Beschriftungsmaterial, Formulare etc.).

Insbesondere sollte auch die „Persönliche Schutzausrüstung“ (Handschuhe, evtl. saubere Kleidung) angelegt werden.

Proben müssen so genommen und verpackt werden, dass keine Verunreinigungen in die Proben gelangen. Gut für die Probenahme sind Kunststoffgefäße aus Polypropylen, Teflon oder Polyethylen, aber auch emaillierte Gefäße oder Glasgefäße wären geeignet, jedoch ist bei letzterem die Bruchgefahr sehr hoch. Nicht verwenden sollten Sie „rostige Eimer“, Aluminiumschalen oder Holzfässer und/oder Schöpfbecher.

Benötigt werden:

- Schöpfbecher
- Schöpfgerät
- Stechheber
- Eimer
- Sammel- und Mischgefäß (z. B. ein 60 l Fass)
- Probenbehälter (möglichst aus Kunststoff)
- Kunststoffbeutel
- Verschlüsse
- ggf. Thermometer

Zur Probenahme, Bearbeitung und Verpackung sind Geräte und Materialien zu verwenden, die keine Stoffe an die Probe abgeben. Gleichzeitig sollen die verwendeten Behälter keine Stoffe aus der Probe aufnehmen. Die Gerätschaften sollten auch die Probe nicht in ihrer Beschaffenheit verändern können. Für mikrobiologische Analysen (z. B. Bakterien oder Archaeen) sollten die Gerätschaften vor Gebrauch desinfiziert werden (z. B. Ethanol, Abflammen). Falls dies nicht möglich ist (z. B. Kunststoffflaschen) sollten ungebrauchte Produkte verwendet werden. Bei Verwendung von Desinfektions- oder Waschmitteln sollte der Probenbehälter erneut mit Leitungswasser gespült werden, da ansonsten Desinfektionsmittelrückstände und Waschmittelreste Einfluss auf die Mikrobiologie nehmen könnten.

Proben müssen so beschriftet werden, dass Verwechslungen ausgeschlossen sind. Proben müssen so verpackt, gelagert und transportiert werden, dass sie nicht verderben. Um bereits im Vorfeld der Probenahme gravierende Fehler zu vermeiden, sollte man frühzeitig mit dem Labor Kontakt aufnehmen.



## 6.2 Grundsätze

Eine Probenahme aus einem nicht gerührten Behälter, mit daher nicht homogenem und somit nicht repräsentativem Inhalt ist nicht zulässig. Auch Güllegruben, deren Inhalt als Einsatzstoff in Betracht kommt oder Nachgärerinhalte oder Endlager müssen zuvor aufgerührt werden (idealerweise mehrere Stunden).

Bei diskontinuierlich gefütterten Anlagen sollte in der Regel nicht unmittelbar nach der Substratfütterung beprobt werden, sondern vorzugsweise kurz vor der nächsten Einsatzstoffzugabe.

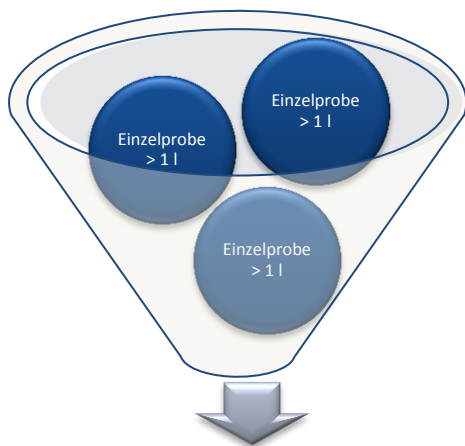
Einzelproben sind nach dem Zufallsprinzip möglichst über die gesamte Partie (gesamter Behälterinhalt) verteilt zu entnehmen. Das bedeutet, wenn in einem Behälter Ablaufhähne in unterschiedlicher Höhe sind, sollten aus allen Höhen Einzelproben entnommen werden.

Alle Einzelproben sollen etwa gleich groß sein und zwischen 1 und 5 Liter betragen.

Die Einzelproben sollten über einen Zeitraum von etwa 10 - 30 Minuten verteilt genommen werden, um den gerührten Behälterinhalt möglichst vollständig zu repräsentieren. Alle Einzelproben werden in einem Mischbehälter gesammelt und wiederum gut vermischt. Aus diesem Mischbehälter werden nun die Laborproben (Endproben) entnommen, wie in folgender Abbildung zu sehen ist.

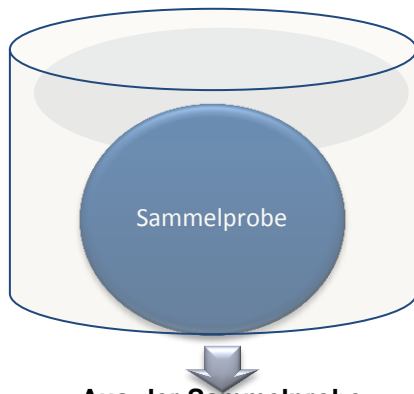
**Niemals die Probenahme aus ruhendem Gut vornehmen (immer rühren)!**





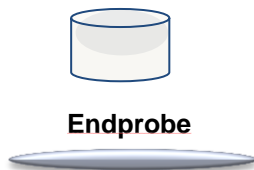
10 x  
**Einzelprobe**  
je ca. 1-5 l

**Alle Einzelproben werden zu  
Sammelproben vereinigt**



**Sammelprobe,**  
ebenfalls gut  
aufrühren

**Aus der Sammelprobe  
wird die Endprobe  
entnommen**



2 x  
**Endprobe**  
je ca. 0,75 l

Abb.2: Sammeln von Einzelproben und Entnahme der Endproben für das Labor

Die Laborprobe soll so groß sein, dass ein Labor in der Lage ist, alle Untersuchungen in drei Parallelen untersuchen zu können. In der Regel werden dem Labor zwei Endproben mit etwa 750 ml abgefüllt. Gegebenenfalls stimmen Sie dies mit dem untersuchenden Labor ab.

Wegen Inhomogenitäten und Entmischungen ist mindestens eine Doppelbeprobung einer Partie ratsam.

**Probenahmeflaschen niemals mehr als  $\frac{3}{4}$  befüllen!  
 Aktive und nicht ausreichend gekühlte Proben  
 bringen sonst den Behälter zum Platzen!**

### 6.3 Anzahl der Einzelproben von flüssigen Fermenterhalten

Fermenter sind in der Regel so groß, dass eine statistisch abgesicherte Probenahme zu viele Einzelbeprobungen voraussetzen würde. Hier ist daher mit Augenmaß an die Beprobung zu gehen und die Anzahl der Einzelproben so anzupassen, dass der Betreiber von einer guten Repräsentanz für die Partie ausgehen kann.

Dabei gilt, dass der Probenahmepunkt entscheidend für die Einzelproben ist. Wird z. B. das Gärrestlager beprobt, so gilt die Probe nur als Stichprobe für die Gesamtheit des Gärrestlagers, aber nicht für die vorgeschalteten Fermenter oder Nachgärer.

Die nachfolgende Tabelle 1 soll als Anhaltspunkt für die Anzahl der Einzelbeprobungen gelten, kann jedoch je nach Anlage über- oder unterschritten werden, wenn es der Probenehmer in Kenntnis der Anlage, der Behältergröße und dem Untersuchungszweck für richtig und für die Repräsentanz erforderlich erachtet.

Tabelle 1: Anzahl der Einzelproben

Behältervolumen	Empfohlene Anzahl der Einzelproben
bis 1000 m <sup>3</sup>	10
1000 m <sup>3</sup> oder größer	20 und mehr

### 6.4 Flüssige Proben direkt aus den Gärbehältern oder der Vorgrobe

Bei Probenahme aus offenen Behältern von oben, sind Entnahmen aus permanenten Schwimmdecken zu vermeiden. Schwimmdecken sind unterzurühren. Die empfohlene Anzahl an Einzelproben ist dann mit den entsprechenden Schöpfgeräten zu entnehmen. Möglich ist auch eine Beprobung während der Füllung des Güllefasses vor der Ausbringung. Dabei sollten etwa 5 - 10 Einzelproben mit je 1 bis 5 Liter Flüssigkeit gesammelt, gut aufgerührt und davon etwa je 0,75 Liter in zwei Weithalsflaschen (mind. 1 Liter Fassungsvermögen) abgefüllt werden.

## 6.5 Flüssige Proben aus einem Entnahmehahn

Bei dieser Art der Entnahme muss sichergestellt sein, dass nicht alte, stehende Reste aus dem Entnahmestutzen abgefüllt werden. Darum sollte man am Entnahmehahn mindestens das Dreifache des Rohrvolumens abgelassen und verworfen haben, bevor die eigentliche Probenahme beginnt. Dies kann sehr einfach mit Hilfe der Temperaturmessung, z. B. mit der Hand auf dem Entnahmestutzen erfolgen. Wird das Rohr warm, so fließt Fermenterinhalt aus.

Stehende Reste aus Entnahmestutzen ablassen  
(dreifaches Rohrvolumen verwerfen)



Abb. 3: Entnahme von flüssigen Proben aus Entnahmestutzen und Ablaufhähnen

## 6.6 Flüssige Proben aus dem Bypass

Die Probenahme aus einem Bypass sollte so erfolgen, dass während der Probenahme die Bypasspumpe kontinuierlich läuft. Auch hier gilt, dass mindestens das dreifache Hahn- und /oder Rohrvolumen des Entnahmestutzens zunächst verworfen werden sollte, bevor die Probenahme beginnt.

## **6.7 Flüssige Proben aus dem Überlauf**

Auch eine Beprobung aus dem Überlauf von einem Behälter zu einem anderen ist möglich. Es ist jedoch zu beachten, dass auch hier keine alten Ablagerungen oder Schwimmschichten in die Probe kommen.

## **6.8 Halbflüssige und pastöse Proben**

Sollen für spezielle Untersuchungen wie z. B. Schwimm- oder Sinkschichten beprobt werden, so gelten alle grundsätzlichen Verfahren wie oben beschrieben, doch sollte der Behälterinhalt nicht gerührt werden. Aber auch hier gilt, dass eine Mindestprobenzahl von 10 Einzelproben nicht unterschritten werden darf. Zudem sollte sichergestellt werden, dass die Probenahme von der gesamten Oberfläche (mit einem Probenbecher, bei vorsichtigem Rühren) oder im Falle der Sinkschicht mit einem Stechheber repräsentativ durchzuführen ist.

## **6.9 Probentransport**

Proben sollten nur nach Rücksprache mit dem Labor eingefroren werden. Beispielsweise führt ein Einfrieren bei vielen mikrobiologischen Untersuchungen zu verzerrten Ergebnissen. Der Probentransport ins Labor sollte möglichst am gleichen Tag und auf dem kürzesten Weg ins Labor erfolgen. Verpackung und Transport haben so zu erfolgen, dass sich die Proben möglichst nicht verändern. Um z. B. Ammoniumverluste nach der Probenahme zu minimieren, müssen insbesondere frische Pflanzen oder Silagen unverzüglich ins Untersuchungslabor transportiert werden. Wärme, Luft und Licht sind möglichst auszuschließen. Eine Transporttemperatur von +2°C bis +4 °C (Kühlelemente) ist zunächst gut, bei trockenem, festem Probenmaterial jedoch nicht zwingend erforderlich. Der Versand an das Labor hat mit einem Protokoll zu erfolgen (Beispiel siehe Anlage 1).

## 7. Beprobung von Silos, pflanzlichen Feststoff- und Schnittgutlagern und Festmistbehältern

Werden die Proben an einem Silo genommen, so muss der Silierprozess zum Zeitpunkt der Probenahme beendet sein. Für stabile, gut durchgegozene Gras- und Maissilagen werden insgesamt mindestens 6 Wochen Silierdauer benötigt. Bei höheren TM-Gehalten, über 40 % bei Grassilage bzw. 35 % bei Maissilage, finden auch nach 6 Wochen noch immer Umsetzungsprozesse im Silo statt. Grundsätzlich empfiehlt sich jedoch nach Beendigung des Silierprozesses ein möglichst früher Untersuchungstermin, um Kenntnisse über die Qualitäten der zur Verfügung stehenden wertgebenden Inhaltsstoffe und den Energiegehalt zu erhalten. Ebenso sind die Laborwerte für Schnittgut- und Festmistlager, gerade bei einem Wechsel von Einsatzstoffen wichtig, denn sie liefern die Daten für die zu erwartende Gasausbeute und die Energiegewinnung im Blockheizkraftwerk.

### 7.1 Probenahmegeräte

Die Probenahmegeräte müssen aus einem Material bestehen, das die zu beprobenden Laboranalysen nicht beeinflusst. Vorzugsweise sollten Kunststoffbehälter aus Polypropylen, Teflon oder Polyethylen bestehen. Probenehmer sollten aus Messing, Edelstahl, Carbonfaser oder Kunststoff bestehen. Aluschalen sollten beispielsweise nicht verwendet werden, wenn auf Aluminium untersucht werden soll.

Benötigt werden:

- zur Größe der Partie und zur Teilchengröße der Stoffe passende Probestecher (Nmin-Bohrer, Göttinger Bohrer) mit langem Schlitz oder Kammern, ein Spaten oder eine andere Probenahmeeinrichtung
- Eimer aus Kunststoff oder Metall (möglichst emailliert)
- 1,5 m<sup>2</sup> Folie zum Mischen der Sammelprobe oder ein Sammel- und Mischgefäß (z. B. ein 60 Liter Kunststofffass oder eine Mörtelwanne)
- Probenbehältnisse (möglichst aus Kunststoff), z. B. feste Kunststoffbeutel oder Weithalsflaschen aus Kunststoff

## 7.2 Anzahl der Einzelproben

Bei den in Spalte 1 der folgenden Tabelle aufgeführten Partien ist die dort in Spalte 2 festgesetzte Mindestzahl an Einzelproben zu ziehen:

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

## 7.3 Zu beprobende Menge

Die zu beprobende Menge richtet sich nach der Art der Untersuchung, sollte aber etwa aus einer Sammelprobe von mindesten 10 kg erfolgen. Diese wird homogenisiert und dann als zwei Endproben in Kunststofftüten abgefüllt. In der Regel sollten dem Labor (nach Rücksprache) zwei Endproben von je 1 Liter oder 1 kg geschickt werden.

## 7.4 Beprobung eines Silos von oben

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



Abb. 4: Probenahme am Silo durch Einstiche von oben

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

### 7.5 Beprobung eines Silos an der Schnittkante

Wird mit einem Radlader gearbeitet, sollte vor der Beprobung mindestens eine Schicht von 30 cm abgetragen werden. Dann entnimmt man aus jeder Schaufel eine repräsentative Probe und vereinigt diese zu einer Sammelprobe. Es sollte mindestens an zehn verschiedenen Stellen eine Probe entnommen werden. Bei Probenahme direkt aus dem Silostock ist darauf zu achten, dass nicht von der Witterung stark beeinflusstes Randmaterial entnommen wird und dass keine verschimmelten Einzelproben in die Sammelprobe gelangen.

Eine andere Möglichkeit ist, dass man mit Schaufel oder Bohrstock an der Schnittkante etwa 10 -0 Einzelproben entnimmt und diese auf eine Folie oder in ein kleines Kunststofffass einfüllt. Diese Sammelproben werden vermischt und homogenisiert. Die pflanzlichen Einsatzstoffe mit Trockensubstanzgehalten über 20 % werden in vorher beschriftete Tüten (große Gefrierbeutel) oder auch in Weithalsflaschen (mind. 1 Liter Fassungsvermögen) abgefüllt.

Zur Herstellung von reduzierten Sammelproben und Endproben können auch Probeteiler verwendet werden.





Abb. 5: Probenahme an der Schnittkante des Silos (Foto: G. Henkelmann, AQU 2, Qualitätssicherung und Untersuchungswesen)

## Keine verschimmelten oder sonstig veränderten Randschichten zur Sammelprobe zufügen!

Die Sammelprobe wird durch geeignete Techniken (z. B. ein Teilkreuz, der Bildung von Diagonalen einer kreisförmig ausgebreiteten Sammelprobe oder einem Probenteiler oder durch Vierteln) zu einer Endprobe reduziert. Bei Verwendung eines Mischkreuzes ist eine geeignete Unterlage (z. B. feste Folie oder ein Stahlblech) zu verwenden. Wird in einem Fass oder einer Mörtelwanne gesammelt, sind bei jeder Einzelprobenzugabe die Inhalte gut zu vermischen.

Die empfohlene Menge der Endprobe ergibt sich aus dem Untersuchungsumfang. Sie wird aus der Sammelprobe entnommen und sollte etwa zweimal 1 Liter nicht unterschreiten. Die Endprobe ist in einen sauberen, dichten Folienbeutel, aus welchem nach dem Einfüllen der Endprobe die Luft entfernt wird, zu verpacken und mit einem wasserfesten Stift eindeutig zu kennzeichnen. Ein Probenahmeprotokoll (siehe Anlage 2) ist den Proben immer beizulegen.

## 8. Fazit zur Probenahme

Die Probenahme ist von allen im Bereich der Bioenergie durchgeführten Maßnahmen die Tätigkeit, die den größten Einfluss auf die Laborergebnisse und damit die Steuerung und den Betrieb einer Biogasanlage ausübt. Daher ist hier größte Sorgfalt und Genauigkeit gefragt, um keine falschen Rückschlüsse auf Prozesse im Fermenter zu ziehen. Vor allem, wenn bestimmte Fragestellungen zu Störungen oder Optimierungen (z. B. Spurennährstoffe oder auch Indikatoren für Hemmungen im System) im Vordergrund der Analysen stehen, ist eine korrekte und präzise Probenahme von außerordentlicher Bedeutung, um nicht dadurch zu fehlerhaften Maßnahmen zu greifen, die die ursprünglichen Störungen sogar noch verstärken könnten.

Es ist daher wichtig, genau darauf zu achten, wofür man die Probenahme durchführt, ob es sich um eine Routineprobe, Störungsanalyse oder eine Optimierung handelt. Zudem sollte das Labor mit gezielten Aufträgen zu den Fragestellungen beauftragt werden. Erkundigen Sie sich, in welcher Form und Menge die Probe ans Labor verschickt werden soll. Achten Sie auf kurze Transportzeiten (z. B. vermeiden Sie falls möglich, Feiertage, Brückentage usw.). Fragen Sie nach, ob das Labor im relevanten Konzentrationsbereich auch Ergebnisse liefern kann und wie hoch der Messfehler der Methode ist um die Daten zu interpretieren.

Leider gibt es für viele der zur Beurteilung des Fermentationsprozesses relevanten Messgrößen keine allgemein anerkannten Methoden oder DIN-Normen. Somit sind Laborwerte auch bei guter Probenahme von Labor zu Labor oft nur bedingt vergleichbar, vor allem wenn unterschiedliche Methoden zur Analyse verwendet werden. Darum sollte man möglichst bei einem Labor „seines Vertrauens“ bleiben, um gerade bei Optimierungen immer die Ergebnisse aus einer Hand zu erhalten. Einmalige Messungen sollten nicht als Basis für Ihre Entscheidungen verwendet werden. Man sollte den Verlauf der Analyseergebnisse über die Zeit beobachten und mögliche Trends in den Laborergebnissen ablesen und interpretieren.

## 9. Literatur / Gesetze /Schriftenverzeichnis

[1] Berufsgenossenschaft (BGETEM):

Beiträge zur Hygiene am Arbeitsplatz können auf der Seite der Berufsgenossenschaft:

<http://WWW.BGETEM.de> gefunden werden.

[2] Biogashandbuch Bayern:

<https://www.lfu.bayern.de/energie/biogashandbuch/index.htm>

[3] Düngegesetz (DüngG):

"Düngegesetz vom 9. Januar 2009 (BGBl. I S. 54, 136), das zuletzt durch Artikel 1 des Gesetzes vom 5. Mai 2017 (BGBl. I S. 1068) geändert worden ist"

[https://www.gesetze-im-internet.de/d\\_ngg/BJNR005400009.html](https://www.gesetze-im-internet.de/d_ngg/BJNR005400009.html)

[4] Düngeverordnung DüV

Verordnung über die Anwendung von Düngemitteln, Bodenhilfsstoffen, Kultursubstraten und Pflanzenhilfsmitteln nach den Grundsätzen der guten fachlichen Praxis beim Düngen (Düngeverordnung-DüV). Bundesgesetzblatt G5702, 2017 Nr. 32. seit dem 02.06.2017 gültig. <https://www.bgbl.de>

[4] Düngemittelverordnung (DüMV):

Verordnung über das Inverkehrbringen von Düngemitteln, Bodenhilfsstoffen, Kultursubstraten und Pflanzenhilfsmitteln (Düngemittelverordnung - DüMV)

[http://www.gesetze-im-internet.de/d\\_mv\\_2012/BJNR248200012.html](http://www.gesetze-im-internet.de/d_mv_2012/BJNR248200012.html)

Zweite Verordnung zur Änderung der Düngemittelverordnung vom 31.03.17 (Drucksache 128/17); [https://www.umwelt-online.de/PDFBR/2017/0128\\_2D17B.pdf](https://www.umwelt-online.de/PDFBR/2017/0128_2D17B.pdf)

[5] Henkelmann G., Meyer zu Köcker, K. (2011):

Tagungsband zum Workshop des Fachverbands Biogas am 11.01.11 in Nürnberg, „Die Qualität von Labordienstleistungen – Ergebnisse aus Ringversuchen“ (2011)

[6] Henkelmann, G., Meyer zu Köcker, K., Götz, J., Beck, J. (2011):

Schlüsselparameter zur Kontrolle des Gärprozesses und Motivation, Voraussetzung und Möglichkeiten für die Prozessüberwachung, LfL-Information und Internetbeitrag

[7] Henkelmann, G. und Vogt, Ch. (2016):

Ergebnisbericht zum 10. Ringversuch, Biogas, LfL-Information.

[8] Meyer zu Köcker, K. Henkelmann G., (2011):

Ringversuche für Laboranalytik – der Weg zur Qualität, Biogas Journal, Heft 1 2011, Seite 85 bis 88

[9] Richtlinie VDI 4630:

Vergärung organischer Stoffe; Substratcharakterisierung, Probenahme, Stoffdatenerhebung, Gärversuche

[10] Rudolph, W., (2014):

Wahre Werte?, „Joule – Agrarenergie, Technik, Politik, Wirtschaft“, Heft 5 (Sept./Oktober) / 2014; Deutscher Landwirtschaftsverlag GmbH, München, Beinhaltet ein Interview mit G. Henkelmann.

[11] Sächsische Landesanstalt für Landwirtschaft (2013):

Hinweise zur Probenahme von Futtermitteln im landwirtschaftlichen Betrieb, Fachbereich Landwirtschaftliches Untersuchungswesen;

[https://www.smul.sachsen.de/bful/download/Probenahme\\_im\\_landwirtschaftlichen\\_Betrieb.pdf](https://www.smul.sachsen.de/bful/download/Probenahme_im_landwirtschaftlichen_Betrieb.pdf)

[12] VDLUFA, Band VII Umweltanalytik (2011):

1.1.1 Probenahme von flüssigen Proben in Biogasanlagen, Grundwerk, - V - ; 4. Aufl. 2011  
Gesamtwerk einschl. 1. Ergänzungslieferung 2014, 690 S.; ISBN 978-3-941273-10-8

[13] Verordnung (EU) 2017/625 des Europäischen Parlaments und des Rates vom 15. März 2017: Amtliche Kontrollen und andere amtliche Tätigkeiten zur Gewährleistung der Anwendung des Lebens- und Futtermittelrechts und der Vorschriften über Tiergesundheit und Tierschutz, Pflanzengesundheit und Pflanzenschutzmittel, zur Änderung der Verordnungen (EG) Nr. 999/2001, (EG) Nr. 396/2005, (EG) Nr. 1069/2009, (EG) Nr. 1107/2009, (EU) Nr. 1151/2012, (EU) Nr. 652/2014, (EU) 2016/429 und (EU) 2016/2031 des Europäischen Parlaments und des Rates, der Verordnungen (EG) Nr. 1/2005 und (EG) Nr. 1099/2009 des Rates sowie der Richtlinien 98/58/EG, 1999/74/EG, 2007/43/EG, 2008/119/EG und 2008/120/EG des Rates und zur Aufhebung der Verordnungen (EG) Nr. 854/2004 und (EG) Nr. 882/2004 des Europäischen Parlaments und des Rates, der Richtlinien 89/608/EWG, 89/662/EWG, 90/425/EWG, 91/496/EEG, 96/23/EG, 96/93/EG und 97/78/EG des Rates und des Beschlusses 92/438/EWG des Rates (Verordnung über amtliche Kontrollen)Text von Bedeutung für den EWR.

[14] Wirtschaftsdünger-Verordnung (WDüngV):

Verordnung über das Inverkehrbringen und Befördern von Wirtschaftsdüngern, WDüngV,  
Ausfertigungsdatum: 21.07.2010 (BGBl. I S. 1062)

[http://www.gesetze-im-internet.de/wd\\_ngv/BJNR106200010.html](http://www.gesetze-im-internet.de/wd_ngv/BJNR106200010.html)

---

**Anlage 1, Muster-Probenahmeprotokoll (flüssige Behälterinhalte)**

# Probenahmeprotokoll

## Flüssige Behälterinhalte

Probenehmer: \_\_\_\_\_

Art der Probe: \_\_\_\_\_

Datum: \_\_\_\_\_

Uhrzeit: \_\_\_\_\_

Behälter: (z. B. Fermenter, Endlager ...): \_\_\_\_\_

Entnahmestelle: \_\_\_\_\_

Entnahme (wo? unten Mitte oben): \_\_\_\_\_

Temperatur bei Entnahme: \_\_\_\_\_ °C

Besonderes: \_\_\_\_\_

Transport: \_\_\_\_\_  gekühlt \_\_\_\_\_  ungekühlt

Transportdauer: \_\_\_\_\_ Stunden

Weitere Behandlung: \_\_\_\_\_

---

**Anlage 2, Muster-Probenahmeprotokoll (Einsatzstoffe)**

# Probenahmeprotokoll

## Mais- oder Grassilage o. ä.

Probenehmer: \_\_\_\_\_

Art der Probe: \_\_\_\_\_

Datum: \_\_\_\_\_

Uhrzeit: \_\_\_\_\_

Entnahmestelle Silo Nr.: \_\_\_\_\_

Entnahmestelle (z. B. Schnittkannte, vom Lader, von oben ...): \_\_\_\_\_

Mischprobe/Anzahl der Einstiche: \_\_\_\_\_

Temperatur bei Entnahme: \_\_\_\_\_ °C

Besonderes: \_\_\_\_\_

Transport: \_\_\_\_\_  gekühlt \_\_\_\_\_  ungekühlt

Transportdauer: \_\_\_\_\_ Stunden

Weitere Behandlung: \_\_\_\_\_

Das „Biogas Forum Bayern“ ist eine Informationsplattform zum Wissenstransfer für die landwirtschaftliche Biogasproduktion in Bayern

## Arbeitsgruppe III (Prozessbiologie, -bewertung und Analytik)

hier erarbeiten Experten Publikationen zu folgenden Themen:

- Substratbewertung
- Mikrobiologie und Chemie
- Analytik
- Prozesskontrolle
- Restgaspotenziale

## Mitglieder der Arbeitsgruppe

- **Atres**
- **Bayerisches Landesamt für Arbeitsschutz, Arbeitsmedizin und Sicherheitstechnik**
- **Bayerisches Staatsministerium für Umwelt und Gesundheit**
- **Biogasanlagenbetreiber**
- **Fachverband Biogas e.V.**
- **Bayerische Landesanstalt für Landwirtschaft**  
Abteilung für Qualitätssicherung und Untersuchungswesen  
Institut für Landtechnik und Tierhaltung  
Institut für Tierernährung und Futterwirtschaft
- **Maschinenring Tuttlingen Stockach GmbH**
- **renergie Allgäu e.V.**
- **Technische Universität München**
- **UGN Umwelttechnik GmbH**
- **Wessling Laboratorien**

Herausgeber:



Arbeitsgemeinschaft Landtechnik  
und landwirtschaftliches Bauwesen in Bayern e.V.  
Vöttinger Straße 36  
85354 Freising  
Telefon: 08161/71-3460  
Telefax: 08161/71-5307  
Internet: <http://www.biogas-forum-bayern.de>  
E-Mail: [info@biogas-forum-bayern.de](mailto:info@biogas-forum-bayern.de)