

EINE NEUE METHODE ZUR
BESTIMMUNG DER
FLIESSEIGENSCHAFTEN VON
SCHÜTTGÜTERN

Dissertation zur Erlangung
des naturwissenschaftlichen Doktorgrades
der Bayerischen Julius-Maximilians-Universität Würzburg

vorgelegt von
Kai Kretzler
aus
Heidelberg

Würzburg 2002

Eingereicht am:

Bei der Fakultät für Pharmazie und Lebensmittelchemie

Gutachter der Dissertation:

Prof. Dr. I. Zimmermann

Prof. Dr.

Prüfer: Prof. Dr. I. Zimmermann

Prüfer: Prof. Dr.

Tag der mündlichen Prüfung:

Doktorurkunde ausgehändigt am:

Für die Liebsten auf Erden:

Meinen Eltern

Meinem Bruder

Yvonne

Zunächst will ich die Personen nennen, denen ich im Rahmen dieser Arbeit große *Dankbarkeit* entgegenbringe. Sie gilt besonders:

- meinem Doktorvater, Herrn Prof. Dr. Ingfried Zimmermann, der mir dieses reizvolle und interessante Thema gestellt hat, mir in vielen Diskussionen wertvolle Anregungen gab und durch die Bereitstellung der erforderlichen finanziellen Mittel die Arbeit erst möglich gemacht hat;
- meinem Freund und Kollegen Herrn Dr. Ulf Köster, für die hervorragende Zusammenarbeit, die stets mit einem problemlosen und gewinnbringenden Austausch von Informationen verbunden war. Seine fachkundigen Ratschläge sowie die oft längeren Diskussionen werde ich sehr vermissen;
- Herrn Feinmechanikermeister Georg Walter, den Leiter der hauseigenen Werkstatt sowie seinen Mitarbeitern Herrn Mathias Völker, Herrn Karl Vollmuth mit einigen Auszubildenden. Ohne sie wäre diese Arbeit nicht möglich gewesen. Sie haben das Messgerät Stück für Stück zusammengebaut und sind auf meine Verbesserungsvorschläge und Wünsche immer geduldig und mit viel Sachverstand eingegangen;
- Herrn Prof. Dr. Manfred von Golitschek, Leiter des hiesigen Lehrstuhles für Angewandte Mathematik, der mich sehr bei der numerischen Analyse meiner Messdaten unterstützte;
- dem Netzwerkadministrator, Herrn Dr. Bernd Reyer, der meinen PC zusammenbaute und immer mit Rat und Tat zur Seite stand, wenn mal wieder ein Problem bei der Hard-Software-Anpassung zu lösen war, sowie seinem Mitarbeiter Herrn Bernd Rösch, der mich immer wieder „löttechnisch“ gewähren ließ;
- meinen Kollegen des Arbeitskreises, besonders Frau Dr. Felicitas Rief, Frau Dr. Isabel Anstett, Frau Apothekerin Kathrin Meyer und Frau Apothekerin Barbara Weh, für viele nützliche Fachgespräche und gewinnbringende Erörterungen verfahrenstechnischer Probleme;
- Frau Claudia Gehrig, Mitarbeiterin des Biozentrums, die mich bei den REM Aufnahmen tatkräftig unterstützte;

- unserer Sekretärin, Frau Christine Schneider, die mir im täglichen Kampf mit der universitätsüblichen Bürokratie oft zur Seite stand.

Besonders verbunden bin ich dem Akademischen Direktor Herrn Dr. Hermann Walz. Mit dem Blick für das Wesentliche organisierte und leitete er das Praktikum, sorgte stets für ein angenehmes Arbeitsklima und übertrug seine souveräne Gelassenheit wohltuend auf uns Promovierende.

Ein Teil der Ergebnisse, die aus dieser Arbeit hervorgingen, wurde bereits veröffentlicht.

Kretzler, K.; Zimmermann, I.: A new approach to characterise powder flow properties and arching, Poster session of PARTEC 2001, International Congress for Particle Technology, Nürnberg, 27. – 29.03.2001

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung und Problemstellung	11
2	Stand des Wissens	12
2.1	Fließcharakteristik von Schüttgütern	12
2.2	Theoretische Grundlagen der interpartikulären Haftkräfte	13
2.2.1	Allgemein.....	13
2.2.2	Van-der-Waals Kräfte	15
2.2.3	Berechnungsmodelle für Adhäsionskräfte	16
2.2.4	Einfluss der Oberflächenstruktur.....	18
2.3	Methoden zur Bestimmung der Fließcharakteristik	20
2.3.1	Makroskopische Methoden.....	20
2.3.2	Halbmakroskopische Untersuchungsmethoden	23
2.3.3	Mikroskopische Untersuchungen	25
2.4	Spannungszustände in Silos und Trichtern	25
2.4.1	Allgemein.....	25
2.4.2	Spannungszustände in Silos.....	27
2.4.3	Spannungszustände in Trichtern.....	29
2.5	Massefluss und Auslaufgeschwindigkeit	31
3	Zielsetzung und Arbeitshypothese.....	37
4	Material und Methoden	39
4.1	Material.....	39
4.1.1	Fraktionierte Laktose	39
4.1.2	Starch® 1500	43
4.1.3	Prosolv® SMCC 50	44
4.2	Methoden	46
4.2.1	Rasterelektronenmikroskopie	46
4.2.2	Partikelgrößenanalyse	46
4.2.3	Bestimmung der relativen Luftfeuchte	51
4.2.4	Einstellung von Luftfechtigkeiten.....	51
4.2.5	Bestimmung von Drehmomenten	52
4.2.5.1	Beschreibung der Messprinzipien.....	52
4.2.5.2	Signalerfassung	53
4.2.5.3	Statische Messsysteme	55
4.2.5.4	Rotierende Messsysteme	55
4.2.6	Bestimmung von Gewichtskräften.....	58

4.2.7	Antriebsmöglichkeiten	59
4.2.8	Modifizierter Auslauftrichter	61
5	Ergebnisse	65
5.1	Untersuchung der Brückenbildung	65
5.2	Geräte Um – und Neubau	71
5.2.1	Ist-Zustand	71
5.2.2	Anforderungen	72
5.2.3	Auswahlkriterien	74
5.2.4	Verwendete Systeme	76
5.2.5	Aufbau und Funktion des neuen Messgeräts	79
5.2.6	Durchführung der Versuche mit dem neuen Messgerät	87
5.3	Untersuchung des Zusammenhanges zwischen Drehmoment und Massefluss	88
5.3.1	Hypothese und Vorgehensweise	88
5.3.2	Versuchsdurchführung mit Beispielen	90
5.4	Einfluss der Rührgeschwindigkeit auf das auftretende Drehmoment. 95	
5.5	Einfluss der Rührerform auf das auftretende Drehmoment	96
5.6	Einfluss der Rührergröße auf das Ausflussverhalten	108
6	Zusammenfassende Diskussion	111
7	Summary	115
8	Anhang	119
8.1	Herleitung der Berechnungsformel von Gl. 5.1	119
8.2	Programm zur Steuerung des Messablaufs	120
8.3	Programm zum Vergleich von Massefluss und Drehmoment	124
8.4	Herleitung der Berechnungsformel von Gl. 5.14	127
8.5	SAS-Programm zu Abschnitt	128
9	Literaturverzeichnis	129

Verwendete Symbole:

A	Hamaker Konstante [J]
a	Haftabstand [m]
α	Faktor für die Kurvenanpassung []
b	Brückenwinkel [°]
β	Konstante für die Kurvenanpassung []
D	Durchmesser [m]
D ₀	Durchmesser der Auslauföffnung [m]
D [v;0,5]	Medianwert der Partikelgrößenverteilung [μm]
$\Delta\gamma$	Adhäsionsarbeit [J]
Φ	Wandreibungswinkel [°]
F	Anziehungskraft [N]
F _{ad}	Adhäsionskraft [N]
ff	Fließfaktor []
γ	Oberflächenspannung [mN/m]
g	Ortbeschleunigung [m/s ²]
G	Gewichtskraft [N]
γ_i, γ_j	Oberflächenenergie [J]
γ_{ij}	Grenzflächenenergie [J]
h _k	Höhe des Kegels [m]
h _s	Höhe des Kegelstumpfes [m]
h _{Tr}	Höhe des Trichters [m]
φ	Flächenladungsdichte [e/mm ²]
λ_p	Horizontallastverhältnis []
m	Faktor für die Trichtergeometrie (m = 0 für keilförmige und m = 1 für axialsymmetrische Trichter)
M	Drehmoment [Nm]
N	Anzahl der Rauigkeitserhebungen []
π	Kreiszahl []
Θ	Trichterneigungswinkel gegen die Vertikale [°]
R	Radius [m]
r	Radius der Auslauföffnung [m]
R ₁	Radius der großen Kugel [m]
R ₂	Radius der kleinen Kugel [m]
ρ_b	Dichte des Schüttgutes [g/cm ³]

r_R	Rauhigkeitsradius [m]
r_s	Feststoffdichte [g/cm ³]
S_A	Höhe des dynamischen Gewölbes [m]
σ_1	Verfestigungsspannung [Pa]
σ_c	Schüttgutfestigkeit [Pa]
σ_h	Horizontalspannung [Pa]
σ_v	Vertikalspannung (über Querschnitt gemittelt) [Pa]
$\sigma_{v,0}$	mittlere Vertikalspannung an der Unterseite des Siloschaftes [Pa]
τ_w	Wandschubspannung [Pa]
U	Kontaktpotential [V]
u_A	Geschwindigkeit des Partikelstromes auf der Oberfläche des dynamischen Gewölbes [m/s]
V_k	Kegelvolumen [m ³]
V_s	Volumen des Kegelstumpfes [m ³]
x	Höhe der Schüttgutsäule [m]
Ψ	Massefluss [g]
z	Höhenkoordinate von der Trichterspitze beginnend [m]

1 Einleitung und Problemstellung

Im täglichen Leben kommt fast jeder mit Schüttgütern wie Salz, Mehl oder Reis auf die eine oder andere Weise in Berührung. So spielen sie auch bei der industriellen Fertigung von Waren eine große Rolle. Tatsächlich stellen aber die Fließeigenschaften dieser Pulver allzu oft den begrenzenden Faktor der Produktion dar. Besonders bei der Herstellung von Arzneiformen wie Tabletten oder Kapseln kommt dieser zum Tragen, da diese Arzneiformen über das Schüttvolumen dosiert werden. Ein schlecht oder ungleichmäßig fließendes Pulver würde demnach zu ungenau dosierten Tabletten führen. Dies würde aber eine behördliche Zulassung mit Sicherheit in Frage stellen. Daher wird in der pharmazeutischen Industrie viel Zeit auf die fließtechnische Optimierung der Pulver verwendet, um einwandfreie Qualität zu produzieren.

Schüttgüter werden wegen ihrer Fließfähigkeit vor allem in Silos oder Bunkern gelagert. Daher beschäftigt sich die mechanische Verfahrenstechnik schon sehr lange mit dem Ausflussverhalten dieser Güter. Jenike war einer der Ersten, die auf diesem Gebiet gearbeitet haben^{1, 2, 3}. Er entwickelte eine Messmethode die es erlaubt, Silos so zu dimensionieren, dass eine kontinuierliche Gutentnahme möglich ist. Ebenfalls konnte damit der Überlastung der Silowände entgegengewirkt werden. Um die Fließcharakteristik von Schüttgütern zu beschreiben, mussten einige vereinfachende und idealisierende Annahmen gemacht werden. Auf dieser Basis wurde inzwischen eine Reihe von Modellen zur Beschreibung der besonderen Fließeigenschaften von Schüttgütern entwickelt. Sie beruhen auf entsprechenden Theorien, welche die Spannungszustände im Pulver beschreiben. Diese machen die interpartikulären Haftkräfte der Pulverteilchen für das Fließverhalten verantwortlich.

Um aussagekräftige Modelle zu erhalten sind in der Regel Messmethoden erforderlich, die einen hohen finanziellen oder zeitlichen Aufwand bedingen. Es wäre also wünschenswert, eine physikalisch interpretierbare Methode zu entwickeln, die preiswert und einfach zu handhaben ist.

Basierend auf einem Auslauftrichter nach DIN ISO 4324⁴ wurde ein neues Gerät von Weigand konzipiert⁵. Dieses Instrument sollte im Rahmen dieser Arbeit weiter erforscht und seine Messergebnisse verifiziert werden.

2 Stand des Wissens

2.1 Fließcharakteristik von Schüttgütern

Schüttgüter nehmen eine Sonderstellung in der Kontinuummechanik ein. Physikalisch gesehen stellen sie eine *Dispersion* von kleinen festen Partikeln in Luft dar. Damit stehen sie in ihrem Verhalten zwischen den Hooke'schen Festkörpern und den Newton'schen Flüssigkeiten^{6, 7, 8}. Werden Pulver auf eine ebene Unterlage „ausgegossen“, so bilden sie einen Schüttkegel aus⁹. Dazu sind sie in der Lage, weil sie Druck- und Schubspannungen ebenso wie geringe Zugspannungen übertragen können. Weiterhin fließen sie unter Einwirkung ausreichend großer Schubspannungen und können so nahezu beliebige Hohlräume ausfüllen. Bei der Tabletten- oder Brikettherstellung macht man sich deren Eigenschaft der Komprimierbarkeit zunutze.

Die Arbeit von Jenike¹ war grundlegend, um die Fließeigenschaften von Schüttgütern quantitativ zu beschreiben. Er legte den Kennwert ff_c als Fließfähigkeit für Pulver fest. Dieser Wert ergibt sich aus dem Verhältnis der Verfestigungsspannung zur Schüttgutfestigkeit. Damit teilte Jenike die Schüttgüter von „nicht fließend“ über „kohäsiv“ bis hin zu „frei fließend“ ein, wobei weitere Zwischenstufen existieren. Welche dieser Eigenschaften ein Pulver nun besitzt wird hauptsächlich vom Verhältnis der interpartikulären Haftkräfte zur Gewichtskraft der Partikel bestimmt. Dieses Verhältnis ist umgekehrt proportional zum Quadrat des Partikeldurchmessers. Damit behindern die Haftkräfte durch die damit verbundene Kohäsion das Fließen sehr viel stärker, als es durch die Partikelmasse begünstigt wird. Feine Pulver neigen daher sehr stark zur Agglomeration und zur Oberflächenadhäsion, wodurch sie im allgemeinen schlecht fließen¹⁰.

Entscheidenden Einfluss auf die Fließeigenschaften hat auch die *Oberflächenstruktur* der Teilchen. Einerseits wird die Haftkraft durch Oberflächen-Rauhigkeiten herabgesetzt¹¹, andererseits ermöglichen Rauhigkeiten ein Verhaken der Partikel. Weiterhin besitzen reale Schüttgüter keine einheitliche Partikelgröße, sondern eine Partikelgrößenverteilung⁷. Die Effekte tragen zu einer Erhöhung der Anzahl der Partikelkontakte bei, wie es auch durch eine Verdichtung des Pulverbetts verursacht wird. Diese Eigenschaften gehen in der Regel mit einer Verschlechterung des Fließverhaltens einher¹².

Die *Feuchtigkeit* eines Schüttgutes hat ebenfalls gravierenden Einfluss auf dessen Fließverhalten. Vor allem hygroskopische Substanzen entziehen der Umgebungsluft Feuchtigkeit, durch die sich im Schüttgut starke *Flüssigkeitsbrücken* ausbilden¹³.

^{14, 15}. Eine höhere Luftfeuchtigkeit kann aber auch zu einer Verbesserung des Fließverhaltens führen, weil dadurch der elektrische Ladungsausgleich leichter erfolgen kann.

2.2 Theoretische Grundlagen der interpartikulären Haftkräfte

2.2.1 Allgemein

Wie schon zuvor angedeutet, ist die Agglomeration von Partikeln untereinander oder das Anhaften an Wänden durch verschiedene Haftkräfte bedingt. Es sind dies:

- Festkörperbrücken
- Flüssigkeitsbrücken
- elektrostatische Wechselwirkungen
- Van-der-Waals Kräfte

Rumpf¹¹ stellt die Haftkräfte für das Kugel/Platte Modell als Funktion des Haftabstandes grafisch dar (Abb. 2.1).

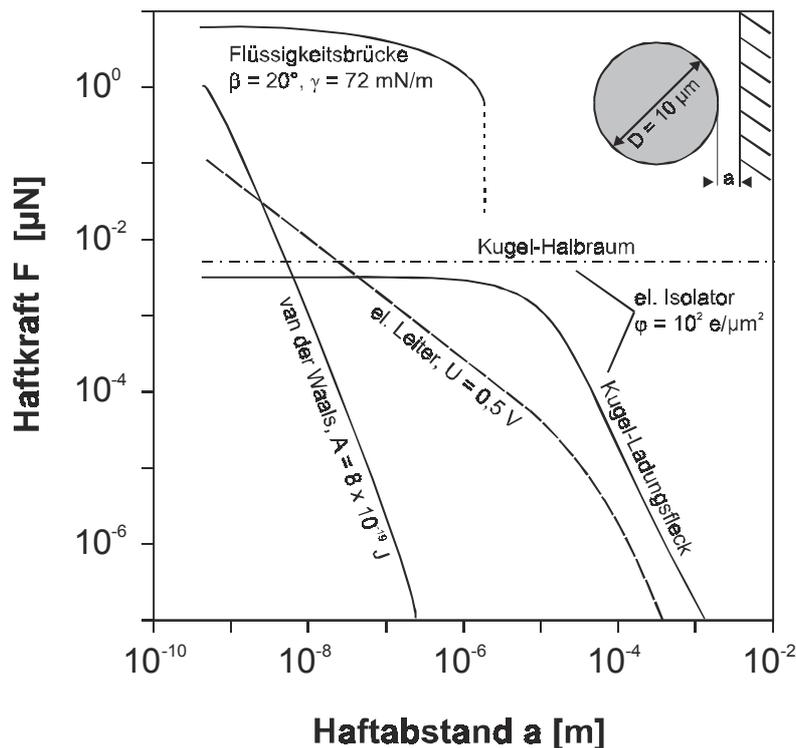


Abb. 2.1: Haftkräfte als Funktion des Haftabstandes für das Kugel/Platte Modell

Es wird deutlich, dass ausgebildete Flüssigkeitsbrücken sehr stark sind, allerdings dann plötzlich abreißen und verschwinden. Die van-der-Waals Kräfte sind bei geringem Abstand ebenfalls sehr groß und fallen bei Vergrößerung des Abstandes

nahezu linear ab. Die elektrostatischen Kräfte sind betragsmäßig zwar kleiner als die van-der-Waals-Kräfte, aber sehr weitreichend^{16, 17}.

Zwei Partikel können sich allerdings aufgrund der Bor'schen Abstoßung nicht beliebig annähern¹⁸. Für kolloidale Partikel im Vakuum wurde von Krupp ein minimaler Haftabstand von 0,4 nm angegeben¹⁹.

Entscheidenden Einfluss auf das Fließverhalten hat auch die *Größe der Teilchen*. Denn durch die an den Partikeln angreifende Gewichtskraft wird der vertikale Anteil der Haftkraft verändert. Der Quotient aus vertikalem Anteil der Haftkraft und Gewichtskraft gewinnt dadurch an Bedeutung, weil die Masse der Partikel von deren Volumen und damit von der dritten Potenz des Durchmessers abhängt. Die Haftkraft hingegen ist nur proportional zum Durchmesser²⁰. Feine Pulver zeigen daher ein sehr viel schlechteres Fließverhalten als grobe. Dies ist in Abb. 2.2 grafisch dargestellt¹¹.

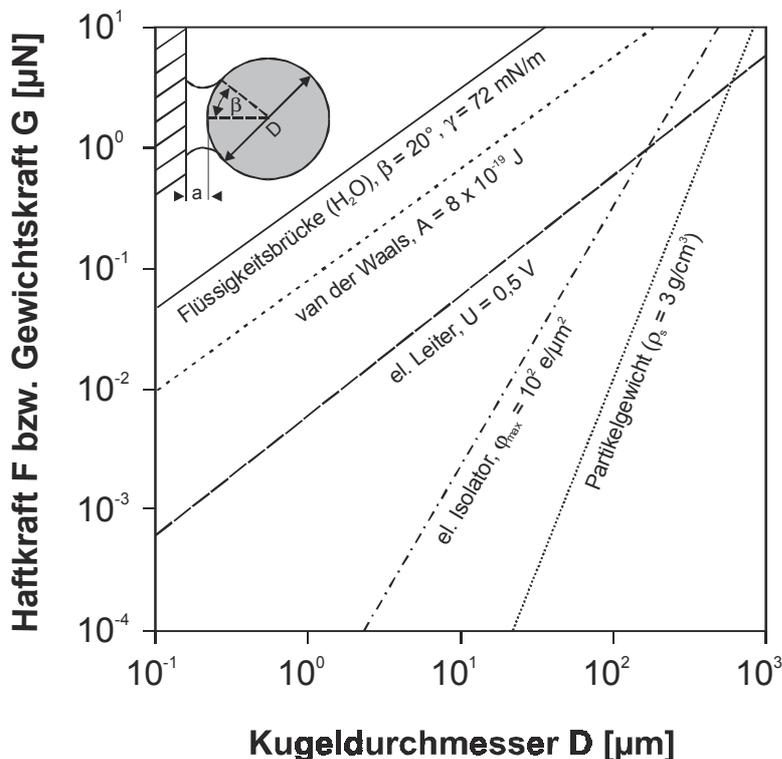


Abb. 2.2: Haftkräfte und Gewichtskraft als Funktion des Kugeldurchmessers für das Kugel/Platte Modell

Es wird deutlich, dass für Partikeldurchmesser von etwa 0,1 µm nur die Flüssigkeitsbrücken und die van-der-Waals Kräfte für die resultierende Haftkraft entscheidend sind. Den Letztgenannten kommt hierbei die größere Bedeutung zu, da in der pharmazeutischen Industrie nur trockene Pulver zu festen Arzneiformen verarbeitet werden, sofern nicht feucht granuliert wird.

2.2.2 Van-der-Waals Kräfte

Die van-der-Waals Kräfte setzen sich aus drei Komponenten zusammen:

- Keesom-Orientierungskraft
- Debye-Induktionskraft
- London-Dispersionskraft

Den größten Anteil zur Gesamtkraft trägt die London-Kraft bei. Sie entsteht durch die Wechselwirkung von in den Molekülen induzierten Dipolen. Für Abstände von 0 – 0,1 µm nimmt sie, wie auch die anderen Anteile, mit der sechsten Potenz ab^{21, 22}. Bei Molekülabständen von über 0,1 µm nimmt sie, wegen der endlichen Ausbreitungsgeschwindigkeit der elektromagnetischen Wellen, sogar mit der siebten Potenz ab.

Um die van-der-Waals Kräfte zu berechnen, existieren zwei Theorien. Zum einen die mikroskopische Theorie nach Hamaker¹⁹, zum anderen die makroskopische Theorie nach Lifshitz²³. Hamaker berücksichtigt hierbei die paarweise Wechselwirkung zwischen einzelnen Molekülen der beiden Partikel. Da sich die Kräfte additiv verhalten, ist eine Berechnung der Wechselwirkungen zwischen größeren Körpern durch eine Aufsummierung der einzelnen Wechselwirkungen möglich²⁴. Die Anzahl der Wechselwirkungen ist aus dem Volumen der beiden Partikel, deren Dichte ρ_b mit Molekulargewicht M und der Avogadro-Konstante N_L berechenbar. Zur Berechnung des gesamten anziehenden Potentials zwischen zwei Körpern wird vereinfachend die *Hamaker-Konstante* A eingeführt.

$$Gl. 2.1 \quad A = \left(\frac{\rho_b \cdot N_L \cdot \pi}{M} \right)^2 \cdot \beta$$

β : konstante Anteile des Debyeschen-, des Keesomschen oder Londonschen Potentialbeitrags [J/m⁻⁶]

Die Hamaker-Konstante A beschreibt eine Stoffeigenschaft, die für Feststoffe in Größenordnungen zwischen 10⁻¹⁹ und 10⁻¹⁸ Joule¹⁰ liegt.

In Abb. 2.3 sind die Berechnungsformeln bei Abständen der Kontaktpartner mit $a < 0,1 \mu\text{m}$ für die unterschiedlichen Modelle aufgeführt.

Das Modell von Lifshitz ist physikalisch genauer und allgemein gültig, weil es nicht von Spezialfällen ausgeht. Hier werden die Haftkräfte aus elektromagnetischen Feldern bestimmt, wobei die Einflüsse von dielektrischen Medien berücksichtigt werden. Weil diese Theorie mathematisch sehr aufwendig ist und damit auf reale Systeme nur sehr schwer übertragbar²³ wird, wird sie nur selten angewendet.

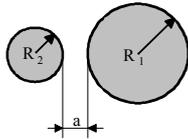
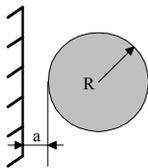
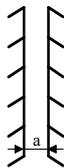
System	Hamaker Theorie
 Kugel/Kugel	$F = \frac{A \cdot R_1 \cdot R_2}{6 \cdot a^2 \cdot (R_1 + R_2)}$
 Platte/Kugel	$F = \frac{A \cdot R}{6 \cdot a^2}$
 Platte/Platte	$F = \frac{A}{6 \cdot \pi \cdot a^3}$

Abb. 2.3: Berechnungsformeln der van-der-Waals-Kräfte für ideal glatte, starre Körper

2.2.3 Berechnungsmodelle für Adhäsionskräfte

Um agglomerierte Teilchen zu trennen muss eine Kraft, die Adhäsionskraft, überwunden werden²⁵. Diese Kraft entspricht gerade der Anziehungskraft, wenn zwei ideale starre Teilchen vorliegen. Nach Bradley lässt sich diese Kraft über die Adhäsionsarbeit berechnen. Für das Modell Kugel / Platte gilt^{26, 27}:

Gl. 2.2 $F_{ad} = 2 \cdot \pi \cdot R \cdot \Delta\gamma$

Gl. 2.3 $\Delta\gamma = \gamma_i + \gamma_j - \gamma_{ij}$

In der Realität zeigen Festkörper jedoch eine Verformung während des Kontaktes. Die Art der Deformation ist von stoffspezifischen Eigenschaften, wie Wechselwirkungskräften und Oberflächenbeschaffenheit sowie von äußeren Kräften abhängig^{22, 28}.

Der Kontakt zwischen zwei ideal elastischen Kugeln wird von Hertz beschrieben²⁹. Dabei vernachlässigt er jegliche Adhäsions- und Oberflächenkräfte, so dass sich die Kugeln selbständig trennen, wenn keine äußere Druckspannung anliegt.

Eine weitere Theorie wurde von Johnson, Kendall und Roberts (JKR) vorgeschlagen. Die in Kontakt befindlichen Körper verformen sich unter der Einwirkung ihrer

Stand des Wissens

endlichen Oberflächenenergie, wodurch sich die Kontaktfläche im Gegensatz zur Theorie nach Herz vergrößert. Die anziehenden Kräfte haben allerdings nur unendlich kurze Reichweite und wirken lediglich innerhalb der von den Radien mitbestimmten Kontaktfläche. Um die Partikel zu separieren, muss daher eine endliche Zugspannung aufgewendet werden, die allein von den Radien und den Oberflächenenergien der Haftpartner bestimmt wird. Sie wird auch als Pull-off Kraft bezeichnet und lässt sich nach (Gl. 2.4) berechnen. Beim Erreichen der Pull.-off-Kraft werden die Teilchen, die dann eine endliche Kontaktfläche besitzen, unmittelbar getrennt.

$$\text{Gl. 2.4 } F_{ad} = \frac{2}{3} \cdot \pi \cdot R \cdot \Delta\gamma$$

Im Gegensatz zur JKR-Theorie gehen Derjaguin, Muller und Toporov (DMT)³⁰ davon aus, dass die anziehende Kraft eine endliche Reichweite besitzt. Damit wirkt sie auch außerhalb der Kontaktzone, wenn die Haftpartner sich in geringer Entfernung zueinander befinden. Hierbei werden die elastischen Kugeln entsprechend dem Hertz-Modell verformt. Durch die außerhalb der Kontaktzone wirkenden Oberflächenkräfte wird bereits eine Kontaktfläche gebildet. Da die Haftpartner elastisches Verhalten zeigen verändert sich die Größe der Kontaktfläche, wenn zusätzliche äußere Kräfte angreifen. Je nach der Richtung dieser Kräfte kommt es dabei zu einer Vergrößerung oder Verkleinerung dieser Fläche bis hin zur Aufhebung des Kontaktes. Dabei wird dann die maximale Adhäsionskraft erreicht, die sich nach (Gl. 2.5) berechnen lässt. Sie ist identisch mit (Gl. 2.2), die für starre Systeme gilt.

$$\text{Gl. 2.5 } F_{ad} = 2 \cdot \pi \cdot R \cdot \Delta\gamma$$

Maugis stellte eine Möglichkeit vor, die DMT-Theorie und die JKR-Theorie zu vereinen, die dann auf alle Materialien anwendbar ist. Er führte dazu einen dimensionslosen Materialparameter λ ein³¹. Für große, elastische und adhäsive Körper nimmt λ hohe Werte an, wohingegen er für kleine, starre Körper mit niedriger Oberflächenenergie geringe Werte annimmt. Die Maugis-Theorie lässt sich somit in die DMT- oder JKR-Theorie überführen, wenn λ in die Extremwerte 0 oder unendlich übergeht.

Die Kenntnis der *Materialeigenschaften* ist ausschlaggebend, um ein geeignetes Adhäsionsmodell auszuwählen. Bei starren Körpern muss die Bradley-Theorie

herangezogen werden, bei elastischen Materialien dagegen mit vernachlässigbarer Adhäsion trifft die Hertz-Theorie zu, bzw. bei solchen mit geringer Adhäsion die DMT-Theorie. Sehr adhäsive Materialien werden am besten von der JKR-Theorie beschrieben. Die Maugis-Theorie hat im Bereich zwischen der JKR-, und DMT-Theorie Gültigkeit.

Die aufgeführten Theorien beschreiben den realen Sachverhalt jedoch nur unzureichend, da dort immer von ideal glatten Oberflächen ausgegangen wird. Weiterhin treten bei realen Körpern immer auch plastische oder viskoelastische Verformungen neben den ideal-elastischen auf.

2.2.4 Einfluss der Oberflächenstruktur

Leider sind alle zuvor erwähnten Modelle nur geeignet, um Berechnungen an idealen Körpern durchzuführen. Reale Schüttgüter besitzen in der Regel mehr oder weniger zerklüftete Oberflächenstrukturen. Durch diese Rauigkeiten vergrößert sich der Abstand der Kontaktpartner und damit werden vor allem die van-der-Waals Kräfte beeinflusst. Die elektrostatischen Wechselwirkungen und die Flüssigkeitsbrücken sind davon praktisch nicht betroffen. Um den Einfluss einer solchen Rauigkeit beschreiben zu können, geht man vom idealisierten Fall einer halbkugelförmigen Erhebung auf der Oberfläche einer Kugel aus. Abb. 2.4 beschreibt die Größe der Haftkraft nach dem Kugel/Platte-Modell einer auf einer großen Kugel adhärierenden kleinen Kugel in Abhängigkeit vom *Rauhigkeitsradius* r_R .

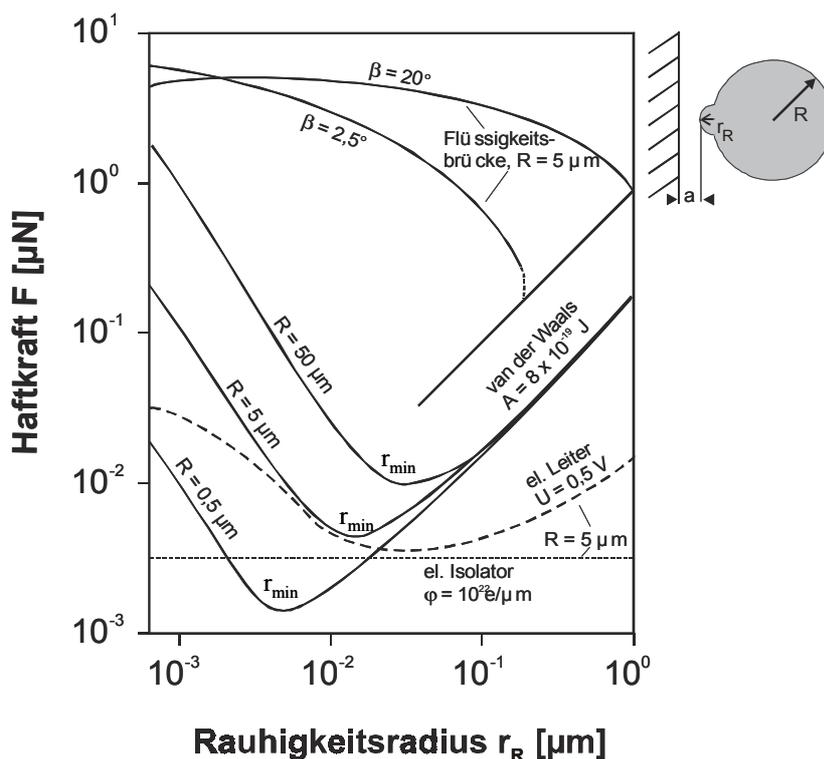


Abb. 2.4: Haftkräfte in Abhängigkeit vom Radius einer halbkugelförmigen Rauigkeit auf der Oberfläche einer Kugel in Kontakt mit einer Platte ¹¹

Auffällig ist, dass die Haftkraft mit zunehmendem r_R ein Minimum durchläuft. Da sich, wie schon bei der Theorie nach Hamaker durch die Gleichung (Gl. 2.1) beschrieben, die van-der-Waals Kräfte additiv verhalten, muss man die Summe der Wechselwirkungen der „großen“ Kugel mit Radius R und der Platte, wie auch die Wechselwirkung der „kleinen“ Kugel (Rauigkeit) mit Radius r und der Platte berücksichtigen (Gl. 2.6)¹⁷.

$$\text{Gl. 2.6 } F = \frac{A}{6} \cdot \left[\frac{r_R}{a^2} + \frac{R}{(r_R + a)^2} \right]$$

Die Abstandsvergrößerung zwischen den Molekülen der „großen“ Kugel und den Molekülen der Platte durch die Rauigkeit verkleinert zunächst die Haftkräfte, die von der „großen“ Kugel bestimmt werden. Dann aber wird die Rauigkeit so groß, dass sie selbst entscheidend zur Haftkraft beiträgt.

Wird in o. g. Modell (Abb. 2.4) der Kontaktpartner „Platte“ durch eine Kugel ersetzt, so muss man zur Theorie von Xie³² übergehen. Analog gilt aber auch hier, dass Rauigkeiten unterhalb von $10^{-2} \mu\text{m}$ praktisch keinen Beitrag zur gesamten van-der-Waals Kraft zeigen. Werden die Rauigkeiten aber größer $10^{-1} \mu\text{m}$, so bestimmen sie die Gesamt-van-der-Waals Kraft.

In der Praxis besitzen die Partikel rauhe Oberflächen mit vielen Erhebungen. Damit kommt es beim Kontakt von solchen Partikeln immer zu mehreren Berührungen. Statistisch gesehen gehorchen sie einer mehr oder weniger breiten Verteilungsfunktion. In ihrer Arbeit trugen Pahl und Wicke³³ dieser Tatsache Rechnung. Für ein Kugel/Kugel-System mit beliebig vielen Rauigkeiten entwickelten sie die folgenden Formeln:

$$\text{Gl. 2.7 } F = \frac{A}{6} \cdot \left[\frac{R_1 \cdot R_2}{(a + r_{R_{\max}})^2 \cdot (R_1 + R_2)} + \sum_{i=1}^N \frac{R_i \cdot r_{R_i}}{a^2 \cdot (r_{R_i} + R_i)} \right]$$

$$\text{Gl. 2.8 } r_{R_{\min}} \approx \sqrt[3]{R \cdot \frac{a^2}{2 \cdot N}}$$

$r_{R_{\max}}$ Radius der größten Rauigkeit in der Kontaktzone

Hierbei dient Gl. 2.7 zur Bestimmung der resultierenden van-der-Waals Kraft. Gl. 2.8 ermöglicht eine Abschätzung des Rauigkeits-Radius r_{Rmin} , bezogen auf die Anzahl der Partikelkontakte, bei dem die van-der-Waals Kraft minimal wird (vgl. Abb. 2.4). Weiterhin zeigt Gl. 2.8, dass bei vielen Kontakten r_{Rmin} sehr klein wird und umgekehrt.

Zusammenfassend ist zu sagen, dass durch Oberflächenrauigkeiten die Haftkraft gewöhnlich stark verkleinert wird^{34, 35, 36, 37}. Weiterhin spielen die physikalischen Materialeigenschaften wie Härte und Elastizitätsmodul ebenfalls eine entscheidende Rolle beim Adhäsionsverhalten von Schüttgütern³⁸.

Diese Modelle sind allerdings nur bedingt dazu geeignet, die Realität zu beschreiben, da auch hier vereinfachende Annahmen (die an der Oberfläche der Partikel anhaftenden Unebenheiten besitzen selbst eine glatte Oberfläche, Kugelcharakter der Partikel, Normalverteilung der Rauigkeitsradien etc.) gemacht wurden. Um eine Abschätzung der Größe der Werte zu erhalten, sind diese Annahmen jedoch unumgänglich.

2.3 Methoden zur Bestimmung der Fließcharakteristik

2.3.1 Makroskopische Methoden

Das Fließverhalten von Schüttgütern lässt sich qualitativ mit recht einfachen Mitteln charakterisieren. Dies ist z.B. durch Messung der Auslaufgeschwindigkeit aus einem Trichter oder des Böschungswinkels des sich dabei ergebenden Schüttgutkegels möglich^{39, 40, 4}. Leider sind diese Messungen nur zu einer vergleichenden Beurteilung von verschiedenen Schüttgütern geeignet, da keines dieser Verfahren einen Bezug zu physikalischen Modellen des Fließverhaltens hat. Daher war und ist es notwendig, geeignete Messverfahren zu suchen.

Mit der Entwicklung der Scherzelle gelang es Jenike, erstmals die Fließeigenschaften von Schüttgütern physikalisch sinnvoll zu beschreiben^{1,2,3}. Das Pulver muss hierzu in einen definierten Ausgangszustand versetzt werden (anscheren), bevor die eigentliche Messung erfolgt (abscheren). Beim Anscheren wird das Pulver in die zweiteilige Scherzelle eingefüllt und mit dem Scherdeckel, der mit einer Normalspannung belastet ist, verschlossen. Nun wird das Schüttgut durch Twistbewegungen des Deckels verdichtet. Anschließend wird der obere Scherring (belastet mit der Normalspannung) unter Einwirken der Schubspannung τ gegen den unteren verschoben, bis die hierzu notwendige Schubspannung konstant bleibt (stationäres Fließen). Dabei stellt sich eine definierte Porosität im Schüttgut ein (kritisch verfestigt). Um die Probe abzuscheren, muss die Auflast

(Normalspannung) auf dem Deckel reduziert und die Scherung fortgeführt werden. Dabei wird die resultierende Schubspannungs-Weg-Kurve aufgezeichnet. Da sich das Schüttgut unmittelbar vor dem Abscheren in einem überfestigten Zustand (im Bezug auf die Normalspannung) befand, „dehnt“ es sich während der Messung aus, was eine geringere Porosität zur Folge hat. Dabei durchläuft die Schubspannungs-Weg-Kurve ein Maximum τ . Diese sehr zeitaufwendige und Operator-abhängige Vorgehensweise muss mit verschiedenen Normalspannungen bei zuvor gleicher Verfestigungsspannung wiederholt werden. Dabei erhält man entsprechende (σ, τ) Wertepaare, die in einem σ - τ -Diagramm dargestellt werden.

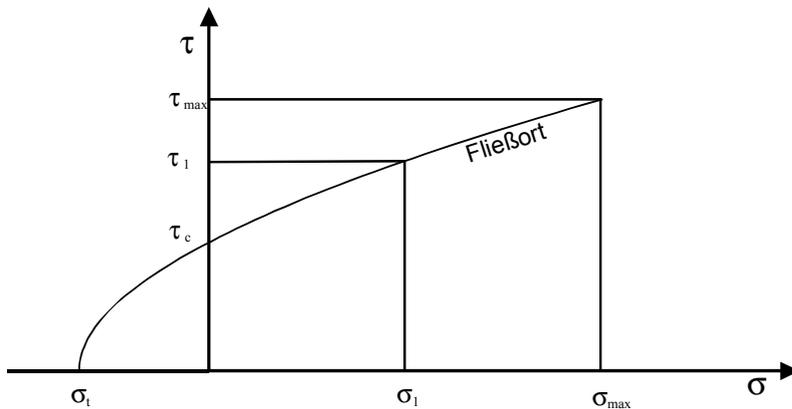


Abb. 2.5 Konstruktion des Fließortes für ein Schüttgut (nach Jenike)

Die Kurve, welche die Punkte des beginnenden Fließens verbindet, wird als Fließort bezeichnet. Der Fließort selbst stellt einen Materialparameter dar, aus dem die Kohäsion τ_c und die Zugfestigkeit σ_t des Schüttgutes durch Extrapolation bestimmt werden können. Jenike definierte die Fließfähigkeit ff_c als das Verhältnis von Verfestigungsspannung σ_1 zu Schüttgutfestigkeit σ_c .

$$Gl. 2.9 \quad ff_c = \frac{\sigma_1}{\sigma_c}$$

Er unterteilte die Pulver nach ihrer Fließfähigkeit in *frei fließend*, *leicht fließend*, *kohäsiv*, *sehr kohäsiv* und *nicht fließend*(Abb. 2.6).

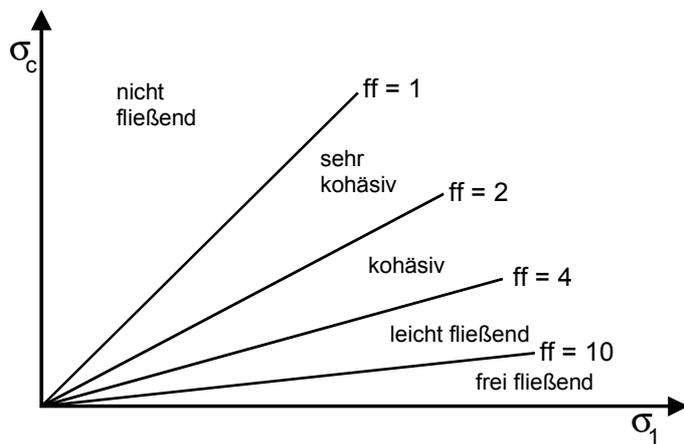


Abb. 2.6 Bereiche unterschiedlicher Fließfähigkeit (nach Jenike)

Als Kohäsion wird in diesem Zusammenhang die Zugspannung verstanden, die ein Schüttgut ohne Verfestigung übertragen kann. Die Kohäsion von Schüttgütern ist nach der Jenike-Methode nur durch eine Extrapolation zu bestimmen. Ausgehend von einem Modell gleich großer Kugeln und einer glatten Trennfläche, lassen sich aus der Kohäsion auch die interpartikulären Haftkräfte berechnen^{41, 42}. In der Praxis zeigt sich jedoch, dass diese Trennfläche niemals dem geraden Querschnitt der Scherzelle entspricht. Vielmehr beobachtet man eine mehr oder weniger linsenförmige, nicht reproduzierbare Scherfläche. Wenn man die Methode nach Jenike für Vorhersagen an großen Partikelkollektiven (z.B. zur Silodimensionierung) nutzt, liefert sie gute Ergebnisse, denn für diese kontinuumsmechanischen Untersuchungen wurde sie entwickelt. Bei der Betrachtung von kleineren Kollektiven oder gar zur Bestimmung von interpartikulären Kräften ist sie jedoch ungeeignet, da sie mit relativ großen Probenmengen arbeitet. Daher müssen zur Übertragung der Ergebnisse auf den Einzelpartikel vereinfachende Annahmen gemacht werden, die zu einer erheblichen Verfälschung des Ergebnisses führen.

Um die komplizierte Probenvorbereitung der Translationsscherzelle nach Jenike stark zu vereinfachen, wurde eine Ringscherzelle entwickelt. Gleichzeitig führte diese Modifikation zu besser reproduzierbaren Ergebnissen in sehr viel kürzerer Zeit^{43, 44}. Durch die Nutzung moderner Computertechnik ist es inzwischen sogar gelungen, die Messung eines Fließortes nach Einfüllen der Probe vollautomatisch durchführen zu lassen^{45, 46}. Diese neue Technik ermöglicht auch die Messung bei sehr kleinen Verfestigungsspannungen, wie sie unter realen Bedingungen in der pharmazeutischen Praxis vorkommen. Damit ist diese Technik sehr vielversprechend, auch wenn die Kohäsion und die Scherfläche immer noch nicht direkt messbar sind. Inzwischen ist auch eine sehr kleine Scherzelle mit nur 85 cm^3 Probenvolumen speziell für pharmazeutische Anwendungen erhältlich⁴⁷. Um Messungen an teuren Wirkstoffen durchzuführen ist aber diese Probenmenge

immer noch zu groß. Weiterhin bedingt eine Kleinserienfertigung einen recht hohen Gerätepreis.

Die direkte Messung der Kohäsion mit einer modifizierten Ringscherzelle ist nach Orband und Geldart möglich⁴⁸. Sie arbeiteten mit dem sog. „Warren Spring-Bradford cohesion tester“. Bei diesem wird ein spezielles Flügelrad in eine Pulverprobe abgesenkt und in Rotation versetzt. Dabei werden Teile des Pulvers, die sich in den „Kammern“ des Flügelrades befinden, gegen den darunter befindlichen Rest der Probe geschert. Da hier mit unverdichteten Proben gearbeitet wird, ist zur Bestimmung der Kohäsion keine Extrapolation nötig.

Eine ganz andere Möglichkeit, größere Partikelkollektive zu charakterisieren, ist die Trennung einer verdichteten Pulverprobe durch Anlegen einer Zugspannung. Dieses Verfahren wird in einem sog. „Split-cell apparatus“ realisiert. Hierbei wird das Pulver in eine geteilte Probenkammer gefüllt und nach der Verdichtung horizontal auseinandergezogen. Die dazu benötigte Zugspannung wird gemessen, wodurch ein Rückschluss auf die interpartikulären Haftkräfte vorgenommen werden kann, da die Querschnittsfläche bekannt ist. Diese ist jedoch nicht mit der tatsächlichen Trennfläche identisch, da die Probe nie „glatt“ zerreißt. Zwar ist die untersuchte Fläche mit etwa $1,6 \text{ cm}^2$ ⁴⁹ schon relativ klein, aber immer noch recht groß, um damit interpartikuläre Kräfte zu errechnen. Zusätzlich bedarf die Probe einer gewissen Vorverdichtung, wodurch sich die Kontaktfläche verändert.

Diese und weitere makroskopische Untersuchungsmethoden für Schüttgüter sind von Schulze⁴⁴ umfassend diskutiert worden.

Eine ganz neue Methode, Pulver zu charakterisieren, ist der „ManUmit Powder Rheometer“^{50, 51, 52}. Hierbei wird die Probe in ein zylindrisches Gefäß (10 ml bis 240 ml) gefüllt und mit einem propellerartigen Rührer durch Rotation verdichtet. Die so vorbereitete Probe wird dann mit entgegengesetzter Drehrichtung wieder gelockert. Die dazu nötige Kraft wird in Abhängigkeit von der Zeit gemessen. Das Messprinzip ermöglicht sehr leicht reproduzierbare Ergebnisse bei gleichzeitig einfacher Handhabung⁵³. Leider ist der physikalische Hintergrund der Messung nur schwer zu beschreiben und es liegen noch keine Erkenntnisse über einen eventuell hervorgerufenen Zerkleinerungseffekt vor. Dies macht eine Übertragung auf die interpartikulären Kräfte praktisch unmöglich. Auch fehlen noch Vergleiche mit etablierten Methoden, um die Messungen zu überprüfen. Als „Inprozess-Kontrolle“ wäre dieses System jedoch gut geeignet.

2.3.2 Halbmakroskopische Untersuchungsmethoden

Um aussagekräftigere Ergebnisse zu erhalten wurden Methoden entwickelt, die ein relativ kleines Partikelkollektiv berücksichtigen. Zwar sind hier die Messgrößen

Stand des Wissens

sehr viel geringer und damit schwieriger zu bestimmen, jedoch ist die Zuordnung der verursachenden Kräfte erheblich leichter. Von Fukuzawa et al. wurde dazu ein Gerät entwickelt, welches zwei praktisch unverdichtete Pulverschichten voneinander trennt⁵⁴. Hierzu wird eine kleine, mit Vaseline beschichtete Scheibe auf ein Pulverbett aufgesetzt, an der dann eine Partikelschicht anhaftet. Mittels einer Torsionswaage wird nun die Kraft gemessen, die erforderlich ist, um diese Partikelschicht aus dem übrigen Schüttgut herauszuziehen. Um genauere Ergebnisse zu erzielen benutzte Fukuoka ein elektronisches Noüy-Tensiometer⁵⁵. Später ersetzten Schmidt und Walter bei einem vergleichbaren Gerät die Messplatte durch ein mit Vaseline beschichtetes Uhrglas⁵⁶. Alle Autoren gaben die Kohäsivität als Verhältnis der anhaftenden Pulvermasse zur gemessenen Kraft an. Damit sind die Ergebnisse für Pulver mit unterschiedlichem spezifischen Gewicht nicht vergleichbar. Weiterhin führt eine ungleichmäßige Dicke in der Vaselinebeschichtung zu schwankenden Anhaftmassen, ohne dass die Trennfläche (und damit die Kraft) zwingend verändert wäre. Es ist daher sehr viel sinnvoller, die gemessene Kraft auf die Fläche des anhaftenden Pulvers zu beziehen. Beim Vorliegen von gleichgroßen kugelförmigen Partikel, kann aus der Zugspannung die interpartikuläre Haftkraft berechnet werden. Diese Vorgehensweise wurde von Schweiger nach einer Weiterentwicklung des o.g. Messprinzips entwickelt und etabliert^{57, 58}. Durch Austausch des Uhrglases gegen einen Messkörper mit definierter Fläche erfuhr diese Methode eine Optimierung durch Anstett⁵⁹. Hierdurch gelang es, die Reproduzierbarkeit der Ergebnisse zu steigern.

In vielen praktischen Anwendungsfällen stellt sich die Frage nach der Wechselwirkung von Partikeln mit Oberflächen verschiedener Materialien. Dabei nimmt die Methode zur Bestimmung des Wandreibungswinkels nach Jenike immer noch einen hohen Stellenwert ein^{1, 2, 3}. Hierdurch lässt sich auch die Auswirkung von Beschichtungen auf das Ausflussverhalten aus Silos bestimmen.

Einen ganz anderen Weg beschreitet die Zentrifugentechnik^{60, 61, 62}. Hierbei werden an der Oberfläche eines zylindrischen Körpers Partikel angeheftet. Dieser Körper wird nun in eine axiale Rotation versetzt. Wenn die an den Partikel scheinbar angreifende Fliehkraft größer wird als die Adhäsionskraft, lösen sie sich von der Oberfläche ab. Aus den Dimensionen des Rotationskörpers, der Masse der Partikel und der kritischen Drehzahl lässt sich die Wechselwirkungskraft errechnen.

Die „Impact separation“ Methode von Otsuka⁶³ benutzt einen vergleichbaren physikalischen Hintergrund. Die Partikel haften hier an einer Platte, auf die ein Hammer schlägt. Durch den übertragenen Impuls lösen sich die Partikel von der Oberfläche ab. Die Messung der Einflussgrößen ermöglicht auch hier eine Bestimmung der Adhäsionskraft. Bei beiden Methoden beeinflusst die Partikel-

masse die Messergebnisse. Daher muss die Korngrößenverteilung des Schüttgutes sehr eng sein, da sich sonst das Ablösen der Partikel über einen weiten Bereich erstreckt und damit eine Auswertung schwierig wird. Auch die Oberflächenbeschaffenheit der Partikel spielt eine entscheidende Rolle. Daher wird in den Methoden stets eine mittlere Adhäsionskraft angegeben, bei der sich die Hälfte der Partikel von der Oberfläche ablösen.

2.3.3 Mikroskopische Untersuchungen

Um die Wechselwirkungskräfte zwischen Partikel zu untersuchen, entwickelten Tabor et al. den „Surface force apparatus“⁶⁴. Er ermöglicht die Messung der Kraft als Wert in Abhängigkeit vom Abstand zwischen zwei Glimmeroberflächen. Der Abstand wird hierbei interferometrisch bestimmt. Die Messung der Kraft erfolgt durch die Auslenkung eines hochsensiblen Federhebels. Dabei ist die Winkeländerung des Federhebels proportional zur Wechselwirkungskraft. Die Winkeländerung wiederum wird über den Reflexionswinkel eines Laserstrahles bestimmt. Weiterentwicklung erfuhr diese Technik von Israelachvili et al.⁶⁵, die Messungen nicht nur in gasförmiger Umgebung, sondern auch in Flüssigkeiten erlaubte. Diese Messmethodik ist allerdings auf Glimmer als Material beschränkt und damit für allgemeine Anwendungen ungeeignet. Daher wurde von Binnig et al. das Rasterkraftmikroskop (Atomic Force Microscope, AFM) entwickelt⁶⁶. Auch hier wird ein Federhebel verwendet, an dem sich allerdings eine feine Spitze befindet. Diese Spitze nähert sich der Oberfläche einer Probe an und wird nach erfolgtem Kontakt wieder entfernt. Dabei wird die Kraft in Abhängigkeit vom Abstand (Rastermethode), zwischen der Spitze und der Probe aufgezeichnet. So sind vollständige Kraft-Abstands-Kurven aufnehmbar. Mit dieser Methode sind äußerst geringe Kräfte bis 10^{-12} N auflösbar. Weiterhin ist es möglich, wenn auch nicht ganz einfach, an den Federhebel ein einzelnes Partikel einer Substanz anzukleben. Auf diese Weise kann man die Kräfte zwischen unterschiedlichen Substanzen direkt messen^{67, 68, 69}. Damit bietet das AFM die derzeit beste Methode, interpartikuläre Kräfte zu bestimmen, weil die untersuchte Oberfläche gleichzeitig dargestellt wird.

2.4 Spannungszustände in Silos und Trichtern

2.4.1 Allgemein

Für diese Arbeit ist eine besondere Eigenschaft von Pulvern wichtig: Wenn Pulver in Röhren oder Trichter gefüllt werden, nimmt der Vertikaldruck im Gegensatz zu Flüssigkeiten nicht proportional zur Höhe der Säule zu. Vielmehr strebt er gegen

einen Grenzwert. Dieser Effekt wurde von Janssen⁷⁰ beschrieben und wird durch Schüttgutbrücken hervorgerufen, die sich an den Wänden abstützen.

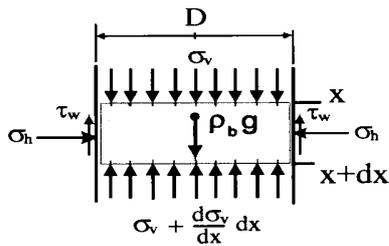


Abb. 2.7 Gleichgewichtszustand bei einem scheibenförmigen Schüttgutelement

Die Kräfteverhältnisse einer Schüttgutscheibe (Abb. 2.7) werden in folgender Gleichung wiedergegeben^{7, 71}.

Gl. 2.10	$\frac{\sigma_V}{\sigma_{V_{\max}}} = 1 - e^{-\left(\frac{4x}{D}\right) \lambda_p \cdot \tan \Phi}$
----------	---

Das Horizontallastverhältnis λ_p und der Wandreibungswinkel Φ sind definiert durch:

Gl. 2.11	$\lambda_p = \frac{\sigma_h}{\sigma_v}$
Gl. 2.12	$\Phi = \arctan \frac{\tau_w}{\sigma_h}$

Aus Gl. 2.10 kann man ersehen, dass die auftretende Vertikalspannung σ_v gegen einen maximalen Wert strebt, weil die e-Funktion für größer werdende x gegen 0 geht. Dies steht im Gegensatz zum Verhalten von Flüssigkeiten, deren hydrostatischer Druck linear mit der Höhe der Flüssigkeitssäule zunimmt. Die Werte für σ_v werden vor allem durch das Horizontallastverhältnis λ_p und den Wandreibungswinkel Φ bestimmt.

Aus Gl. 2.11 kann man ersehen, dass eine Schüttgutsäule nur den λ_p -ten Teil der Vertikalspannung in horizontaler Richtung auf die Säulenwände überträgt. Hieraus wird deutlich, dass Schüttgüter eine Sonderstellung zwischen Flüssigkeiten und Festkörpern einnehmen. Denn bei Flüssigkeiten wird die ganze ($\lambda_p = 1$), und bei Festkörpern keine ($\lambda_p = 0$) Vertikalspannung in eine Horizontalspannung umgesetzt.

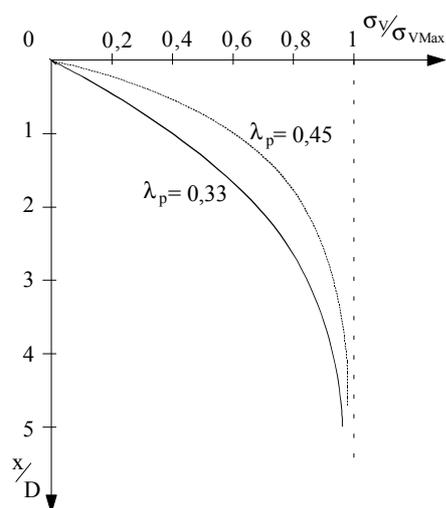


Abb. 2.8 Dimensionslose Darstellung der Janssen-Gleichung

Aus Abb. 2.8 kann man den Verlauf der Vertikalspannung bezogen auf den Maximalwert für $\lambda_p = 0,33$ und $\lambda_p = 0,45$ bei einem Wandreibungswinkel $\Phi = 30^\circ$ ansehen. Die Vertikalspannung σ_v überschreitet die 90 % Marke der maximal möglichen Vertikalspannung σ_{vmax} bereits beim Verhältnis $x/D = 4$. Ab diesem Wert bestimmt die Kohäsion des Schüttgutes dessen Fließeigenschaften nachhaltig. Es entstehen stabile Strukturen in Form von Gewölben oder Brücken, die unter der nur noch sehr geringen Vertikalspannung nicht mehr zusammenbrechen, wodurch der Schüttgutfluss gestoppt wird. Diese Eigenschaft von Pulvern wird als „Brückenbildung“ (arching) bezeichnet. Die Dicke und Stärke der Brücken ist abhängig von der Kohäsion des Schüttgutes und stellt damit eine Materialeigenschaft dar. Somit müsste eine Messung dieser Parameter eine Aussage über die Kohäsion und damit über die Fließeigenschaften von Pulvern erlauben.

2.4.2 Spannungszustände in Silos

Die Benutzung von Silos als Speicher für Schüttgüter ist weit verbreitet. Sie sind in der Regel immer in zwei Bereiche, meist einen zylindrischen (Siloschaft), und einen konischen (Trichter, Silokonus), unterteilt. Dies ist notwendig, da einerseits eine große Speicherkapazität, andererseits aber auch eine möglichst kleine Entnahmeöffnung zwecks besserer Dosierung benötigt wird. Dieser Kompromiss bereitet in der Praxis jedoch Probleme, da das Schüttgut im konischen Teil noch eher zur Brückenbildung neigt als im zylindrischen. Dies liegt in zwei Tatsachen begründet: Zum einen vergrößert sich der Wandreibungswinkel Φ durch die schrägen Wände. Damit wird die maximal mögliche Vertikalspannung σ_{vmax} früher erreicht, was mit einer erhöhten Brückenbildungstendenz einhergeht. Zum anderen

wird das Schüttgut während des Ausfließens im konischen Teil verdichtet. Hierdurch kommt es zu einer Verstärkung der interpartikulären Wechselwirkungen. Bei der Betrachtung der Spannungszustände in einem Silo muss man zwischen dem Befüllungs- und dem Entleerungszustand unterscheiden (Abb. 2.9)⁷².

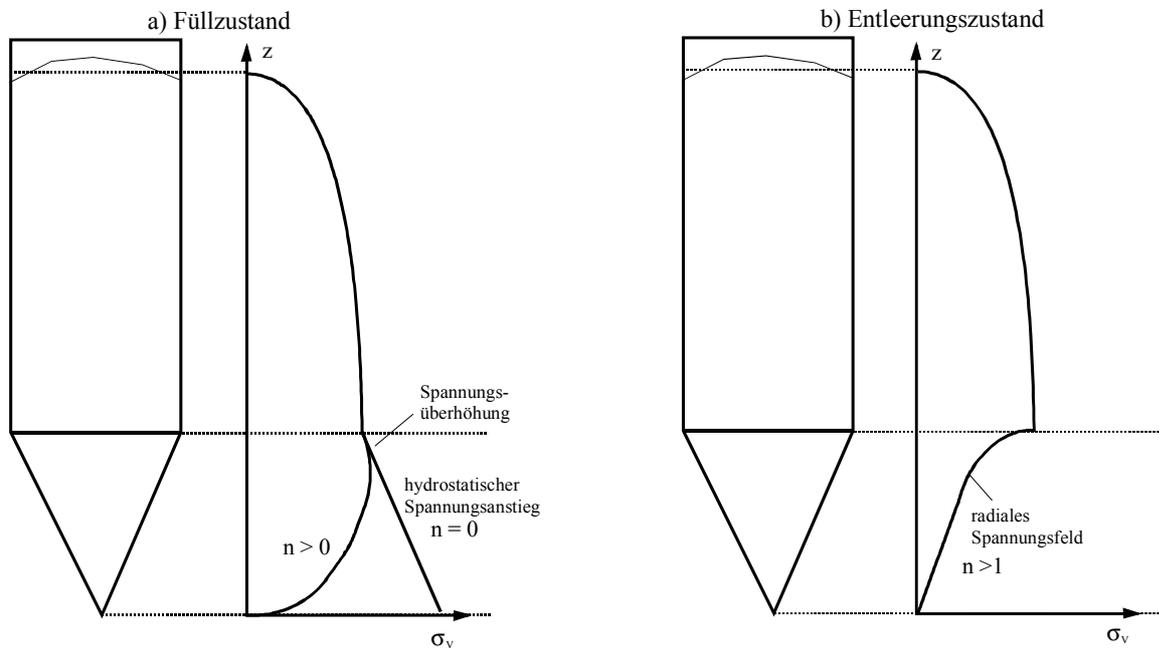


Abb. 2.9 Möglicher Verlauf der Vertikalspannung σ_v in einem Silo (Parameter n aus Gl. 2.16)

Aus der Abbildung kann man erkennen, dass der Verlauf der Vertikalspannung σ_v im Siloschaft bei beiden Zuständen durch die Janssen-Gleichung bestimmt wird und identisch zu Abb. 2.8 ist. Unterschiede treten erst im konischen Teil des Silos auf. Beim Befüllen wird das Pulver in vertikaler Richtung stark verdichtet. In Abb. 2.9 ist der Verlauf der Vertikalspannung σ_v in Abhängigkeit von der Füllhöhe z aufgetragen. Wie man sieht, nimmt im Bereich des Zylinderkonus die Vertikalspannung größere Werte an als im Bereich des Siloschaftes, dem alleinigen Gültigkeitsbereich der Janssen-Gleichung. Zusätzlich kann man dem Diagramm entnehmen, wie der Spannungsverlauf für eine Newton'sche Flüssigkeit wäre. Beim Entleerungszustand in Abb. 2.9.b ist der Unterschied des Spannungsverlaufes im Trichterkonus auffallend. Aufgrund der Ausdehnung des Schüttgutes in Auslaufrichtung sinkt die Vertikalspannung σ_v linear mit dem Konusradius ab (radiales Spannungsfeld)⁷³. Die Arbeiten von Schulze⁷⁴ und Tomas⁷⁵ liefern den derzeitigen Stand der Wissenschaft.

2.4.3 Spannungszustände in Trichtern

Diese Arbeit wird sich im Weiteren ausschließlich mit dem Auslauf von Schüttgütern aus einem konischen Trichter beschäftigen. Analog zu Abb. 2.9 ist in Abb. 2.10 der Spannungsverlauf dargestellt.

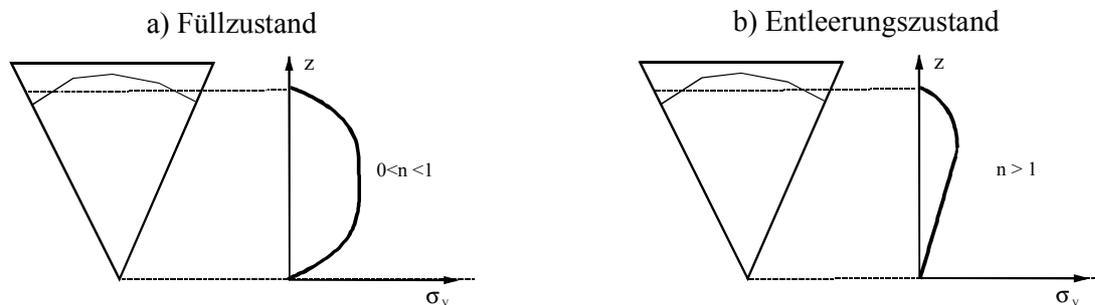


Abb. 2.10 Möglicher Verlauf der Vertikalspannung σ_v in einem Trichter (Parameter n aus Gl. 2.16)

In einem Schüttgut, welches sich in einem Trichter befindet, bildet sich ein identisches Spannungsfeld wie in einem Silo aus. Einziger Unterschied besteht darin, dass die Spannungsüberhöhung im Übergangsbereich vom Silo-Schaft zum Silo-Konus nicht auftritt.

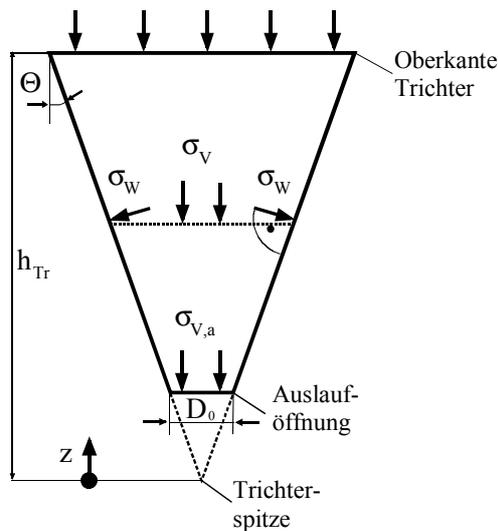


Abb. 2.11: Bezeichnung der Größen an einem Trichter

Motzkus⁷⁶ berechnet die mittlere Vertikalspannung σ_v für den Entleerungszustand eines Silos ausgehend von einer allgemeinen Gleichung zur Berechnung des Kräftegleichgewichts an einer Schüttgutscheibe analog der Janssen-Gleichung (Abb. 2.7). Im Unterschied zu dieser berücksichtigt Motzkus hierbei den Einfluss der geneigten Trichterwände und erhält folgende Differentialgleichung.

$$\text{Gl. 2.13} \quad \frac{d\sigma_V}{dz} - \frac{\sigma_V}{z} \cdot 2 \left(\frac{\sigma_w}{\sigma_V} \cdot \frac{\tau_w}{\sigma_V} \cdot \cot \Theta - 1 \right) = \rho_b \cdot g$$

Für Gl. 2.13 erhält Motzkus die Lösungen Gl. 2.14 und Gl. 2.15. Diese Gleichungen sind prinzipiell auch für Trichter ohne angesetzten Siloschaft gültig. Es ist jedoch zu berücksichtigen, dass dann keine Spannung vom Siloschaft auf den Trichter ausgeübt wird und damit $\sigma_{V,0}$ entsprechend zu 0 wird.

$$\text{Gl. 2.14} \quad \sigma_V = \frac{\rho_b \cdot g \cdot z}{n-1} + \left(\sigma_{V,0} - \frac{\rho_b \cdot g \cdot h_{Tr}}{n-1} \right) \cdot \left[\frac{z}{h_{Tr}} \right]^n \quad \text{für } n \neq 1$$

$$\text{Gl. 2.15} \quad \sigma_V = \sigma_{V,0} \cdot \frac{z}{h_{Tr}} + \rho_b \cdot g \cdot z \cdot \ln \left[\frac{z}{h_{Tr}} \right] \quad \text{für } n = 1$$

Der Parameter n berechnet sich nach Gl. 2.16.

$$\text{Gl. 2.16} \quad n = (m+1) \cdot \left[K \cdot \left[1 + \frac{\tan \Phi}{\tan \Theta} \right] - 1 \right]$$

Der Wandreibungswinkel Φ ist definiert als:

$$\text{Gl. 2.17} \quad \Phi = \arctan \frac{\tau_w}{\sigma_w}$$

K gibt hierbei das Verhältnis der Wandnormalspannung σ_w zur mittleren Vertikalspannung σ_V im Trichter in der Höhe z an:

$$\text{Gl. 2.18} \quad K = \frac{\sigma_w}{\sigma_V}$$

Diese Gleichungen sind sowohl für den Befüllungs- als auch für den Entleerungszustand gültig. Durch den Parameter K (Gl. 2.18) wird eine Differenzierung für den jeweiligen Betriebszustand vorgenommen. Es ist zu beachten, dass die Höhenkoordinate z in Trichtern üblicherweise von der Trichterspitze aus aufgetragen wird.

Beim Entleeren eines Trichters treten kleinere mittlere Vertikalspannungen als beim Befüllen auf. Unabhängig vom Betriebszustand gilt jedoch, dass die

physikalisch maximal mögliche Vertikalspannung durch den hydrostatischen Spannungsanstieg ($n = 0$) gegeben (Abb. 2.9.a) ist. In der Regel werden Austraghilfen, wie z.B. ein zusätzlicher Trichter oder Kegel innerhalb des Trichters im Bereich der Auslauföffnung angebracht. Sie können einen Teil der Vertikalspannung aufnehmen und damit einer möglichen Überlastung der Silowände entgegenwirken.

Während der Entleerung eines Trichters wirkt die größte Hauptspannung σ_1 in horizontaler Richtung. Im Auslaufbereich des Trichters sind die Spannungen proportional zum Abstand von der gedachten Trichterspitze (vgl. Abb. 2.9.b und Abb. 2.10.b). Dieser Zustand wurde von Johanson und Jenike als „radiales Spannungsfeld“ bezeichnet⁷³. Durch die Umorientierung der Spannungen im Trichter beim Entleeren werden im Vergleich zum Füllzustand größere Werte für K erreicht (Gl. 2.18). In späteren Arbeiten^{77, 78} gaben o.g. Autoren eine Berechnungsformel für den Verlauf der größten Hauptspannung im radialen Spannungsfeld an. Diese Näherung ist stark vereinfacht und berücksichtigt die Masse darüberliegender Schüttgutschichten nicht.

$$\text{Gl. 2.19} \quad \sigma_l = \frac{\rho_b \cdot g \cdot z \cdot 2 \tan \Theta}{m + 1} \cdot ff$$

Um die größte Hauptspannung $\sigma_{l,a}$ am Trichterauslauf zu berechnen, wird Gl. 2.19 mit Hilfe der Auslauföffnungsweite D_0 ($D_0 = z \cdot 2 \tan \Theta$) in Gl. 2.20 formuliert.

$$\text{Gl. 2.20} \quad \sigma_{l,a} = \frac{\rho_b \cdot D_0 \cdot g}{m + 1} \cdot ff$$

Die Hauptspannung $\sigma_{l,a}$ lässt sich nur durch Iteration berechnen, da die Schüttdichte ρ_b von der Hauptspannung $\sigma_{l,a}$, die auch als Verfestigungsspannung wirkt, abhängt. Den Fließfaktor ff entnimmt man einem Diagramm nach Jenike⁷⁷, in dem die Schüttgutfestigkeit σ_c gegen die Verfestigungsspannung σ_1 aufgetragen ist (vgl. Abb. 2.6).

2.5 Massefluss und Auslaufgeschwindigkeit

Werden freifließende Pulver aus einem Silo oder Trichter ausgetragen, so sind nach Tomas⁷⁵ drei prinzipielle Fließprofile zu unterscheiden:

- Kernfluss (unerwünscht)

Es wird zunächst ein mittlerer kegelartiger Kern oberhalb der

Ausflussöffnung und anschließend die stehengebliebenen Randzonen von oben nach unten ausgetragen

- Massefluss (Idealfall)

Der gesamte Inhalt des Silos befindet sich in einer etwa gleichartigen Bewegung Richtung Auslauf.

- Massefluss mit überlagertem Kernflusseffekt (häufiger Realfall)

Es befindet sich zwar das gesamte Schüttgut in Bewegung, jedoch fließt es in der Trichterachse mit viel größerer Geschwindigkeit als in der Randzone.

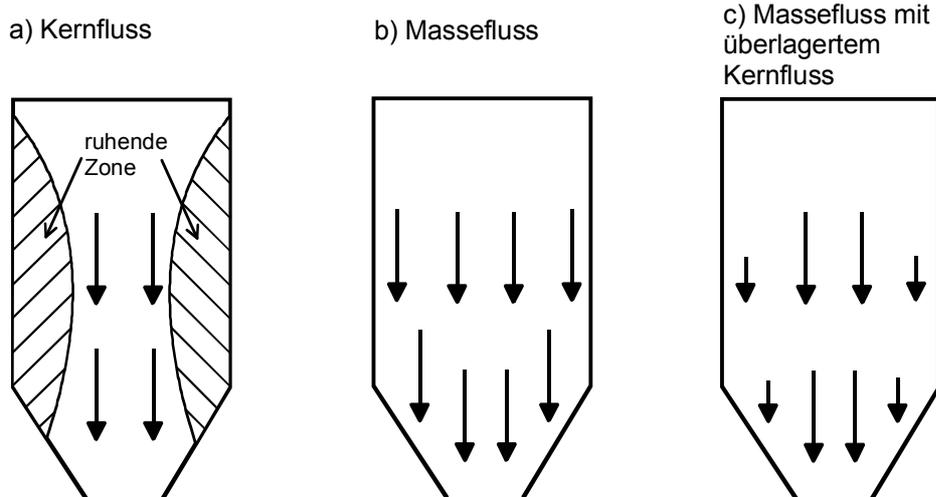


Abb. 2.12 Darstellung der unterschiedlichen Ausflussarten

Werden kohäsive Pulver verwendet, so kann, wie zuvor erwähnt, der Ausfluss von Pulvern aus einem Trichter durch die Ausbildung von Brücken oder Gewölben ganz behindert werden. Die Untersuchung dieses Phänomens stellt einen wesentlichen Teil dieser Arbeit dar.

Bei Schwedes⁷⁹ finden sich zwei unterschiedliche Vorstellungen über die Art der Brückenbildung. Eine geht davon aus, dass instabile Brücken einem ständigen Auf- und Abbauprozess unterliegen. Damit wird auch die Beobachtung eines pulsierenden Ausflussverhaltens von Schüttgütern erklärt. Das Schüttgut bewegt sich im Trichter mit sehr unterschiedlichen Geschwindigkeiten entlang sogenannter Gleitlinien. Dadurch sind die sich ausbildenden Brücken sehr instabil und damit nur für einen sehr kurzen Zeitraum vorhanden.

Die andere Vorstellung basiert auf der Annahme eines dynamischen Gewölbes, welches sich oberhalb der Auslauföffnung im Trichter bildet. Diese Theorie stammt von Pokorvskij und Arefjew und wird bei Schwedes⁷⁹ beschrieben. Es handelt sich hierbei um eine stationäre Brückenzone, die sich in einem Gleichgewichtszustand befindet, der sich dadurch ergibt, dass Pulver in diesen Bereich hinein als auch herausfließt. Letzteres gelangt dann im freien Fall zur Auslauföffnung, da sich unterhalb der Brücke kein Schüttgut mehr befindet.

In Arbeiten von Brown und Richards⁸⁰ konnte die Existenz eines dynamischen Gewölbes experimentell nachgewiesen werden. Sie benutzten hierfür eine rechteckige Holzplatte mit Rahmen. Das Brett wurde nun innerhalb des Rahmens mit kleinen Stahlkugeln gefüllt. Um nun einen Siloauslauf zu simulieren wurde das gefüllte Brett gegen die Horizontale geneigt und ein kleiner Teil (Blende) des unteren Rahmens entfernt (Abb. 2.13, a, b).

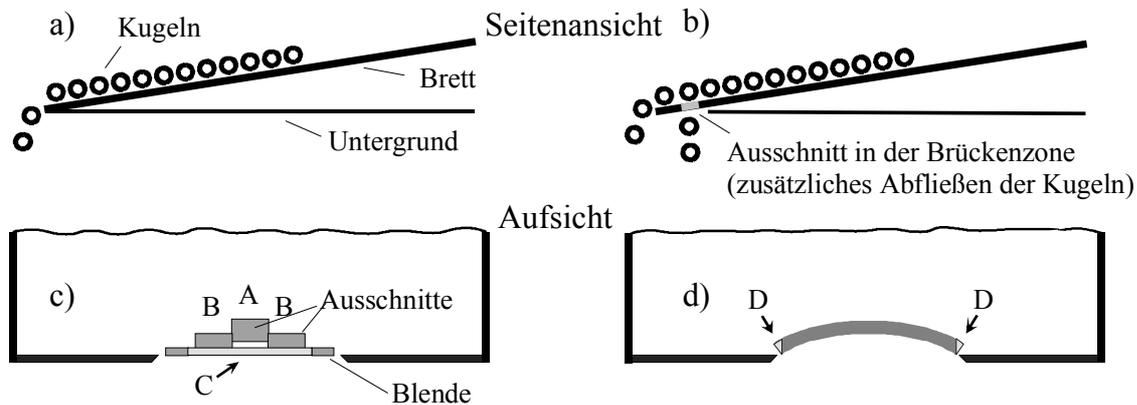


Abb. 2.13 Bestimmung der Form des dynamischen Gewölbes

Damit stellt dieses Experiment quasi ein zweidimensionales Modell des Ausfließens dar. Das Ausflussverhalten der Kugeln wurde mit Hilfe einer Hochgeschwindigkeitskamera untersucht. Um die Lage des dynamischen Gewölbes zu bestimmen wurden aus der Holzplatte oberhalb der Blende rechteckige Löcher ausgeschnitten. Durch diese können die Kugeln zusätzlich zur Blende das Brett verlassen (Abb. 2.13, b). Befindet sich das Loch im Bereich der Brückenzone, so kann sich die Brücke nicht ausbilden. Hierdurch müsste sich der Massestrom der Kugeln, welche die Blende verlassen, vergrößern. Daher wurden diese Löcher in verschiedenen Holzbrettern nach einem genau festgelegten Schema (Abb. 2.13, c) ausgeführt, um die Lage der Brücke zu bestimmen. Erst als die Ausschnitte deutlich oberhalb der Öffnung angebracht waren (Abb. 2.13, c; graue Blöcke A, B), war eine Zunahme des Massestromes zu beobachten (im Gegensatz zu grauem Block C). Aufgrund dieser Tatsache folgerten die Autoren, dass sich das Gewölbe oberhalb der Öffnung ausbildet und für den Ausfluss den limitierenden Faktor darstellt. Durch eine Überlagerung der in mehreren Brettern unterschiedlich angebrachten Löchern konnte die Form des dynamischen Gewölbes als ein Kreisbogen bestimmt werden (Abb. 2.13, d). Die Autoren überprüften dieses Ergebnis, indem sie aus einem weiteren Brett den resultierenden Kreisbogen ausschnitten. Dabei wurde beobachtet, dass es von entscheidender Bedeutung war, die kleinen Segmente (Abb.

2.13, d, D) mit zu entfernen, denn ohne die zusätzliche Entfernung der Segmente war keine Erhöhung der Ausflussrate festzustellen.

Das Modell des dynamischen Gewölbes wurde erstmals von Shinohara u.a.⁸¹ mit mathematischen Gleichungen beschrieben. Es berücksichtigt zusätzlich einen periodischen Auf- und Abbau des Gewölbes. Hierfür mussten einige vereinfachende Annahmen von den Autoren gemacht werden. Sie gingen davon aus, dass zwischen den Partikeln nach der Passage des dynamischen Gewölbes keinerlei Wechselwirkungen auftreten. Weiterhin nahmen sie die Form des Gewölbes als eine zylindrische Scheibe an, die sich oberhalb der Auslauföffnung bildet. Durch diese Annahmen wird die Realität jedoch nur stark vereinfacht wiedergegeben. Sie sind aber unumgänglich, um überhaupt Berechnungsformeln angeben zu können, mit denen die Höhe des Gewölbes, der Auslaufmassenstrom und die Frequenz des pulsierenden Fließens berechenbar ist.

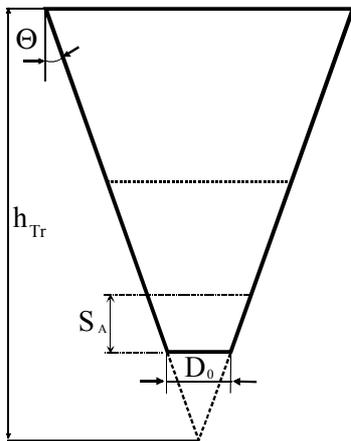


Abb. 2.14 Symbolik am Trichter

Mit den Vereinfachungen

$$\text{Gl. 2.21} \quad f = \frac{\sqrt{2 \cdot g}}{u_A} \left(\frac{1 - \varepsilon_0}{1 - \varepsilon_A} \right)$$

u_A Geschwindigkeit des Partikelstromes auf der Oberfläche des dynamischen Gewölbes [m/s]

ε_0 Porosität in der Höhe der Auslauföffnung []

ε_A Porosität in der Höhe der Brücke []

und

$$\text{Gl. 2.22} \quad k = \tan \Theta$$

Θ Trichterneigungswinkel gegen die Vertikale [°]

gilt:

$$\text{Gl. 2.23} \quad f \cdot \sqrt{S_A} = \left(\frac{2 \cdot S_A}{D_0} \cdot k + 1 \right)^2$$

Shinohara u.a.⁸¹ geben die Höhe des dynamischen Gewölbes S_A ausgehend von Gl. 2.23 durch Annahme von oben beschriebenen Näherungen wie folgt an:

$$\text{Gl. 2.24} \quad S_A = \sqrt[3]{\frac{f^2}{16} \cdot D_0^{\frac{4}{3}} \cdot (k)^{-\frac{4}{3}}}$$

Von Firewicz⁸² konnte jedoch nachgewiesen werden, dass die Gl. 2.24 durch die gemachten Näherungen im Widerspruch zu Gl. 2.23 steht. Durch einfaches Wurzelziehen aus Gl. 2.23 und Verwendung der Gl. 2.22 erhält Firewicz die implizite Form von Gl. 2.23:

$$\text{Gl. 2.25} \quad \frac{2k}{D_0} \cdot S_A - f^{\frac{1}{2}} \cdot S_A^{\frac{1}{4}} + 1 = 0$$

Durch Einsetzen von Gl. 2.26 in Gl. 2.25 kann eine Ungleichheit gezeigt werden. Die Berechnung von S_A gelang Firewicz⁸² jedoch ausgehend von der Gleichung nach Shinohara⁸¹ (Gl. 2.23). Er betrachtete dabei Gl. 2.25 als implizite Funktion der Größe S_A .

$$\text{Gl. 2.26} \quad Y = g(S_A) = \frac{2k}{D_0} \cdot S_A - f^{\frac{1}{2}} \cdot S_A^{\frac{1}{4}} + 1 = 0$$

Die partielle Ableitung von Gl. 2.26 nach S_A ergibt wenn f konstant ist:

$$\text{Gl. 2.27} \quad \frac{dY}{dS_A} = \frac{2k}{D_0} - \frac{1}{4} \cdot f^{\frac{1}{2}} \cdot S_A^{-\frac{3}{4}}$$

$$\text{Gl. 2.28} \quad \frac{d^2Y}{dS_A^2} = \frac{3}{16} \cdot \frac{\sqrt{f}}{S_A^{\frac{7}{4}}} > 0$$

Da $f > 0$ und $S_A > 0$ folgt $\frac{d^2Y}{dS_A} > 0$.

Damit lässt sich aus Gl. 2.27 das Minimum der Funktion Y berechnen.

$$\text{Gl. 2.29} \quad S_{A_{\min 0}} = \left(\frac{D_0 \cdot \sqrt{f}}{8k} \right)^{\frac{4}{3}}$$

Da der Parameter f noch unbekannte Größen enthält, wird Gl. 2.29 zunächst in Gl. 2.26 eingesetzt.

$$\text{Gl. 2.30} \quad Y = Y_{\min 0} = 1 - \frac{3 \cdot f^{\frac{2}{3}} \cdot D_0^{\frac{1}{3}}}{8 \cdot k^{\frac{1}{3}}} = 0$$

Gl. 2.30 lässt sich nach f auflösen:

$$\text{Gl. 2.31} \quad f = f_{\min 0} = \left(\frac{8}{3} \right)^{\frac{3}{2}} \cdot \left(\frac{k}{D_0} \right)^{\frac{1}{2}}$$

Der Ausdruck für $f_{\min 0}$ kann jetzt anstelle von f in Gl. 2.29 eingesetzt und vereinfacht werden.

$$\text{Gl. 2.32} \quad S_{A_{\min 0}} = \left(\frac{D_0 \cdot \sqrt{f_{\min 0}}}{8k} \right)^{\frac{4}{3}} = \frac{D_0}{6k}$$

Diese Gleichung hält einer Überprüfung der Gültigkeit durch Einsetzen in Gl. 2.26 stand.

Da in die Gleichung (Gl. 2.32) keinerlei Schüttgutparameter eingehen, scheint es fragwürdig, ob sie allgemeine Gültigkeit besitzen kann.

3 Zielsetzung und Arbeitshypothese

Die Untersuchung des Fließverhaltens von Schüttgütern ist in der pharmazeutischen Praxis von entscheidender Bedeutung. Die Messung dieser Fließeigenschaften bereitet jedoch in der Praxis große Probleme. Grund dafür sind die vielen Parameter wie z.B. interpartikuläre Haftkräfte, elektrostatische Effekte, Verdichtungsverhalten, Partikelgeometrie, Oberflächenbeschaffenheit, Luftfeuchtigkeit usw., die es sehr erschweren, reproduzierbare Ergebnisse zu erhalten. Diese verschiedenen Eigenschaften machen daher in der Regel eine umfangreiche Probenvorbereitung notwendig, um die Pulverprobe vor der Messung in einen definierten, aber in der Praxis praktisch nicht vorkommenden Ausgangszustand zu versetzen. Hierzu wird das Haufwerk häufig verdichtet. Eine Übertragung dieser Ergebnisse auf den realen, unverdichteten Schüttgutzustand ist dann aber problematisch, denn dazu ist eine Extrapolation notwendig. Diese ist jedoch stark fehlerbehaftet, weil kein linearer Zusammenhang zwischen verdichtetem und unverdichtetem Schüttgutzustand besteht.

Wünschenswert wäre es daher, eine Messmethode zu entwickeln und zu etablieren, die eine geringe Probenvorbereitung ohne Vorverdichtung benötigt. Zusätzlich müsste sie aussagekräftige Messergebnisse liefern, die auf einer physikalischen Eigenschaft des Schüttgutes beruhen. In diese Richtung laufen seit einiger Zeit verstärkte Bemühungen (siehe Kapitel 2.3). Allen voran sind hier das *Atomic force Microscope*, der *Zugspannungstester* und die *neue Ringscherzelle nach Schwedes und Schulze* zu nennen. Wie bereits erwähnt haben alle diese Methoden ihre Vor- und Nachteile. Es hat jedoch Sinn, einen komplizierten Sachverhalt von verschiedenen Ansatzpunkten aus zu untersuchen, denn dadurch erhält man einen besseren Überblick und ein vollständigeres Bild des Problems. Weiterhin ist es dann möglich, die Schwächen eines Messsystems durch die Stärken eines anderen Prinzips zu kompensieren. Daher sollte das Ziel dieser Arbeit sein, ein weiteres, bereits vorhandenes Messprinzip zu verbessern.

Ausgehend von dem modifizierten Auslauftrichter nach Weigand⁴ sollte eine Methode entwickelt werden, die eine *Differenzierung der Fließeigenschaften von Schüttgütern* erlaubt. Grundlegend ist hierbei die Tatsache, dass Schüttgüter in Trichtern zur Brückenbildung neigen. Die Überlegung von Weigand ging nun dahin, dass der genaue Ausbildungsort der Brücken ebenso wie deren Festigkeit einen Schüttgutparameter darstellten. Somit müsste die Messung der Kraft zur gezielten Zerstörung der Brücken ebenfalls einen Rückschluss auf die Eigenschaften des Schüttgutes zulassen. Der Weigand'sche Ansatz war hierzu jedoch nur bedingt

Zielsetzung und Arbeitshypothese

geeignet, da sich die Messung der Zerstörungskräfte nicht auf die Brückenzone konzentrierte. Hierdurch erfolgte eine erhebliche Überlagerung dieser Kräfte, die von einem Durchmischen des Pulvers hervorgerufen wurden, sodass eine physikalische Interpretation des Ergebnisses nur eingeschränkt möglich war.

Daher sollte speziell der Effekt der Brückenbildung in Trichtern genauer untersucht und zu Vergleichen herangezogen werden. Hierbei galt besonderes Augenmerk dem Ort und der Stärke der Brückenbildung. Weiterhin war auch der Zusammenhang zwischen dem Auslaufverhalten und der dazu benötigten Kraft von Interesse, um die Abläufe während der Entleerung eines Trichters oder Silos besser zu verstehen. Hierzu kann auch die in der Methode implizierte Bestimmung der Auslaufgeschwindigkeit herangezogen werden.

Um Praxisnähe zu gewährleisten sollte die Untersuchung mit überwiegend *pharmazeutisch relevanten Modellsubstanzen* erfolgen, welche zur Herstellung von festen Arzneiformen dienen.

4 Material und Methoden

4.1 Material

4.1.1 Fraktionierte Laktose

Laktose-Monohydrat wird in der pharmazeutischen Industrie in großen Mengen verwendet. Es besitzt sehr gute Tablettiereigenschaften, ist recht preiswert und in verschiedensten Formen mit unterschiedlichsten Eigenschaften im Handel. Primär sind hier die kristalline und die modifizierte Form zu nennen. Unter kristallin versteht man gesiebte oder gemahlene Produkte, wohingegen agglomerierte und sprühgetrocknete Laktose als modifizierte Form angesehen wird⁸³. Dem Standard des Europäischen Arzneibuchs entspricht nur das Monohydrat der Laktose.

Für einige Versuche dieser Arbeit wurde eine Laktose mit sehr enger Partikelverteilung verwendet. Diese stammte aus der Arbeit von Weigand⁵ und wurde durch Querstromschneidensichtung fraktioniert. Als Ausgangsmaterial diente ein gemahlenes Laktose-Monohydrat (GranuLac® 200, Type EP D 80, Nr. 4172, Lot. 533, Meggle GmbH, Wasserburg, Deutschland).

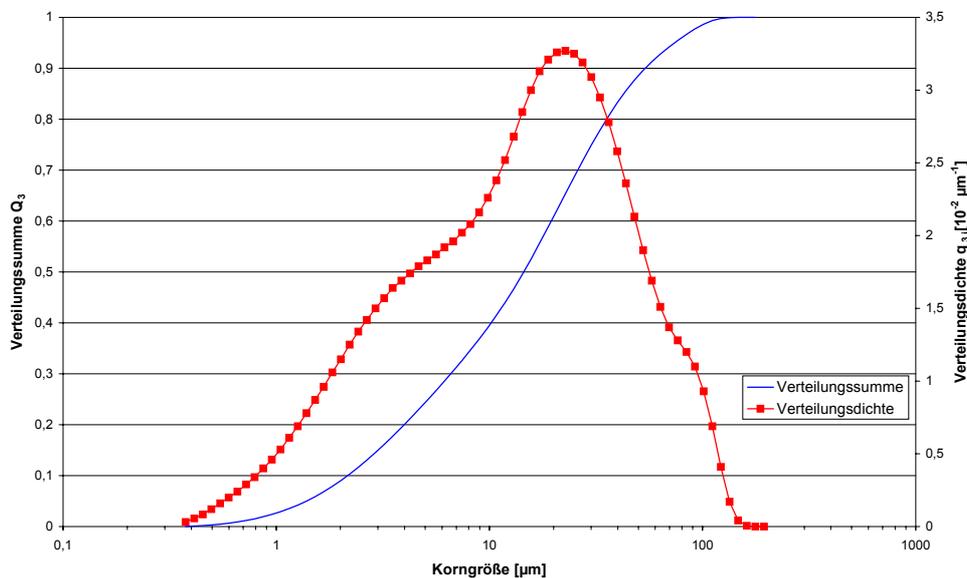


Abb. 4.1 Partikelgrößenverteilung von GranuLac® 200 bestimmt mit Coulter® LS 230 in Isopropanol



Abb. 4.2 Rasterelektronenmikroskopische (REM) Aufnahme von GranuLac® 200

Es wurden folgende zwei Fraktionen des Sichtungsergebnisses von GranuLac® 200 verwendet:

Bezeichnung der Fraktion	Mittlere Korngröße (D [v, 0.5])
SS 5	36,72 μm
SS 6	43,33 μm

Tab. 4.1 Mittlere Korngröße der Laktosefraktionen

Die Korngrößenverteilung wurde mittels Laserbeugung eines Malvern Particle Sizer® 2600 gemessen. Die erhaltenen Ergebnisse wurden zusätzlich noch mit einem Coulter® LS 230 verifiziert und bestätigt (Tab. 4.2 und Abb. 4.13). Dabei ergaben sich folgende Partikelverteilungen:

Material und Methoden

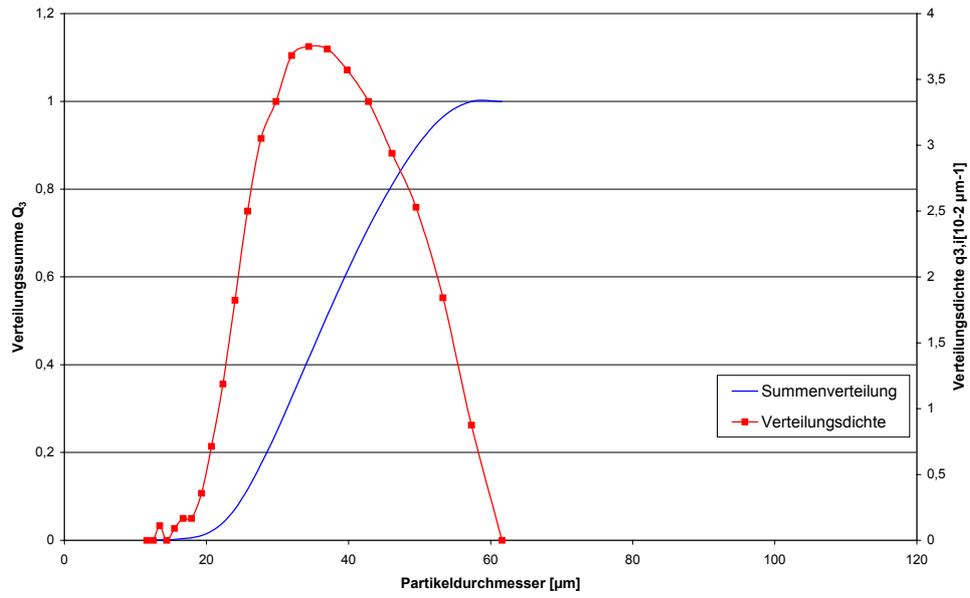


Abb. 4.3 Partikelgrößenverteilung der gesichteten Laktosefraktion SS 5

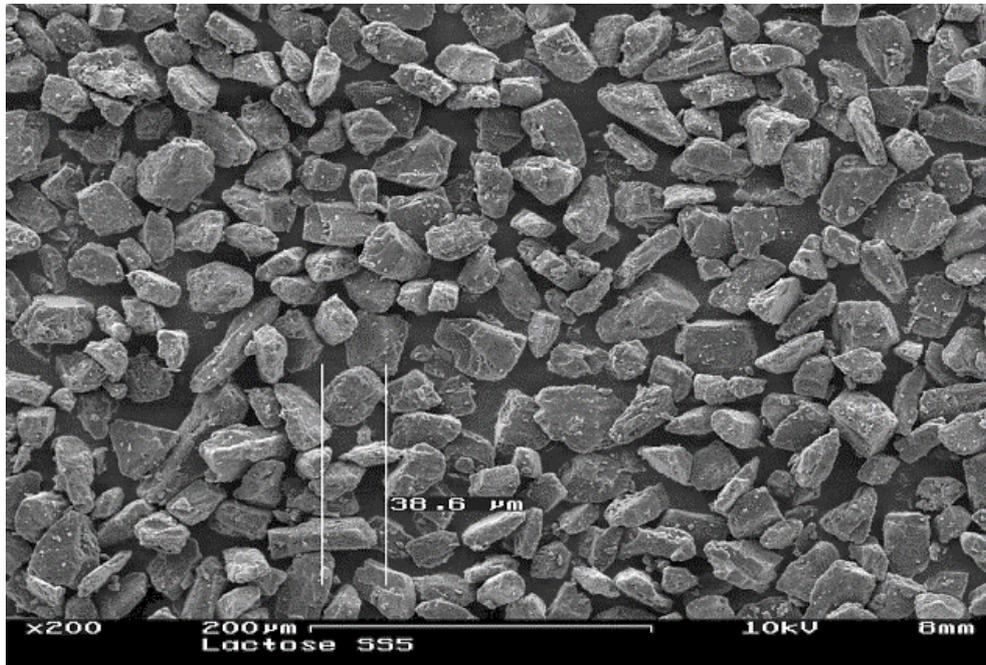


Abb. 4.4 REM Aufnahme der gesichteten Laktosefraktion SS 5

Material und Methoden

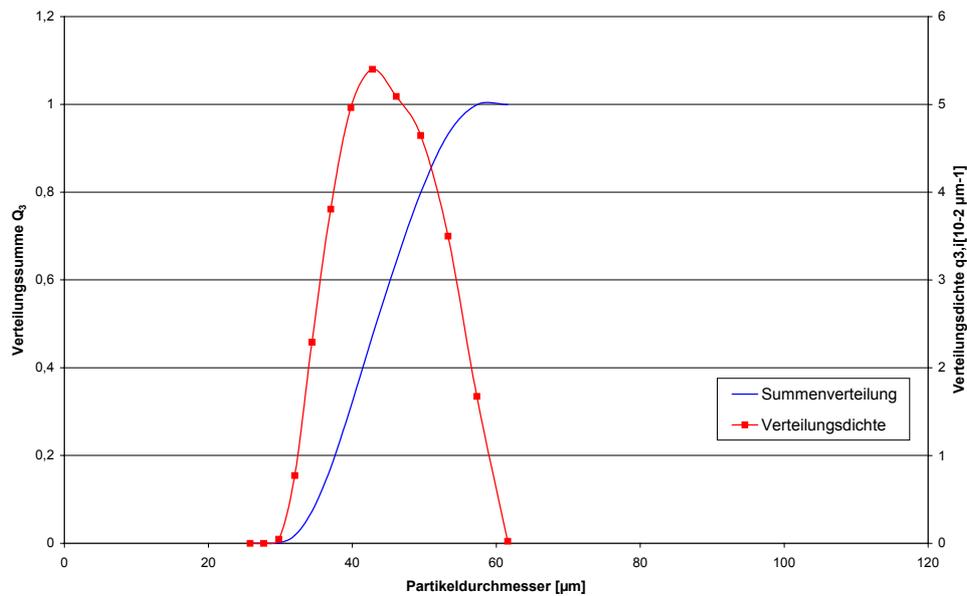


Abb. 4.5 Partikelgrößenverteilung der gesichteten Laktosefraktion SS 6

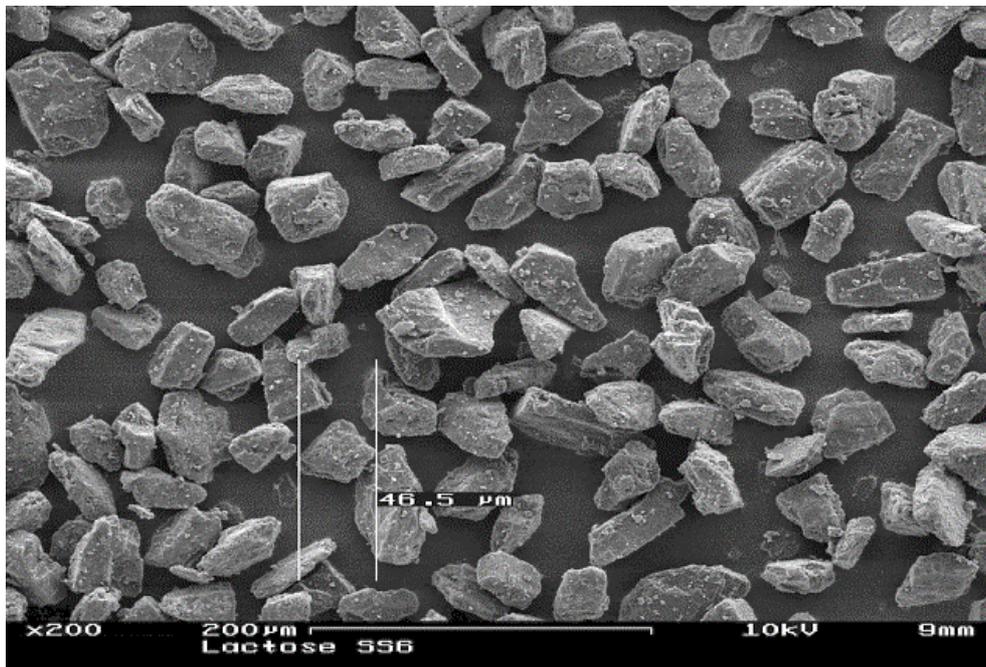


Abb. 4.6 REM Aufnahme der gesichteten Laktosefraktion SS 6

Aus den Abbildungen Abb. 4.3 bis Abb. 4.6 wird deutlich, dass die Methode der Windsichtung sehr effektiv ist, weil die Partikelverteilungen sehr eng begrenzt sind. Da die Feuchtigkeit einer Substanz einen entscheidenden Einfluss auf das Fließverhalten nimmt, muss man bei der Auswahl Substanzen bevorzugen, die nur wenig Feuchtigkeit aus der Umgebungsluft adsorbieren. Laktose-Monohydrat erfüllt diese Anforderungen. Es nimmt bei 80 % relativer Umgebungsluftfeuchte maximal 60 mg Wasser pro 100 g Substanz auf^{68, 83}.

4.1.2 Starch® 1500

Bei Starch® 1500 (Colorcon Ltd., Batch 601041, England) handelt es sich um eine modifizierte Maisstärke. Maisstärke gehört zu den Polysacchariden, die aus D-Glukoseeinheiten aufgebaut sind. Wie bei allen anderen Stärkeformen liegen auch hier die beiden strukturell unterschiedlichen Typen von Makromolekülen Amylose zu Amylopektin hier im Verhältnis 23 : 77 vor⁸⁴. Beide Bestandteile sind in kaltem Wasser unlöslich, zeigen aber ein starkes Quellvermögen. In heißem Wasser geht Maisstärke oberhalb der Verkleisterungstemperatur kolloidal in Lösung⁸⁵.

Die Besonderheit bei Starch® 1500 liegt darin, dass etwa 20 % der Bestandteile durch modifizierte Formen der Amylose und des Amylopektins ersetzt wurden. Der Hersteller bezeichnet diese Form als „pregelatinisiert“. Darunter ist letztlich eine Verkürzung der Makromolekülketten durch Spaltung zu verstehen. Das so behandelte Amylopektin ist in kaltem Wasser löslich und kann damit direkt als Bindemittel bei der Feuchtgranulierung eingesetzt werden. Die modifizierte Amylose soll laut Hersteller bessere Trockenbindemittel-Eigenschaften besitzen als unbehandelte⁸⁶. Weiterhin wurde durch die Behandlung die Fließfähigkeit gegenüber handelsüblicher Maisstärke stark verbessert. Das Produkt besitzt einen sehr geringen Wassergehalt, so dass es sich sehr gut zur Direkttablettierung eignet. Bindende, zerfallsbeschleunigende, fließregulierende und selbst schmierende Eigenschaften gibt der Hersteller als weitere positive Aspekte an⁸⁷.

Starch® 1500 wurde direkt ohne weitere Behandlung für die Versuche benutzt.

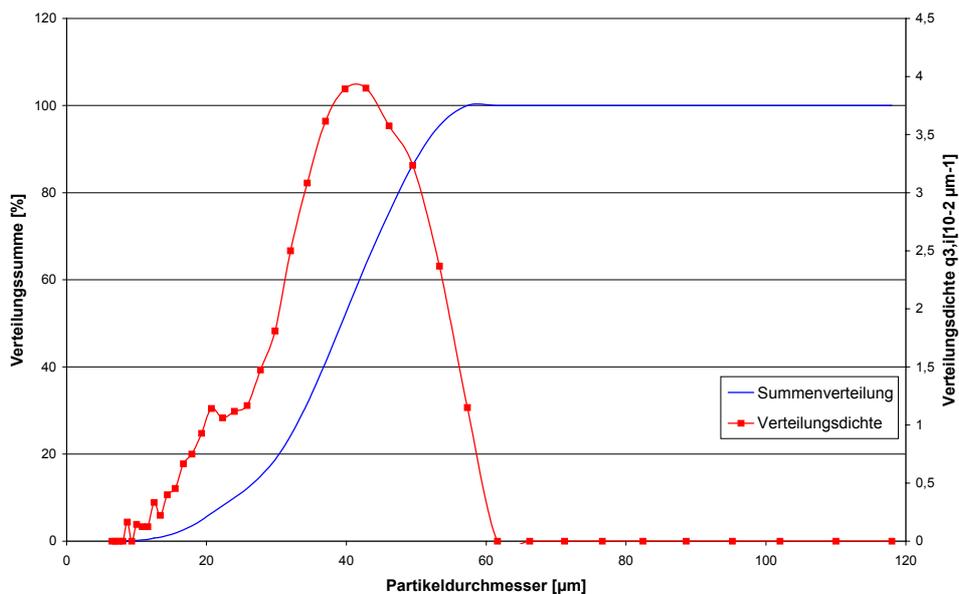


Abb. 4.7 Partikelgrößenverteilung von Starch® 1500 bestimmt mit Malvern Particle Sizer® 2600

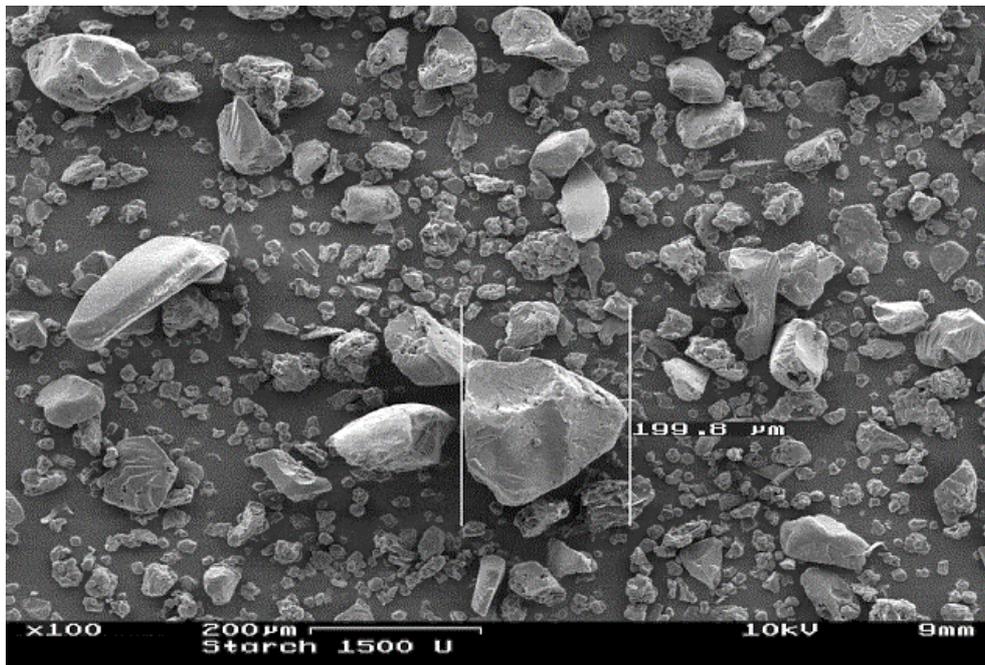


Abb. 4.8 REM Aufnahme von Starch® 1500

Wie aus Abb. 4.7 zu erkennen ist, liegt die bezogen auf den Massenanteil häufigste Korngröße bei etwa 40 µm, wobei noch ein Feinanteil bei 20 µm vorhanden ist. Die REM Aufnahme zeigt, dass die wenigen großen Partikel eine recht ungleichmäßige Form besitzen. Die kleinen und am häufigsten vorhandenen Teilchen kommen dem kugelförmigen Ideal jedoch sehr nahe.

4.1.3 Prosolv® SMCC 50

Prosolv® SMCC 50 (Penwest Pharmaceuticals Oy, Lot. Nr. K5S7014, New York) ist ein neuer Hilfsstoff. Er besteht aus mikrokristalliner Zellulose, auf die mit einem speziellen patentgeschützten Verfahren kleine *Silizium-Dioxid-Partikel* aufgebracht sind. Diese kleinen Partikel wirken ähnlich wie der Zusatz von Fließregulierungsmitteln, jedoch sind sie mit der Oberfläche der Zellulosepartikel fest verbunden. Somit zeigt Prosolv® SMCC 50 (Silicified MicroCrystalline Cellulose) ausgezeichnete Fließeigenschaften und eine Verbesserung der Tablettiereigenschaften gegenüber unbehandelter mikrokristalliner Zellulose. Weiterhin erreicht Prosolv® SMCC 50 im Gegensatz zu unbehandelter mikrokristalliner Zellulose bei gleichem Pressdruck eine erheblich höhere Tablettenhärte bei gleichzeitig verbessertem Zerfallsverhalten der Tabletten^{88, 89}.

Material und Methoden

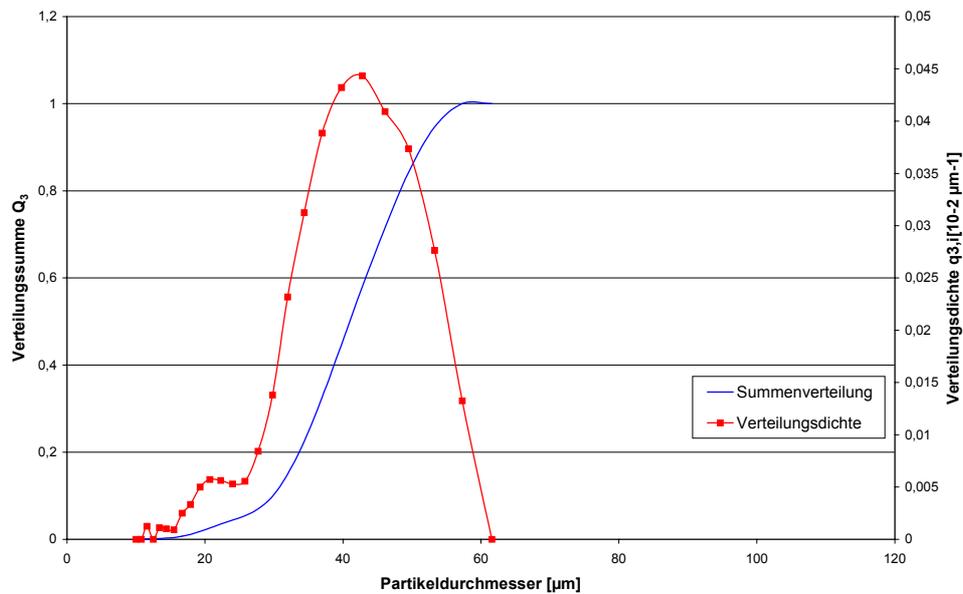


Abb. 4.9 Partikelgrößenverteilung von Prosolv® SMCC 50 mit Malvern Particle Sizer® 2600



Abb. 4.10 REM Aufnahme von Prosolv® SMCC 50

Abb. 4.9 zeigt deutlich, dass Prosolv® SMCC 50 eine fast identische Partikelverteilung wie Starch® 1500 besitzt. Vergleicht man jedoch die REM-Aufnahmen miteinander, so ist ein gravierender Unterschied zu Starch® 1500 erkennbar. Prosolv® SMCC 50 besteht zu einem großen Teil aus größeren und mehr stabförmigen Partikeln. Die Messung solch extremer Partikelformen bereitet in der Analytik immer Probleme. Die Ergebnisse sind zudem von der Messmethode und dem Bezugssystem abhängig⁹⁰. Dieses Beispiel veranschaulicht, wie wichtig es ist, zu einer Partikelgrößenverteilung immer auch die Partikelform mit einer mikroskopischen Aufnahme anzugeben.

4.2 Methoden

4.2.1 Rasterelektronenmikroskopie

Die Aufnahmen für diese Arbeit mit wurden mit einem Rasterelektronenmikroskop (REM) DSM 962, Zeiss, Deutschland gemacht.

Wie in der Rasterelektronenmikroskopie üblich werden die Proben auf spezielle metallische Trägerelemente aufgebracht. Um dies zu realisieren werden elektrisch leitende, beidseitig klebende Pads als Verbindungselemente benutzt. Auf die klebende Oberfläche werden nun die Pulver aufgestreut und überschüssiges Material mit konditionierter Druckluft (0,5 bar) weggeblasen. Um die elektrisch nicht leitenden Pulver einer elektronenmikroskopischen Untersuchung zugänglich zu machen, werden sie mit einer Gold- / Palladiumschicht nach einem standardisierten Verfahren überzogen (sputtering). Es wird letztlich die Oberflächenstruktur dieser Schicht abgebildet. Die Proben werden im Mikroskop mit Stickstoff begast und danach im Feinvakuum (10^{-5} hPa) untersucht.

Leider besitzt diese Methode einen entscheidenden Nachteil. Die untersuchten Pulver können sich durch den hohen Elektronenstrom punktuell stark erwärmen. Dadurch kann es zu lokalem Schmelzen, ja sogar Verdampfen der Probe kommen. Hierdurch entstehen Risse in der Gold- / Palladium-Überzugsschicht, die in der späteren Aufnahme deutlich zu sehen sind. Dieses Problem tritt allerdings nur bei hohen Vergrößerungen auf.

4.2.2 Partikelgrößenanalyse

Um die Partikelverteilung einer Probe zu messen wird sehr häufig die Laserdiffraktometrie (Laser-Streulicht-Analyse LSA) angewandt^{91,92}. Ähnlich der Lichtbeugung an einem optischen Gitter wird Laserlicht auch durch kleine Partikel im Lichtstrahl gestreut. Dabei hängt nach der Fraunhofer-Theorie der Beugungswinkel von der Größe der Partikel ab⁹³. Der Theorie folgend streuen kleine Partikel das Licht viel stärker als große. Dafür ist bei Partikeln mit kleinem Durchmesser die Intensität des Lichtes sehr viel schwächer als bei größer dimensionierten Partikeln. Dies gilt jedoch nur dann, wenn die Wellenlänge des Lichtes viel kleiner ist als die Abmessungen der untersuchten Partikel. Die Gesamtintensität des gestreuten Lichtes ist proportional zur Anzahl der gemessenen Partikel.

Das Messsystem besteht aus einer optischen Bank mit einem Laser als Lichtquelle, einem zwei-dimensionalen Photodioden-Array und einer Vorrichtung, welche die Partikel in den Laserstrahl bringt. Das gestreute Licht wird dabei von einem

Material und Methoden

Linsensystem (sog. Fourier-Linsen) in der Messebene abgebildet. Dabei verursachen Partikel gleicher Größe, die sich an beliebigen Stellen im Laserstrahl befinden, ein identisches Beugungsmuster.

In dieser Arbeit wurde hauptsächlich mit einem Laser-Granulometer ParticleSizer® 2600 (Malvern Instruments GmbH, Herrenberg) gearbeitet.

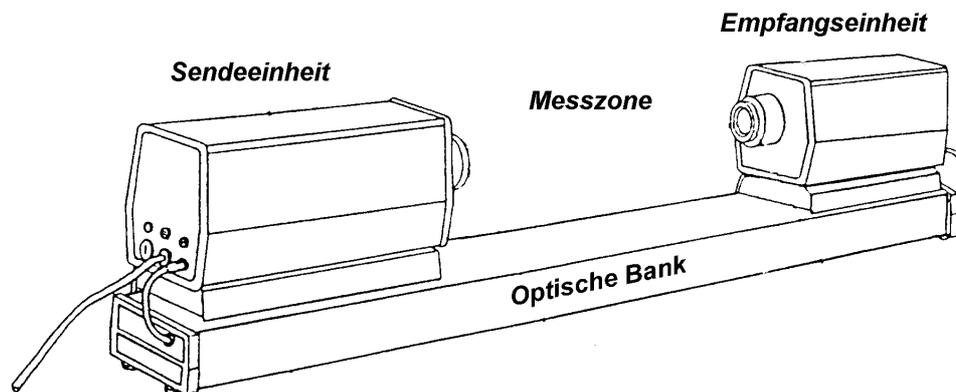


Abb. 4.11 Malvern Laser-Granulometer ParticleSizer® 2600

Das Gerät arbeitet mit einem Helium-Neon-Laser der Wellenlänge $\lambda = 633 \text{ nm}$. Der Detektor besteht aus 32 konzentrischen Photodioden-Elementen, wodurch die Messung einer Partikelverteilung nur auf 32 Messpunkten basiert. Die Flächen der Detektor-Segmente nehmen dabei von innen nach außen logarithmisch zu⁹⁴. Um einen Korngrößenbereich von 1,2 bis 564 μm abdecken zu können, ohne massive Einbußen in der Genauigkeit in Kauf nehmen zu müssen, kann eine von drei unterschiedlichen Sammellinsen dem Detektor vorgeschaltet werden, die den Messbereich eingrenzen. Die Messwerte werden von einem PC-AT erfasst und von einer speziell entwickelten Software (SB.0B) durch Iteration ausgewertet. Dabei wird zunächst von einer im Programm implementierten Partikelverteilung ausgegangen und das zugehörige theoretische Streumuster berechnet. Nun wird diese Verteilung so lange angepasst, bis das theoretisch zu erwartende Streumuster mit dem real gemessenen innerhalb gewisser Grenzen übereinstimmt. Malvern gibt die Richtigkeit der Messung mit $\pm 4 \%$ an, wenn wenig Fremdstreulicht vorliegt und die Konzentration des Pulvers im Messstrahl innerhalb bestimmter Grenzen bleibt. Die Richtigkeit wurde mit Hilfe eines Standard-Reticule PS 62 überprüft. Dabei handelt es sich um ein in Glas eingeschmolzenes Partikelkollektiv, welches mikroskopisch ausgewertet wurde. Der mittlere Durchmesser der Partikel wird vom Hersteller mit

Material und Methoden

46,5 μm angegeben. Eine zehnfache Bestimmung dieses Standards ergab einen Mittelwert von 47,11 μm mit einer relativen Standardabweichung von 0,29 %.

Vor jeder Messung muss ein Nullabgleich durchgeführt werden, um Einflüsse von Streulicht kompensieren zu können. Weiterhin muss die Konzentration der Probe im Messstrahl so eingestellt werden, dass sie sich innerhalb der vorgegebenen Grenzen befindet. Bei zu hoher Konzentration kommt es sonst durch Mehrfachbeugung zu einer Verfälschung des Beugungsmusters, bei zu geringer Konzentration ist hingegen das Messsignal zu schwach. Die Messzeit ist für jede Bestimmung frei wählbar.

Um die Probe in den Messstrahl zu bringen benutzt Malvern die Trockendispergiereinheit PS 64.

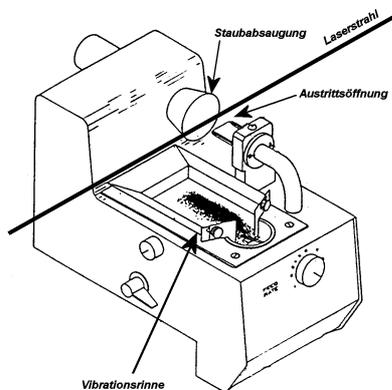


Abb. 4.12 Trockendispergiereinheit PS 64 Malvern Instruments

Hierbei wird das Pulver auf eine regulierbare Rüttelrinne aufgegeben. Das herabfallende Schüttgut wird von einem Pressluftstrom mitgerissen und durch ein Rohrsystem mit schlitzförmiger Verengung am Ende geführt. Es passiert den Laserstrahl und wird anschließend von einer Staubabsaugung aufgefangen. Durch diese Vorgehensweise werden die Partikel fast bis auf Schallgeschwindigkeit beschleunigt und mechanisch stark beansprucht. Einerseits sind dadurch relativ große Probenmengen notwendig, da die Verweilzeit der Partikel im Laserstrahl sehr kurz ist. Andererseits kann eine Zerkleinerung der Partikel nicht ausgeschlossen werden. Daher wurde dieses Messverfahren mit einer schonenderen Methode verglichen, um die erhaltenen Ergebnisse zu überprüfen.

Hierzu wurde ein Coulter® LS 230 (Small Volume Module; Software: Control Program, Version 2.11, März 1997, Coulter Electronics GmbH, Krefeld Deutschland) benutzt, der auf einem vergleichbaren Messprinzip beruht⁹⁵ (Laser 4 mW; $\lambda = 750 \text{ nm}$; 126 Photodetektoren, Messbereich 0,4 μm – 900 μm). Das Gerät besitzt zusätzlich noch eine PIDS-Anordnung (Polarisation Intensity Differential Scattering), die bei der Auswertung des Feinanteiles (0,04 μm – 1 μm) bessere

Material und Methoden

Ergebnisse liefert⁵. Dieser Messbereich spielt jedoch für die hier durchgeführten Untersuchungen eine untergeordnete Rolle. Beim Coulter® LS 230 wird die Probe mit einem inerten Lösungsmittel in einer Messküvette fein dispergiert. Hierin besteht allerdings ein generelles Problem dieser Messmethode, nämlich ein Medium zu finden, in dem sich die Probe während der Messung nicht auflöst, da man sonst verfälschte Ergebnisse erhält. Gerade aber bei sehr feinen Proben, die entsprechend hohe Oberflächenenergien besitzen, ist die Lösungstendenz groß. Dafür werden bei dieser Methode nur sehr geringe Probenmengen benötigt, was vor allem bei teuren Substanzen von entscheidendem Vorteil ist.

Generell müssen alle Dispersionsmittel vor der Benutzung entgast werden, um störende Luftblasen zu entfernen. Dies kann entweder durch Behandlung des Dispersionsmittels mit Ultraschall oder durch Begasung mit Helium erreicht werden.

Vor jeder Analyse wird das Messmedium nach dem Einfüllen in die Küvette einer Standardprozedur unterworfen. Durch maschinelles Rühren werden die Luftblasen, die durch das Einfüllen entstanden sind, entfernt. Danach führt das Gerät ebenfalls einen Nullabgleich des Hintergrundes durch. Jetzt wird die Probe als konzentrierte Suspension der Messzelle zugeführt. Auch hier ist die Einhaltung gewisser Grenzen vom Hersteller vorgeschrieben.

Die Auswertung der Messsignale erfolgt hier nach dem Fraunhofer-PIDS-Modell. Dabei wird der Medianwert der Partikelverteilung für die statistischen Berechnungen herangezogen, da er von Extremwerten in der Verteilung nicht beeinflusst wird.

Um die beiden Messmethoden zu beurteilen, wurden die fraktionierten Laktosen SS 5 und SS 6 für eine Vergleichsbestimmung gewählt. Die Dispergierung erfolgte in reinem Isopropanol, da hier kein Anlösen der feinen Partikel befürchtet werden muss.

Material und Methoden

Korngröße	Malvern PS 2600	Coulter® LS 230
SS 5 (D [v, 0.1])	25,17 μm	12,32 μm
SS 5 (D [v, 0.5])	36,72 μm	34,38 μm
SS 5 (D [v, 0.9])	49,73 μm	51,90 μm
SS 6 (D [v, 0.1])	35,25 μm	23,34 μm
SS 6 (D [v, 0.5])	43,33 μm	44,24 μm
SS 6 (D [v, 0.9])	52,22 μm	65,74 μm

Tab. 4.2 Vergleich der mittleren Korngröße verschiedener Proben

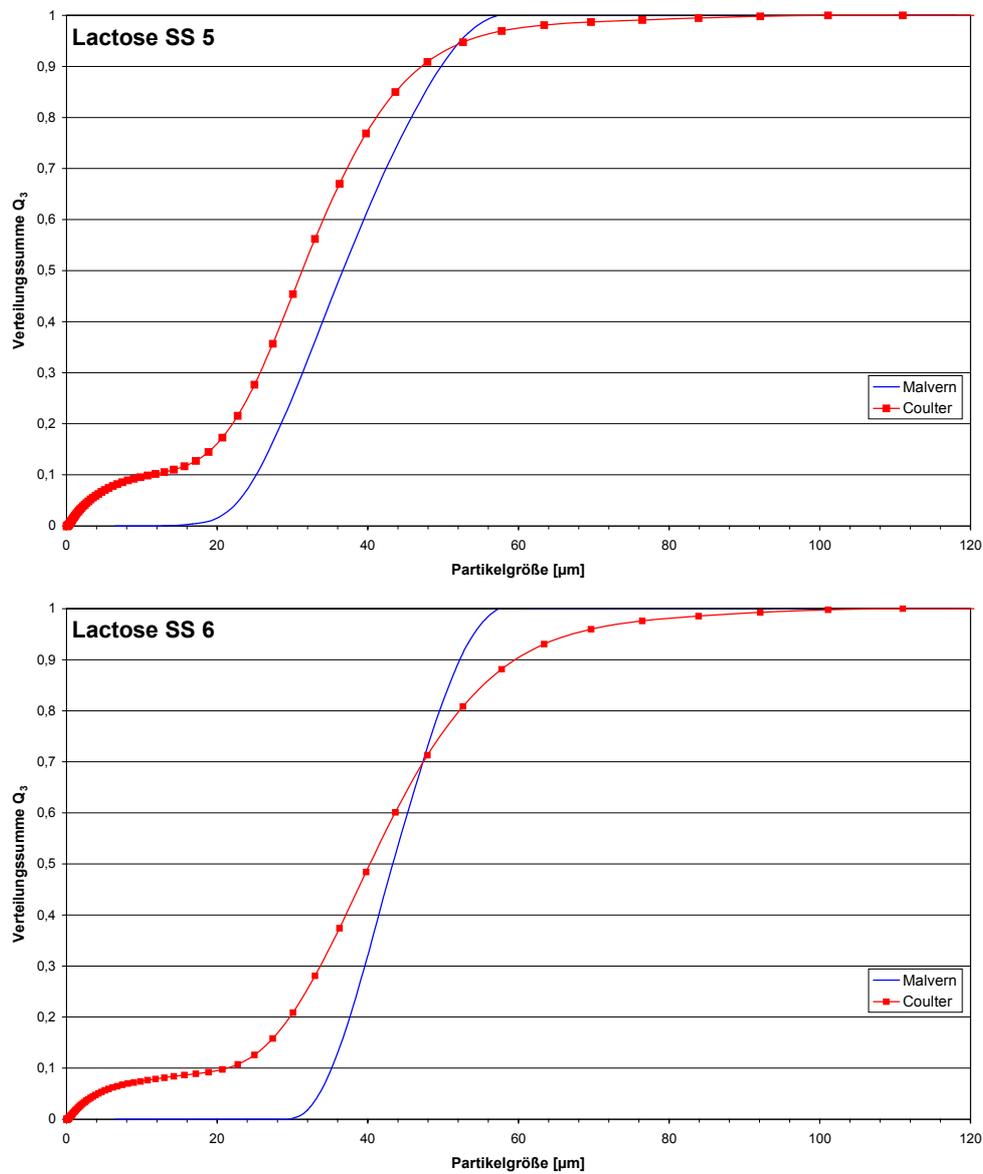


Abb. 4.13 Vergleich der Verteilungssummenkurven der Fraktionen SS 5 und SS 6 mit unterschiedlichen Messmethoden

Material und Methoden

Aus Tab. 4.2 und Abb. 4.13 wird deutlich, dass beide Verfahren zu annähernd gleichen Ergebnissen führen. Es zeigt sich, dass die Methode der Flüssigdispergierung des Coulter® LS 230 in der Lage ist, den Feinanteil besser aufzulösen. Hervorgerufen wird dies wahrscheinlich durch die Trennung von Agglomeraten feinerer Partikel, die durch die Trockendispergiereinheit PS 64 nicht aufgetrennt werden. Dennoch liefert der Malvern-ParticleSizer® 2600 für die hier vorgenommenen Untersuchungen brauchbare Ergebnisse. Er wurde daher vor allem wegen seiner einfacheren Handhabung ausgewählt. Ein weiteres wichtiges Kriterium stellte der Verzicht auf Lösungsmittel dar, da die zuvor erwähnten Probleme hierbei nicht auftreten. Der höhere Substanzverbrauch ist bei den verwendeten Stoffen unerheblich.

4.2.3 Bestimmung der relativen Luftfeuchte

Die Messung der relativen Luftfeuchte erfolgte mit einem elektronischen Messgerät (Thermo-Hygrometer, Messbereich: -20 °C – 50 °C; 2 – 98 % relative Feuchte; Fa. Roth, Karlsruhe). Es besitzt einen kapazitiven Feuchtesensor.

4.2.4 Einstellung von Luftfechtigkeiten

Um die relative Luftfeuchtigkeit in einem Raum einstellen zu können ist es wichtig, die Einflussgrößen zu kennen. So spielt in diesem Zusammenhang die Umgebungstemperatur eine entscheidende Rolle, denn die Wasseraufnahmefähigkeit von Luft ist temperaturabhängig. Daher werden prinzipiell zwei Luftfechtigkeiten unterschieden. Zum Einen der Feuchtegehalt, der den Wassergehalt (in Gramm) pro Luftmenge (Kilogramm trockene Luft) angibt. Dieser absolute Wert ist von der Umgebungstemperatur unabhängig. Zum anderen die häufiger benutzte relative Luftfeuchtigkeit. Sie gibt den temperaturabhängigen Wassergehalt der Luft bezogen auf den maximal möglichen Wassergehalt der Luft bei dieser Temperatur in Prozent an. Daher ist bei einer Angabe der relativen Feuchte [%] immer noch eine Temperatur- und Luftdruckangabe notwendig.

Zur Einstellung einer bestimmten Feuchte in einem abgeschlossenen System ist zunächst eine Temperatureinstellung unumgänglich. Dies kann mit einer herkömmlichen Klimatisierung, die aus einem Kühl- und Heizelement besteht, erreicht werden. Um den Feuchtegehalt der Luft zu verringern ist eine Abführung des Kondensats, welches beim Kühlen der Luft entsteht, notwendig. Umgekehrt wird zur Befeuchtung der Luft eine Vorrichtung zur kontrollierten Verdunstung von Wasser benötigt. Mit Hilfe von Feuchte- und Temperatursensoren, die mit einer Regelelektronik für oben genannte Systeme gekoppelt sind, lässt sich so eine

Material und Methoden

Vollklimatisierung erreichen. Leider erfordern derartige Lösungen einen hohen Energiebedarf und eine aufwendige Regelungstechnik, weshalb sie sehr teuer sind. Eine viel einfachere Methode zur Einstellung der Luftfeuchtigkeit stellt die Benutzung von gesättigten wässrigen Salzlösungen dar, über denen sich eine definierte Luftfeuchtigkeit einstellt. Dieser Zusammenhang lässt sich mit Hilfe des Raoult'schen Gesetzes⁹⁶ verdeutlichen.

$$\text{Gl. 4.1 } p_i = p_i^0 \cdot X_i$$

p_i	Partialdruck der Komponente i [Pa]
p_i^0	Dampfdruck der reinen Komponente i [Pa]
X_i	Molenbruch []

Zusätzlich sollte in dieser gesättigten Lösung immer noch ein Bodenkörper mit ungelöstem Salz vorhanden sein, um auch Feuchtigkeit aus der Umgebungsluft aufnehmen zu können. Denn nur dann bleibt die Lösung im gesättigten Zustand und demzufolge der Dampfdruck der Lösung konstant. Die Werte für verschiedene Salzlösungen können Tabellenwerken entnommen werden^{97, 98}. Bei der Benutzung von gesättigten Salzlösungen hat die Temperatur der Umgebungsluft einen sehr viel kleineren Einfluss auf die sich einstellende Feuchtigkeit. So ist ein Temperaturintervall von $25 \text{ °C} \pm 5 \text{ °C}$ z.B. für eine gesättigte Magnesiumchlorid-Lösung als unkritisch zu betrachten. Die relative Luftfeuchtigkeit schwankt hierdurch nur bei 32,75 % um $\pm 0,5 \text{ %}$ ⁹⁸. Vergleichbar geringe Schwankungen sind auch bei Lithiumchlorid (um 11 % rel. F.) oder Natriumchlorid (um 75 % rel. F.) zu beobachten. Daher werden diese gesättigten Salzlösungen auch als Hygrostatenflüssigkeiten bezeichnet.

4.2.5 Bestimmung von Drehmomenten

4.2.5.1 Beschreibung der Messprinzipien

Um die Messgröße *Drehmoment* einer Quantifizierung zugänglich zu machen können zwei prinzipiell unterschiedliche Verfahren angewendet werden. Wird die bremsende Kraft, die auf ein rotierendes System wirkt, unmittelbar gemessen, so spricht man von einer direkten Methode. Auf der anderen Seite ist es aber auch möglich, diese bremsende Kraft indirekt über das sogenannte Reaktionsmoment zu messen. Dieser Vorgang soll am folgenden Beispiel verdeutlicht werden: Wird einer motorgetriebenen, nach rechts rotierenden Welle ein Widerstand entgegengesetzt, so erzeugt dieser nach dem Prinzip „actio gegengleich reactio“ ein betragsgleiches, linksgerichtetes Drehmoment im Motor.

4.2.5.2 Signalerfassung

Zur Messung jeglicher Arten von Kräften werden am häufigsten Dehnmessstreifen (DMS) verwendet. Es handelt sich hierbei um Folienwiderstände, die unter einer mechanischen Zugbeanspruchung ihren Widerstand proportional zur Dehnung ändern. Sie werden in der Regel auf das Bauteil, welches die zu messende Kraft übertragen muss, aufgeklebt. Da sie in großen Stückzahlen gefertigt werden, leicht anzubringen sind und eine einfache elektronische Beschaltung erfordern, sind solche Systeme relativ preiswert.

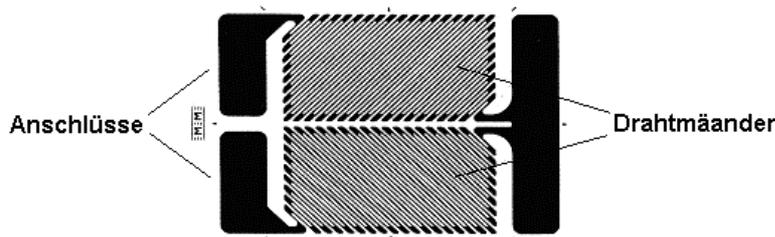


Abb. 4.14 Beispiel für einen Folien-Dehnmessstreifen zur Drehmomentmessung

Abb. 4.14 zeigt den Aufbau eines solchen Messaufnehmers⁹⁹. Die Vielzahl der Windungen vergrößert die Gesamtdehnung des Drahtes, so dass selbst bei einer geringen Dehnung des Bauteiles eine relativ große Widerstandsänderung erfolgt. Diese Widerstandsänderung wird messtechnisch durch eine Wheatstone'sche Brückenschaltung ermittelt¹⁰⁰.

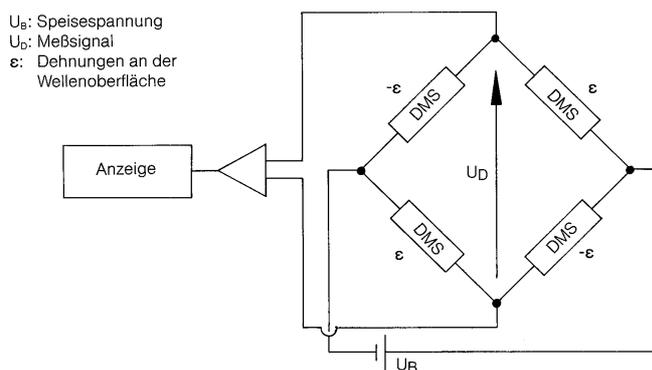


Abb. 4.15 Wheatstone'sche Brückenschaltung (Vollbrücke)

Abb. 4.15 zeigt den Aufbau einer Vollbrückenschaltung mit vier DMS. Weiterhin sind noch die ungenaueren sogenannten Halbbrücken (2 DMS) und Viertelbrücken (1 DMS) gebräuchlich, bei denen es sich auch immer um eine Vollbrückenschaltung handelt, weil die „fehlenden“ Widerstände im Messgerät integriert sind. Werden Voll- oder Halbbrücken verwendet, so ist eine Kompensation der Materialdehnung infolge einer Erwärmung möglich. Im Ruhezustand haben alle vier DMS den

gleichen elektrischen Widerstand, wodurch die Spannung U_D Null ist. Wird das Bauteil nun belastet und sind DMS entsprechend Abb. 4.15 angeordnet, so werden je zwei DMS gedehnt ($+\epsilon$) und zwei gestaucht ($-\epsilon$). Hierdurch vergrößert bzw. verkleinert sich der Widerstand der DMS. Damit wird eine Spannung U_D hervorgerufen, die als Messgröße dient^{101, 102}. DMS besitzen generell einige Nachteile (z.B. Temperatureinflüsse durch Materialdehnung, Problematik des Klebers), die beachtet werden müssen. Eine gute Übersicht findet sich bei Hoffmann^{101, 102}.

Ein weiteres gebräuchliches Messprinzip ist der Differentialtransformator.

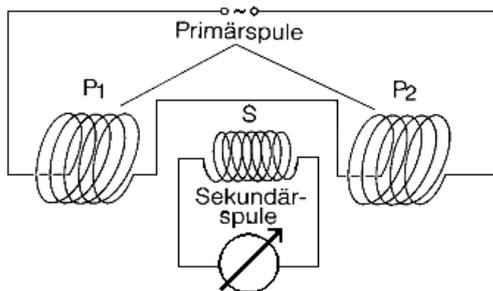


Abb. 4.16 Schematischer Aufbau eines Differentialtransformators

Wie Abb. 4.16 zeigt besteht dieser Sensor aus zwei Spulen, die zueinander verschiebbar sind. Die Primärspule besteht aus gegensinnig gewickelten, gleich großen Spulenteilen P_1 und P_2 . Als Sekundärspule wird eine einfach gewickelte Spule S verwendet, die in der Mitte der Primärspule angeordnet ist. Speist man die Primärspule mit einer sinusförmigen Wechselspannung, so werden in beiden Enden der Primärspule magnetische Flüsse erzeugt. Diese sind vom Betrag her gleich groß, aber gegensinnig zueinander. Im Ruhezustand heben sich die beiden magnetischen Flüsse auf, sodass in der Sekundärspule keine Spannung induziert wird. Verschiebt man jedoch die Sekundärspule innerhalb der Primärspule z.B. in Richtung P_1 , so überwiegt der Fluss der Spule P_1 . Dadurch wird in der Sekundärspule eine Wechselspannung induziert, deren Amplitude proportional zum Verschiebungsweg ist. Durch die gegensinnige Wicklung von P_1 und P_2 ist die Phasenlage der induzierten Spannung von der Verschiebungsrichtung abhängig, die somit ebenfalls bestimmt werden kann ().

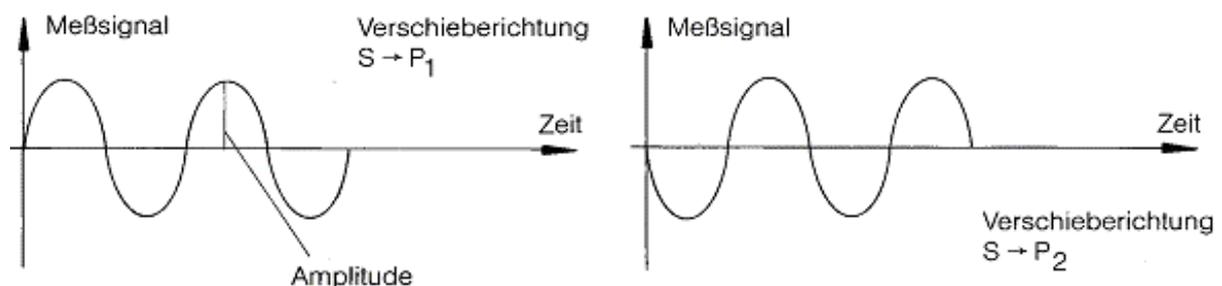


Abb. 4.17 Phasenverschiebung der Abhängigkeit von der Verschiebungsrichtung

Dieses Messprinzip wird weniger durch äußere Faktoren wie z.B. Temperatureinflüssen und Biegemomenten beeinflusst. Somit ist es der DMS-Technik überlegen.

4.2.5.3 Statische Messsysteme

Statische Drehmomentsensoren (Reaktionsmomentenaufnehmer) bestehen in der Regel aus einer Voll- oder Hohlwelle, die beidseitig mit Flanschen versehen ist. An einer verjüngten Stelle der Welle, die auch als Torsionsstrecke bezeichnet wird, sind entsprechende Messaufnehmer angebracht (s. 4.2.5.2). Mit diesem System können allerdings keine schnell wechselnden Momente erfasst werden, da die Masse des Motors träge reagiert und damit das Signal dämpft. Weitere Grundvoraussetzung für brauchbare Messungen ist eine Minimierung der Reibung des gelagerten Motors. Dies wird vor allem durch extrem steife Messaufnehmer gewährleistet, die nur geringe Verdrillwinkel zulassen. Weiterhin ist bei der Anwendung zu berücksichtigen, dass die Anschlusskabel des Motors Kräfte auf den Messflansch übertragen können.

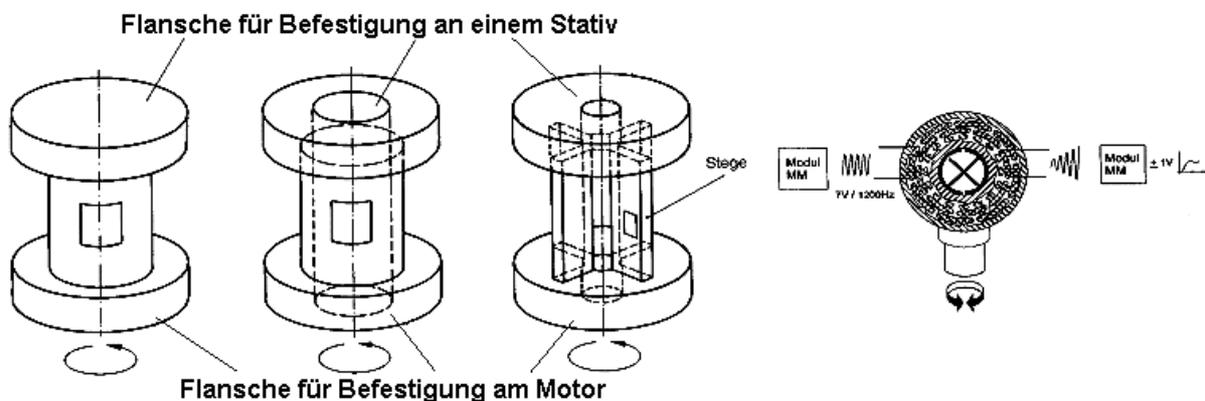


Abb. 4.18 Reaktionsmoment-Messaufnehmer

Unterschiedliche Ausführungen von statischen Messaufnehmern sind in Abb. 4.18 dargestellt. Hierbei zeigen die ersten drei Abbildungen Aufnehmer mit DMS-Technik für immer kleiner werdende Messmomente. Die vierte Abbildung zeigt einen Aufnehmer mit Differentialtransformator. Durch seine spezielle Konstruktion ist er für extrem kleine Momente (10 μNm Maximalmoment) geeignet¹⁰³.

4.2.5.4 Rotierende Messsysteme

Sie bestehen aus einer drehend gelagerten Welle, deren relative Verdrehung zwischen Antrieb und Messseite (Abtrieb) erfasst wird. Auch hier kommen die in 4.2.5.2 erwähnten Prinzipien zur Anwendung.

Material und Methoden

DMS-Aufnehmer, deren Signalübertragung über Schleifringe erfolgt, sind die preisgünstigsten Ausführungen. Der prinzipielle Aufbau ist in Abb. 4.19 gezeigt.

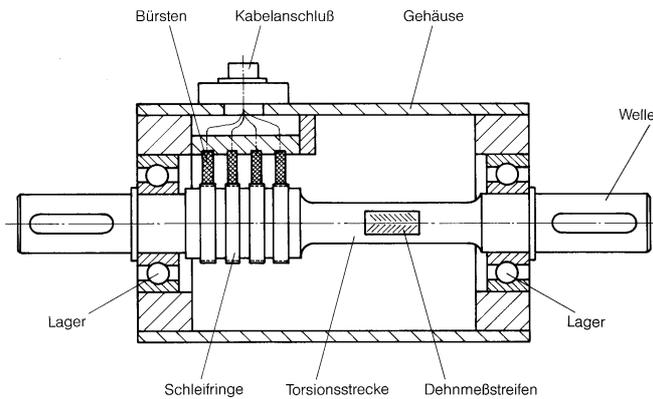


Abb. 4.19 Drehmomentmesswelle mit Schleifringübertragung

Ähnlich wie bei den statischen Aufnehmern sind die DMS in Vollbrückenschaltung an der Torsionsstrecke angebracht. Die Speisespannung und das Messsignal werden über antriebsseitige Schleifringe übertragen, um keinen Einfluss auf die Messung zu nehmen. Durch die Schleifringe entsteht jedoch mit der Zeit eine gewisse Abnutzung, was zu einem erhöhten Signalrauschen führt.

Bei allen Drehmomentmesswellen erzeugt die Reibung im abtriebsseitigen Lager eine Verfälschung der Messung. Daher wird bei kleinen Messbereichen ein mitrotierendes Lager eingesetzt. Dadurch tragen nur noch die Reibkräfte durch die Relativverdrillung zu einer Verfälschung bei.

Will man die Problematik der Schleifringe ausschalten, so muss man auf frequenzmodulierte Übertragung (FM) zurückgreifen. Abb. 4.20 zeigt den Aufbau eines solchen Sensors.

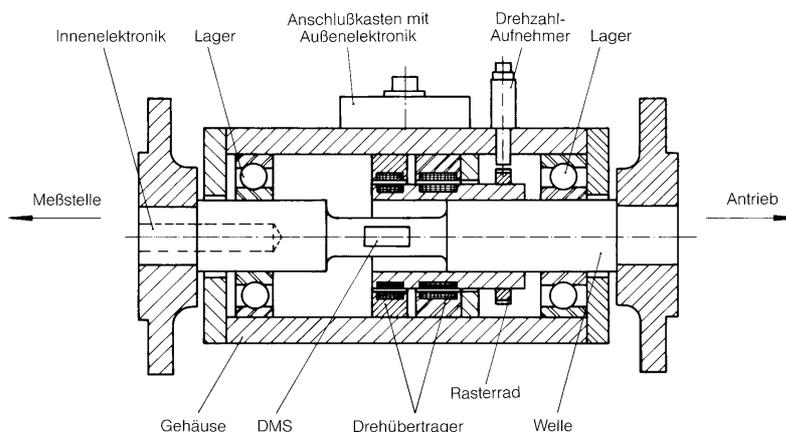


Abb. 4.20 Drehmomentmesswelle mit frequenzmodulierter Signalübertragung

Material und Methoden

Der grundsätzliche Aufbau entspricht der Messwelle mit Schleifringübertragung, jedoch wird hier durch Spulen sowohl die Speisespannung für die Brückenschaltung als auch das Messsignal übertragen.

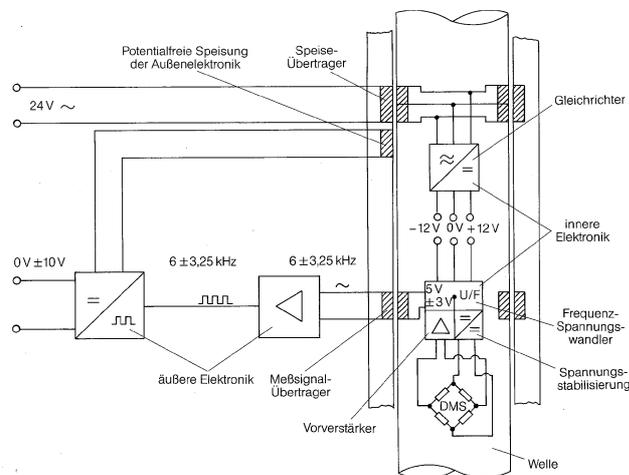


Abb. 4.21 Frequenzmodulierte Signalübertragung

Die genaue Funktionsweise ist Abb. 4.21 zu entnehmen. Die Speisung erfolgt in der Regel mit einer einfachen Wechselspannung (24 V, 50 Hz). Diese induziert in der Spule der Messwelle eine Wechselspannung, die gleichgerichtet und stabilisiert wird. Sie dient als Versorgungsspannung der Elektronik und der Brücke auf der Welle. Das Messsignal der DMS wird zunächst vorverstärkt und dann über einen Spannungswandler in eine frequenzproportionale Wechselspannung umgeformt. Mit dieser wird nun eine Spule auf dem Rotor gespeist, die eine entsprechende Wechselspannung auf die Spule des Gehäuses überträgt. In einer äußeren Elektronik wird dieses Spannungssignal wieder in ein analoges Gleichspannungssignal umgewandelt. Nachteilig an der Verwendung von DMS bei Messwellen ist eine erhöhte Empfindlichkeit gegenüber Biegemomenten, die auf die Welle einwirken können. Da die Messung hierdurch massiv beeinflusst werden kann, müssen sie unbedingt ausgeschlossen werden. Dies macht eine Verwendung spezieller Kupplungen unumgänglich. Die Messwelle in Abb. 4.20 besitzt zusätzlich ein Rasterrad mit Hell-/Dunkel-Flächen auf der Welle. Mit einem optischen Sensor kann so die Erfassung der Drehzahl realisiert werden. Derartige Systeme können aber auch in alle anderen Arten von Messwellen eingebaut werden.

Durch die Verwendung von Differentialtransformatoren (Abb. 4.16) bei der Konstruktion einer Messwelle können die Nachteile der DMS-Technik reduziert werden. Beim Aufbau sind viele Parallelen zu der Messwelle mit FM-DMS zu erkennen. Prinzipiell sind hier lediglich die DMS-Aufnehmer durch Differentialtransformatoren ersetzt. Zusätzlich macht dieser Aufbau eine andere

Material und Methoden

Beschaltung der Sensoren und eine veränderte Auswertelektronik notwendig. Auch hier wird diese Elektronik durch ein Spulensystem mit Spannung versorgt. Ebenso wird durch ein weiteres Spulenpaar das Messsignal nach „außen“ weitergeleitet. Abb. 4.22 zeigt den Aufbau einer solchen Messwelle.

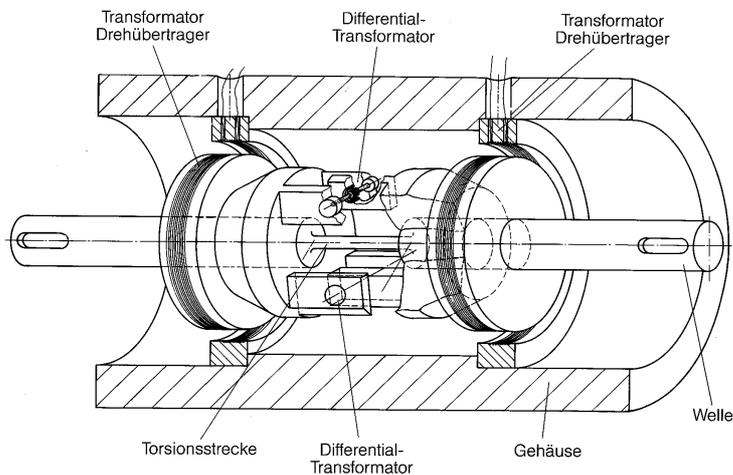


Abb. 4.22 Drehmomentmesswelle mit Differentialtransformatoren-Technik

4.2.6 Bestimmung von Gewichtskräften

Zur Bestimmung von Gewichtskräften (Massen) kommen heutzutage fast ausschließlich DMS zur Anwendung. Sie werden je nach Anwendungsfall auf unterschiedlichste Formen von Federkörpern aufgebracht¹⁰⁴. Sehr häufig werden dabei Biegebalken verwendet. Sie sind vom Aufbau her recht einfach gehalten und können somit relativ preiswert angeboten werden. Eine Verbesserung stellt die sogenannte Doppel-Biegebalken-Messzelle dar. Wegen der parallelogrammähnlichen Verschiebung treten fast nur Dehnungsbeanspruchungen auf (Abb. 4.23).

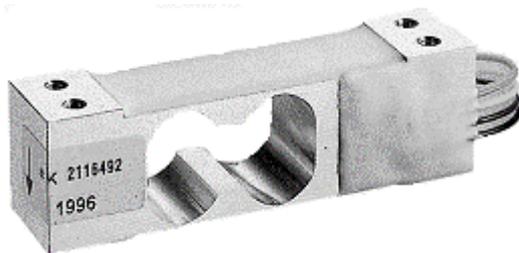


Abb. 4.23 Beispiel für eine DMS-Wägezelle in Doppel-Biegebalken Ausführung

Der Nachteil dieser Ausführung besteht in der Abhängigkeit des Signals von Biegemoment und Lasteinleitungspunkt. An einem einseitig eingespannten Balken treten neben dem Biegemoment auch Scherkräfte auf, die ebenfalls Dehnungen des DMS verursachen. Die Scherdehnungen sind im Gegensatz zu den Biegedehnungen vom Lasteinleitungspunkt bis zur Einspannstelle konstant. Daher benutzen

Material und Methoden

anspruchsvollere und genauere Systeme die Scherdehnung zur Bestimmung der Gewichtskräfte. Diese Systeme sind jedoch sehr viel aufwendiger herzustellen und somit erheblich teurer.

Eine weitere Möglichkeit zur Bestimmung von Gewichtskräften besteht in der Ausnutzung des piezoelektrischen Effektes von speziellen Kristallen. Wirken Kräfte auf diese Kristalle, so werden die Atome im Kristallgitter zueinander verschoben. Hierdurch ändert sich auch die Ladungsverteilung und somit wird eine Spannung induziert, die proportional zur einwirkenden Kraft ist. Dieses aktive Signal kann von einer Elektronik ausgewertet werden. Da immer die gesamte Kraft oder ein definierter Anteil davon auf den Piezo-Kristall übertragen werden muss, ist eine aufwendige Konstruktion notwendig.

Ein neues Prinzip zur Bestimmung von Massen ist die Schwingsaitentechnologie. Der Sensor besteht aus einer fest eingespannten metallischen Saite, die sich in einem Magnetfeld von Permanentmagneten befindet. Mit Hilfe eines Wechselstromes, der durch die Saite fließt, wird diese in eine Schwingung versetzt. Hierdurch wird in der Saite ein schwaches elektrisches Signal erzeugt, welches von einer Elektronik ausgewertet werden kann. Wirkt auf diese Saite nun eine Kraft, so ändert sich proportional dazu ihr Schwingungsverhalten. Durch eine spezielle mechanische Konstruktion kann so eine Waage aufgebaut werden¹⁰⁵. Der Vorteil dieser Technik liegt in einem sehr schnellen Ansprechverhalten der Waage.

4.2.7 Antriebsmöglichkeiten

Im modifizierten Auslauftrichter erfolgt die Zerstörung der Schüttgutbrücken durch einen rotierenden Rührer. Da bei der Messung auf einen konstanten, aber dennoch gut regelbaren Energieeintrag in das System zu achten ist, stellt dieses Messgerät eine hohe Anforderung an den Gleichlauf und die Steuerung des antreibenden Motors.

Herkömmliche Elektromotoren sind daher zum Antrieb nicht geeignet. Unter Einwirken einer Last geht ihre Drehzahl in der Regel zurück. Außerdem benötigen sie eine gewisse Drehzahl, um überhaupt ein nutzbares Drehmoment aufbauen zu können, worunter der einstellbare Drehzahlbereich erheblich leidet. Daher kommen prinzipiell nur zwei Alternativen in Frage.

Hier wäre als erstes der Schrittmotor zu nennen¹⁰⁶. Dieser Motor besitzt einen Rotor aus einem Permanentmagneten und einem Stator mit mehreren Spulen.

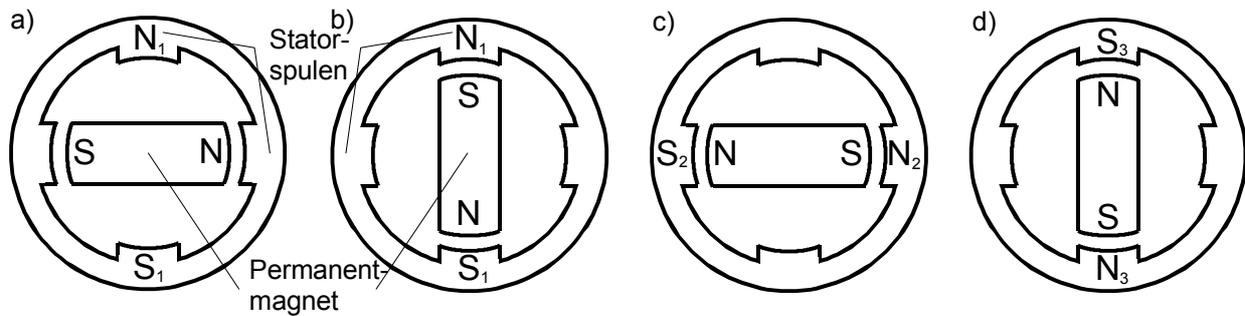


Abb. 4.24 Verschiedene Zustände im Schrittmotor (Aufsicht in Wellenrichtung)

Werden zwei gegenüberliegende Spulen nun von Gleichstrom durchflossen, so orientiert sich der Magnet innerhalb des sich aufbauenden Feldes (Abb. 4.24; a, b). Wird dieses Spulenpaar abgeschaltet und statt dessen das andere Spulenpaar mit Strom gespeist, so dreht sich der Rotor um einen bestimmten Winkel weiter (Abb. 4.24; c, d). Wird dieses Prinzip weiter fortgesetzt, so wird der Rotor in eine schrittartige Rotation versetzt. Mit Hilfe elektronischer Schaltungen, welche die Polarität der Spulen mit einer variablen Frequenz umkehren, können somit definierte Umdrehungszahlen eingestellt werden. Durch Steigerung der Anzahl der Spulen und der Polpaare auf dem Rotor lassen sich viel mehr Schritte pro Umdrehung realisieren als die vier, die in Abb. 4.24 gezeigt werden. Aufgrund des definierten Drehwinkels pro Umpolung (häufig $1,8^\circ$, entsprechend 200 Schritte / Umdrehung), lassen sich mit Schrittmotoren auch Positionierungsaufgaben realisieren, die kein Rückführsystem für die Position des Rotors benötigen. Wegen dieser beschriebenen diskontinuierlichen Rotation ergeben sich Vibrationen in Abhängigkeit von der Umdrehungsgeschwindigkeit. Diese würden sich auf das Pulver übertragen und zu seiner Verdichtung führen. Somit wären Ergebnisse, die bei verschiedenen Rotationsgeschwindigkeiten durchgeführt werden, nicht vergleichbar. Somit ist auch dieses System für den Auslauftrichter ungeeignet.

Die andere Alternative besteht in einem Servomotor. Diese Motoren werden durch Drehstrom-Motoren in synchroner oder asynchroner Betriebsweise realisiert¹⁰⁷. Ihr prinzipieller Aufbau ähnelt dem der Schrittmotoren. Statt einer diskontinuierlichen Spannungsversorgung mit Gleichstrom wird hier Wechselstrom auf die Spulen gegeben. Durch Variation der Wechselfrequenz, Phasenlage und Amplitude können somit die Umdrehungsgeschwindigkeit und das Drehmoment eingestellt werden. Diese Aufgabe wird von Servo-Umrichtern mit integrierter Steuerelektronik übernommen. Derartige Motoren zeichnen sich durch einen hervorragenden Gleichlauf auf, selbst bei sehr langsamen Rotationsgeschwindigkeiten. Um die Drehzahl noch konstanter zu halten, werden in der Regel Rückführsysteme wie Inkrementalgeber, Resolver und Sinus-Kosinus-Geber eingesetzt¹⁰⁷. Weiterhin

Material und Methoden

besitzen Servomotoren ein sehr großes Drehmoment, welches auch mit einer hohen Dynamik einsetzt. Um definierte Positionen des Rotors zu halten, werden zusätzlich noch Haltebremsen eingebaut. Damit ist es möglich, die Anlaufzeit extrem zu verkürzen. Diese Eigenschaften machen einen Servomotor zur besten Lösung für die gestellten Anforderungen des Auslauftrichters.

4.2.8 Modifizierter Auslauftrichter

Um den Schüttwinkel von Pulvern und Granulaten zu bestimmen entwickelte Pfrengle ein Messgerät. Dieses reproduzierbare Verfahren ist heute in der DIN-ISO 4324 beschrieben⁴.

Die Proben fließen dabei aus einem Trichter mit definierten Maßen aus. Aus der Höhe des sich ergebenden Schüttgutkegels kann der Böschungswinkel errechnet werden. Beim Einfüllen kohäsiver Pulver in den Trichter kommt es zur Brückenbildung, die ein Ausfließen verhindert (vgl. 2.4.1). Daher ist in den Trichter ein Rührwerkzeug eingebaut, welches die Brücken zerstört und damit ein Ausfließen ermöglicht. Dieses Messprinzip ist sehr einfach, bietet aber interessante Ansatzpunkte zur Gewinnung weiterer stoffspezifischer Daten. Zum einen könnte zusätzlich die Kraft zur Zerstörung der Brücken über das am Rührer angreifende Drehmoment bestimmt werden.

$$\text{Gl. 4.2 } M = F \cdot l$$

M	Drehmoment [Nm]
F	Kraft [N]
l	Länge des Hebelarms [m]

Zum anderen wäre eine Information über den Massefluss pro Zeiteinheit sinnvoll. Weiterhin könnten dann die Einflüsse der Modifikation des Rührwerkzeuges und der Rührerdrehzahl erfasst werden. Die Bestimmung all dieser Parameter würde ein viel vollständigeres Bild von den Fließeigenschaften der untersuchten Schüttgüter geben.

Diese Punkte wurden von Weigand aufgenommen und im Aufbau eines modifizierten Auslauftrichters realisiert⁵.

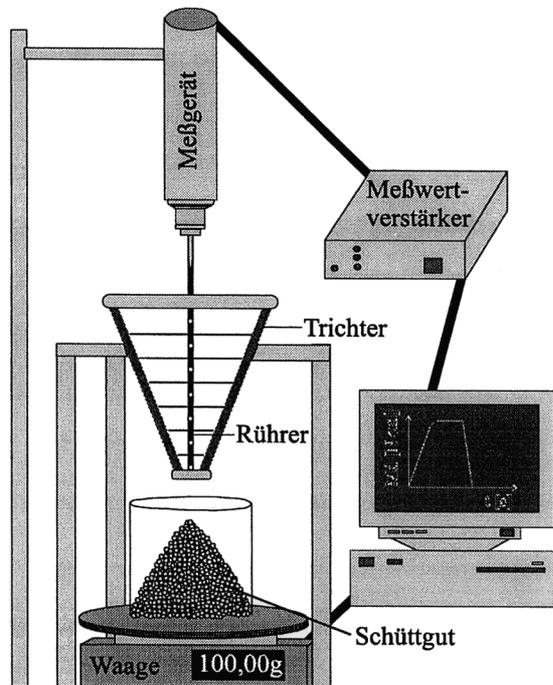


Abb. 4.25 Modifizierter Auslauftrichter nach Weigand (aus⁵)

Wie Abb. 4.25 zeigt, besteht dieses Gerät aus einem verschließbaren konischen Trichter, der fest in einem Stativ verankert ist (Material: innen poliertes Aluminium; Konuswinkel $\Phi = 20^\circ$; Auslaufdurchmesser: 10 mm; Höhe 112 mm). Das bei vielen Geräten angesetzte Rohr wurde bewusst weggelassen. Da die Brückenbildung in engen Röhren sehr viel stärker ist als in Trichtern, würde so das Ausflussverhalten aus einem Rohr untersucht werden.

Als Messgerät für das Drehmoment wurde ein computergestütztes Rotationsviskosimeter benutzt (M10; Minimales Drehmoment: 0,098 Ncm; Maximales Drehmoment 9,8 Ncm; Genauigkeit: $\pm 0,5\%$ vom Maximum; Drehzahl: 0,1 – 1000 U/min; Genauigkeit: $\pm 0,5\%$; Messverstärker RV30; Software: RV30; kleinstes Messintervall: 0,25 s; Fa. Haake, Karlsruhe, Deutschland). Im Messkopf M10 sind Antriebseinheit und Messeinheit vereint. Diese werden von dem Messverstärker RV30 aus geregelt, welcher wiederum von der Software RV30 angesteuert wird an die er auch die Messergebnisse übergibt. An die Rotationsachse des Messkopfes werden verschiedene Rührer mittels Adapter angeschraubt. Abb. 4.26 zeigt eine Auswahl der von Weigand benutzten Rührerformen, wobei die Länge der horizontalen Elemente dem Trichterwinkel von 20° folgen. Daher sehen diese Rührwerkzeuge in der Seitenansicht aus wie stilisierte Tannenbäume. Sie unterscheiden sich vor allem in der Anzahl und dem Abstand der horizontalen Rührstäbe. Von oben betrachtet ist ersichtlich, dass die Rührstäbe nur in einer

Ebene verlaufen. Weigand führte aber auch Versuche mit gekreuzten Rührstäben durch.

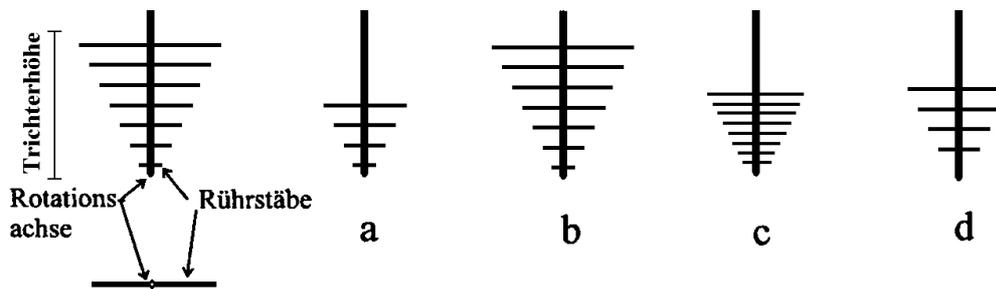


Abb. 4.26 Verschiedene Rührerformen (aus ⁵⁾)

Die Rührer wurden aus Aluminium gefertigt (vertikaler Stab: \varnothing 4 mm; horizontale Stäbe: \varnothing 2 mm). Damit sind diese Rührer im Bezug auf den Durchmesser der Auslauföffnung relativ dick dimensioniert. Eine Ausfluss-Beeinträchtigung kann daher nicht ausgeschlossen werden.

Um den Massestrom zu erfassen wurde das Auffanggefäß auf eine elektronische Waage gestellt (Mettler PM 4000; Max. 4100 g; Auflösung: 0,01 g; Programm: Balance Link, Version 2.01; kleinstes Messintervall: > 1 s; Mettler Toledo AG, Greifensee, Schweiz). Die Messwerterfassung erfolgte mit einem PC-AT unter einer Microsoft® Windows® 3.11 Umgebung. Durch diese Anordnung ist es zusätzlich möglich, den Einfluss einer beliebig konstanten Rührgeschwindigkeit auf den Massestrom zu bestimmen.

Um eine Messung vorzunehmen wird wie folgt verfahren: Zunächst wird die Auslauföffnung des Trichters verschlossen. Dann wird der Messkopf M10 mit dem Rührer auf den Trichter abgesenkt und zentriert. Das Schüttgut wird mit einem kleinen Löffel vorsichtig und gleichmäßig in den Trichter eingefüllt. Nun wird der Verschluss geöffnet und die Messung des Drehmomentes und der Masse an beiden PC's gleichzeitig gestartet. Für die Auswertung werden beide Datensätze in ein Tabellenkalkulationsprogramm (Microsoft® Excel® 2000) importiert.

Abb. 4.27 zeigt ein Beispiel der von Weigand⁵ erhaltenen Kurvenverläufe.

Material und Methoden

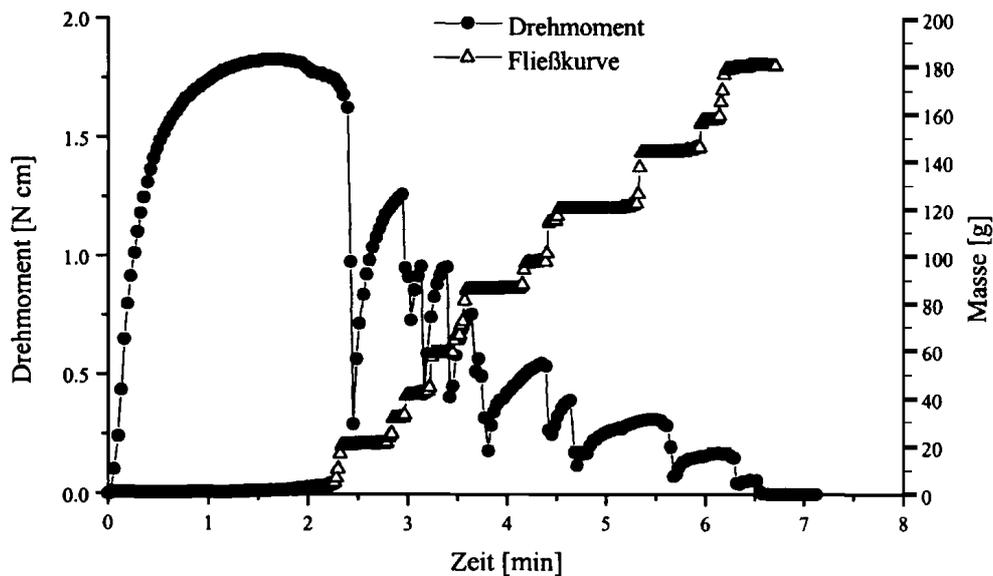


Abb. 4.27 Drehmoment- und Fließkurve einer Laktosefraktion (aus ⁵⁾)

Es ist zu erkennen, dass das Drehmoment am Anfang sehr stark ansteigt, ohne dass Pulver aus dem Trichter ausläuft. Erst beim Überschreiten eines Drehmoment-Maximums setzt der Massefluss lawinenartig ein. Dies wird durch das Zerstören der Schüttgutbrücke hervorgerufen. Gleichzeitig fällt das Drehmoment ebenfalls sehr stark ab. Da sich der Rührer sehr langsam dreht, bauen sich im nachfließenden Pulver erneut Brücken auf, die das Drehmoment wieder ansteigen lassen und den Massefluss blockieren. Dieser Ablauf setzt sich über den ganzen Entleerungsvorgang fort.

Auffällig ist der drastische Abfall der Drehmomente über die gesamte Messung hinweg. Die Brückenbildungskräfte sollten jedoch einen Materialparameter darstellen und folglich während der Messung konstant bleiben. Es ist daher naheliegend, dass die Kräfte zur Zerstörung der Brücken bei dieser Messmethode von einem anderen Effekt überlagert werden. Dieses zusätzliche Drehmoment wird von einem Durchmischen des Pulvers oberhalb der Brückenzone hervorgerufen. Durch das ausfließende Pulver werden die Rührstäbe nacheinander von oben nach unten freigelegt. Da speziell die oberen und langen Röhrelemente einen überproportionalen Anteil des Gesamtdrehmomentes ausmachen, ergibt sich der in Abb. 4.27 gezeigte Kurvenverlauf.

5 Ergebnisse

5.1 Untersuchung der Brückenbildung

Als Ausgangspunkt für diese Arbeit diente der im Rahmen einer vorangegangenen Dissertation entwickelte und in 4.2.8 beschriebene Auslauftrichter von Weigand. Mit ihm sollte speziell das Phänomen der Brückenbildung näher untersucht werden. Hierzu wurde wie folgt verfahren:

Um die Position der Brücken besser lokalisieren zu können musste die Materialstärke der Rührer reduziert werden. Weiterhin sollte die Behinderung des Ausfließens durch die Materialstärke des Rühreres so gering wie möglich gehalten werden, wobei die Werkzeuge sowohl durch das Rühren an sich als auch durch die Handhabung einer nicht unerheblichen mechanischen Belastung ausgesetzt sind. Daher musste für Aluminium als Fertigungsmaterial eine Alternative gefunden werden. Für die senkrechten Rührerachsen wurde auf Edelstahl (Materialnummer: 1.4305 ; \varnothing 2 mm), für die horizontalen Rührstäbe auf gehärteten rostfreien Federstahl (Fa. Dentaureum, Remanium®, SE 38657 ; \varnothing 0,7 mm) zurückgegriffen.

Für die Ermittlung der Brückenzone einer Substanz bei gegebener Trichter-geometrie wurde folgende Hypothese aufgestellt: *Variiert man die Anzahl und die Höhe der Röhrelemente im Trichter, am Auslauf beginnend, so müsste sich, wenn man nur innerhalb der Brückenzone rührt, der gesamte Trichtereinhalt nach und nach entleeren.*

Hierzu wurde der variable Rührersatz aus der Arbeit von Weigand⁵ verwendet. Er besteht ebenfalls aus den zuvor genannten Materialien. Die horizontalen Stäbe sind jedoch auf Ringen (Material: Messing; $\varnothing_a = 4$ mm; $\varnothing_i = 2$ mm) befestigt (zwei gleich lange Federstahlstäbe werden von beiden Seiten in eine radiale Durchgangsbohrung des Messingringes geklebt). Dadurch kann man sie auf den vertikalen Drehstab aufstecken und in beliebigen Abständen und Höhen montieren. Dieser Rührersatz umfasst horizontale Röhrelemente von 10 mm bis 83,5 mm (in Stufen von 1,5 mm) Gesamtlänge.

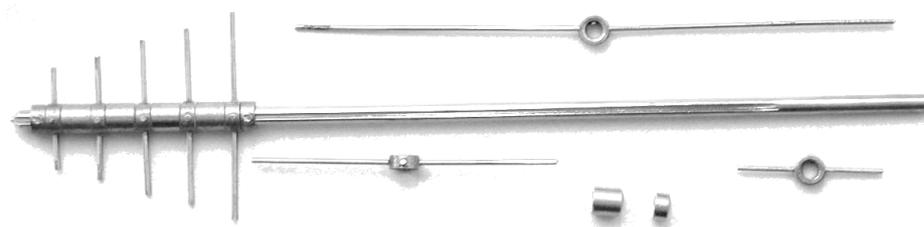


Abb. 5.1 Beispiel für Teile des variablen Rührersatzes

Ergebnisse

Als Modellsubstanz für die Bestimmung der Brückenhöhe wurde die gesichtete Laktosefraktion SS 5 verwendet. Da die Partikelverteilung dieser Substanz einer engen Gaußverteilung unterliegt, musste keine Entmischung oder Veränderung der Probe befürchtet werden. Daher wurde dieselbe Probe (60 g) immer wieder benutzt. Die Rotationsgeschwindigkeit für alle Versuche in diesem Kapitel (soweit nicht anders angegeben) betrug 1 U/min.

Der Hypothese folgend wurden die Versuche mit dem kleinsten Element (10 mm) in einer Höhe von 2 mm oberhalb der Auslauföffnung begonnen. Hierdurch ergibt sich eine Spaltbreite zwischen Ende des Elementes und Trichterwand von 0,73 mm. Dann wurden weitere Elemente hinzugefügt und wieder entfernt. Dabei wurde die Länge der Rührstäbe in Abhängigkeit von ihrer relativen Höhe im Trichter immer so gewählt, dass sie unter Beachtung der oben genannten Spaltbreite möglichst gut dem Konuswinkel $\Phi = 20^\circ$ folgten. In Tab. 5.1 sind die Ergebnisse dieser Untersuchung dargestellt.

Anzahl der Elemente	Oberstes Element oberhalb der Auslauföffnung [mm]	Abstand zwischen den Elementen [mm]	Mittlere entleerte Masse (max. 50 g) [g]
1	2	-	0,02 ($\pm 3,5\%$)
2	8	6	0,4 ($\pm 4,1\%$)
3	14	6	1,4 ($\pm 3,8\%$)
4	20	6	2,9 ($\pm 6,2\%$)
5	26	6	total
6	32	6	total

Tab. 5.1 Ermittlung der Brückenzone

Wie die Ergebnisse zeigen, steigt die entleerte Masse mit zunehmender Anzahl der Röhrelemente an. Bereits nach fünf Elementen tritt eine vollständige, aber pulsierende Entleerung des Trichters ein (Abb. 5.2).

Ergebnisse

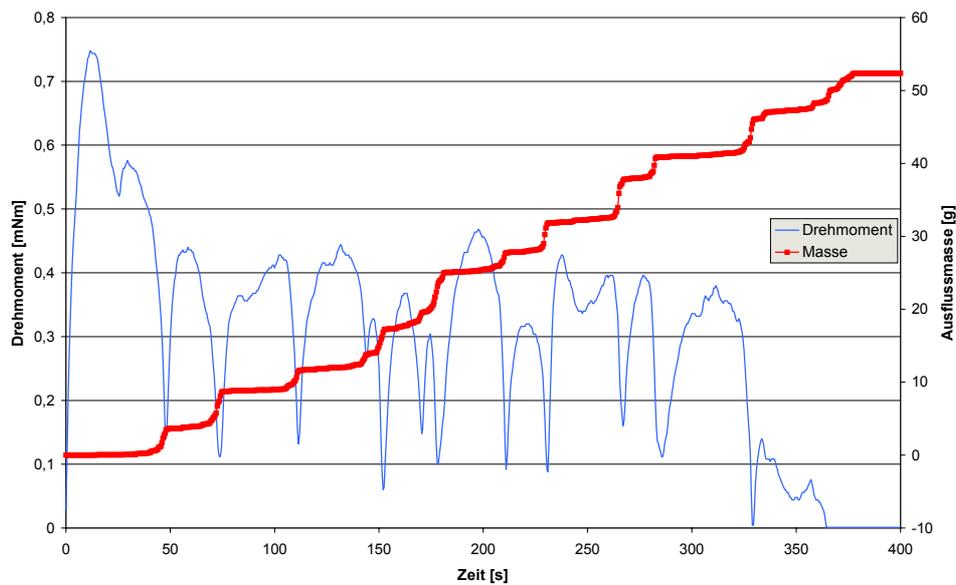


Abb. 5.2 Drehmoment-Masseverlauf Laktose SS 5; 5 Elemente; 1,0 U/min

Um den genauen Bereich der Brückenbildung auch nach unten abgrenzen zu können wurden in einem weiteren Versuch die untersten Elemente des Rührers wieder entfernt. Es zeigte sich jedoch, dass es bereits beim Entfernen des kürzesten Rührelements zu keiner Entleerung des Trichters mehr kam. Daraus wurde gefolgert, dass die Brückenzone bereits kurz oberhalb der Auslauföffnung beginnt.

Nachdem der Trichter die Geometrie eines Kegelstumpfes besitzt lässt sich durch Umrechnung der ausfließenden Masse des Pulvers die Höhe bestimmen, bis zu der Schüttgut aus dem Trichter ausgetragen wird. Dies ist jedoch nur unter der Annahme möglich, dass sich ein Schüttgutelement, das ebenfalls die Form eines Kegelstumpfes besitzt, aus dem Trichter löst.

Hierzu muss zunächst die Schüttdichte des Pulvers bestimmt werden. Diese wird mit Hilfe eines 100 ml Messzylinders und einer elektronischen Waage (Mettler PM 4000; Max. 4100 g; d: 0,01 g, Mettler Toledo AG, Greifensee, Schweiz) ermittelt. Eine Mehrfachbestimmung ergab für die Fraktion SS 5 eine Schüttdichte von $\rho = 0,544 \text{ g / cm}^3 (\pm 2 \%)$. Mit diesem Wert lässt sich aus der Masse des ausfließenden Pulvers das Volumenäquivalent bestimmen. Die Höhe, bis zu der sich das Pulver aus dem Trichter entleert, berechnet sich nach Gl. 5.1 (s. Anhang 8.1).

$$Gl. 5.1 \quad h_s = \sqrt[3]{\frac{3}{\pi \cdot (\tan \Theta)^2} \cdot V_s + \frac{1}{(\tan \Theta)^3} \cdot r^3} - \frac{r}{\tan \Theta}$$

Mit den Daten aus Tab. 5.1 lassen sich nun die zugehörigen Auslaufhöhen abschätzen.

Ergebnisse

Anzahl der Elemente	Oberstes Element oberhalb der Auslauföffnung [mm]	Mittlere entleerte Masse (max. 60 g) [g]	Mit Gl. 5.1 errechnete Auslaufhöhe [mm]
1	2	0,12 (± 3,5 %)	2,37
2	8	0,64 (± 4,1 %)	8,55
3	14	1,47 (± 3,8 %)	14,31
4	20	2,95 (± 6,2 %)	20,93

Tab. 5.2 Mittlere errechnete Auslaufhöhen der Laktose-Fraktion SS 5

In Tab. 5.2 ist eine direkte Korrelation zwischen der Höhe des obersten Röhrelements und der errechneten Auslaufhöhe erkennbar. Die errechneten Werte liegen hierbei allerdings etwas höher. Dies lässt sich einerseits mit einer höheren Schüttdichte des Pulvers in der Brückenzone erklären. Andererseits könnte auch die Unterkante des verbleibenden Schüttgutes nicht glatt, sondern konkav nach innen gewölbt sein, wodurch mehr Pulver ausgetragen wird.

Die Brücken, die den Auslauf blockieren, befinden sich also etwa im *unteren Viertel des Trichters* (Trichterhöhe: 112 mm). Ein Hinzufügen weiterer Elemente ist daher nicht notwendig. Das beobachtete Pulsieren liegt in der geringen Rotationsgeschwindigkeit begründet, da die Kohäsionskräfte der Probe einen schnelleren Brückenaufbau ermöglichen, als diese durch den Rührer wieder zerstört werden. Wie schon in Abb. 4.27 gezeigt tritt auch hier wieder das lawinenartige Fließen des Pulvers nach Überschreitung eines Drehmomentmaximums auf. Es zeigt sich jedoch, dass bei Verwendung eines Rührers mit nur 5 Elementen die Drehmomentmaxima über die Zeit hinweg in etwa konstant bleiben. Eine Erhöhung des ersten Drehmoment-Peaks kommt bei den Untersuchungen recht häufig vor. Dies liegt wohl an einer minimalen Verdichtung des Schüttgutes durch den Einfüllvorgang, bei dem unvermeidliche Erschütterungen auftreten. Diese konnten aber durch ein noch vorsichtigeres Einfüllen verringert werden.

Ergebnisse

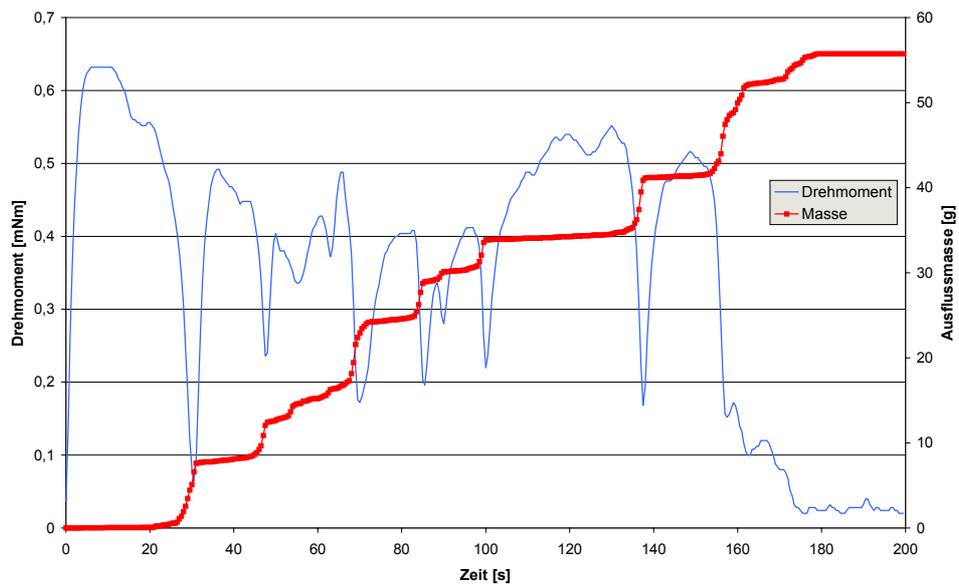


Abb. 5.3 Drehmoment-Masseverlauf Laktose SS 5; 5 Elemente; 2,0 U/min

In Abb. 5.3 zeigt sich die positive Auswirkung dieser Maßnahme. Dieser Versuch wurde mit der doppelten Rotationsgeschwindigkeit (2 U/min) durchgeführt, was in etwa zu einer Halbierung der benötigten Auslaufzeit führte.

Diese Versuchsart wurde mit weiteren Rotationsgeschwindigkeiten wiederholt. Das Ergebnis zeigt Abb. 5.4.

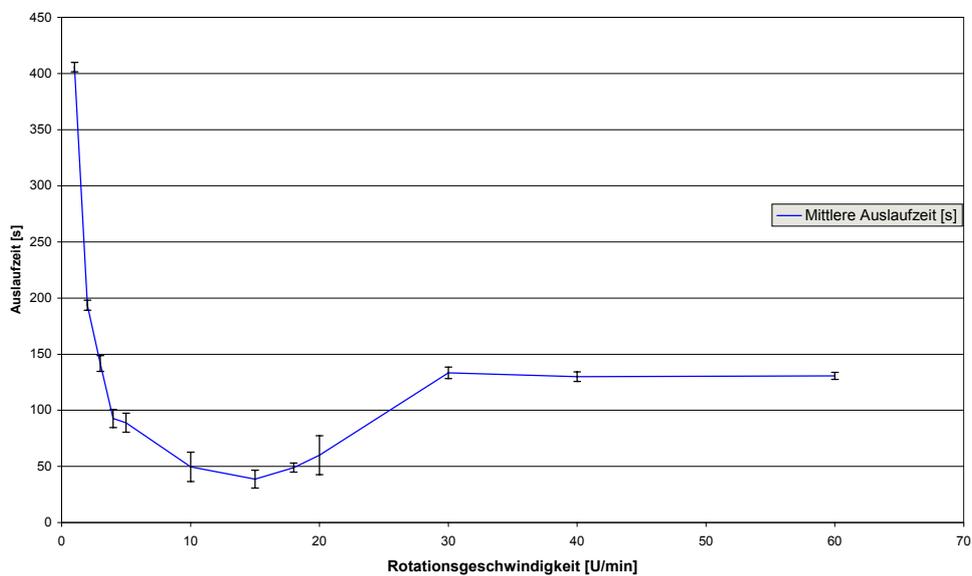


Abb. 5.4 Einfluss der Rotationsgeschwindigkeit auf die Ausflusszeit von 52 g Lactose SS 5 (Fehlerbalken: \pm Standardabweichung)

In Abb. 5.4 ist eine deutliche Abnahme der Ausflusszeit (Zunahme der Auslaufgeschwindigkeit) bis etwa 10 U/min zu erkennen. Zwischen 10 U/min und 20 U/min bleibt die Ausflusszeit nahezu unverändert. Eine weitere Erhöhung der

Ergebnisse

Rotationsgeschwindigkeit bringt eine erhebliche Verschlechterung des Ausflussverhaltens mit sich. Ab etwa 30 U/min bleibt die Auslaufzeit praktisch konstant. Die entsprechenden Diagramme (Abb. 5.5 und Abb. 5.6) verdeutlichen die Veränderung des Ausflussverhaltens. Vergleichbare Untersuchungen mit dieser Laktose-Fraktion wurden bereits von Weigand⁵ durchgeführt. Dort ist jedoch eine Verschlechterung des Ausflussverhaltens bereits ab einer Umdrehungsgeschwindigkeit von 1 U/min beschrieben. Nachdem die Messanordnung ansonsten gleich geblieben ist, sind die hier beschriebenen Ergebnisse auf die Veränderung des Rührers zurückzuführen.

In Abb. 5.5 herrscht noch ein deutlich pulsierendes Ausfließen verbunden mit starken Drehmomentschwankungen vor, was bei Abb. 5.6 in ein fast lineares Ausfließen übergeht. Dieser Übergang lässt sich mit der Überschreitung der maximalen Brückenbildungs-Geschwindigkeit erklären. Der Effekt beruht offenbar auf einer gewissen Bewegungsträgheit des Pulvers, für das ein schnell rotierender Rührer eine Art dreidimensionales Sieb darstellt, welches die einzelnen Partikel passieren müssen. Den Beobachtungen zufolge könnte man mit dieser Anordnung auch eine Dosiereinrichtung für Pulver entwickeln, da zwischen der Ausflussmasse und der Zeit offenbar ein linearer Zusammenhang besteht.

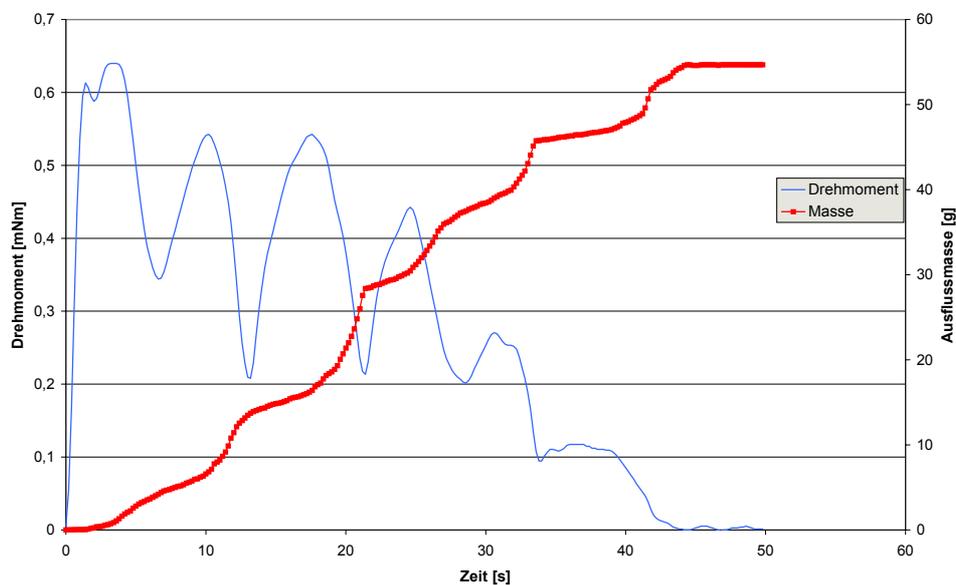


Abb. 5.5 Drehmoment-Masseverlauf Laktose SS 5; 5 Elemente; 20 U/min

Ergebnisse

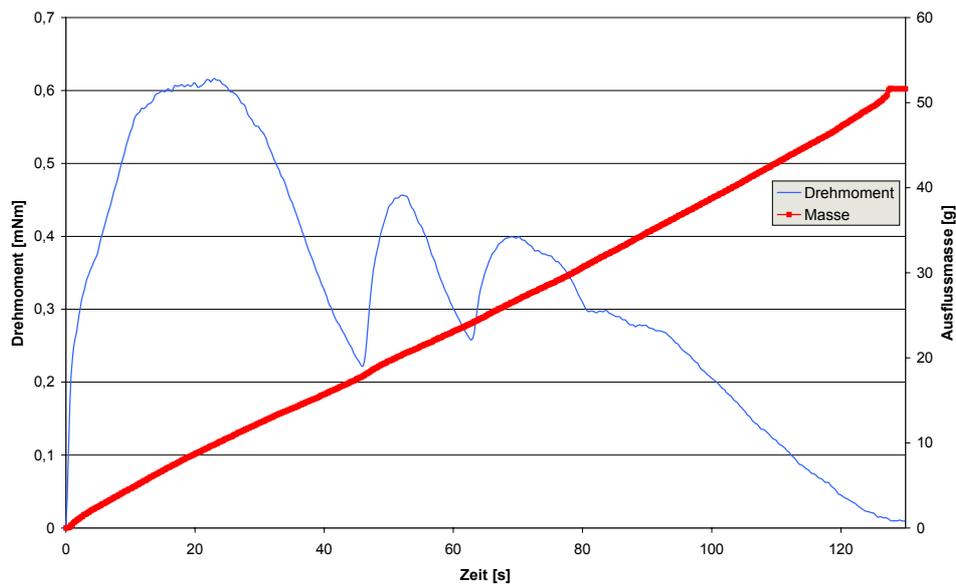


Abb. 5.6 Drehmoment-Masseverlauf Laktose SS 5; 5 Elemente; 60 U/min

5.2 Geräte Um – und Neubau

5.2.1 Ist-Zustand

Während der in Kap. 5.1 durchgeführten Untersuchungen wurden einige Probleme am bestehenden Messaufbau deutlich. So gestaltete sich die Versuchsdurchführung und die anschließende Auswertung als sehr umständlich.

Zur Messwerterfassung des Drehmomentes und der ausfließenden Masse waren zwei unabhängige Computer notwendig, die sich auch nicht synchronisieren ließen. So war man gezwungen, die Datenerfassung auf beiden Rechnern gleichzeitig zu starten, um die Daten anschließend zuordnen zu können. Die aufgezeichneten Messwerte mussten dann exportiert werden, um sie schließlich in einem Auswertungsprogramm sehr zeitaufwendig zusammenzuführen. Leider war zur Steuerung der Hardware des Rotationsviskosimeters eine spezielle Software nötig, sodass eine Einbettung der verwendeten Hardware in ein selbst geschriebenes Programm, welches neben der Datenerfassung für das Drehmoment und der Ausflussmasse auch eine Datenauswertung zulässt, nicht möglich war.

Ein entscheidendes Problem bestand jedoch in der Spezifikation des Haake Rotationsviskosimeters. In den Vorversuchen zeigte sich, dass die untere Auflösungsgrenze für das Drehmoment von 0,1 Ncm zu ungenau war. Wie in den Abbildungen des Kap. 5.1 zu sehen ist, wurde diese Grenze bereits unterschritten. Die Software löst diese geringen Drehmomente zwar auf, inwieweit sie aber der Realität entsprechen, muss in Frage gestellt werden. Um dieser Frage nachzugehen, wurde der Messaufbau der RV30 genauer untersucht.

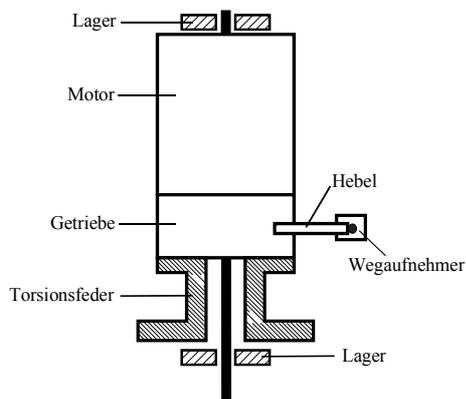


Abb. 5.7 Schematischer Aufbau des Messkopfes der RV30

Wie in Abb. 5.7 zu sehen ist, erfolgt die Messung des Drehmomentes indirekt über das sog. Reaktionsmoment. Die Herstellerfirma ging hier aber einen unüblichen Weg (s. 4.2.5), um das Drehmoment zu bestimmen. Der Antriebsmotor mit angeflanschem Getriebe ist auf einer Torsionsfeder befestigt und kugellagert. Bei bekannter Federkonstante kann aus dem Verdrillwinkel das bremsende Drehmoment berechnet werden. Der Verdrillwinkel wird bei der RV30 mit einem Hebel über einen Wegaufnehmer bestimmt.

Diese Konstruktion bringt zwei entscheidende Nachteile mit sich: Zum einen die bereits beschriebene Massenträgheit (s. 4.2.5.3) von statischen Messsystemen, die eine Dämpfung der Messsignale zur Folge hat. Zum anderen bedingt die Kugellagerung der schweren Messeinheit erhebliche Reibungsverluste. Diese Reibungskräfte müssen also erst überwunden werden, bevor überhaupt ein Drehmoment angezeigt werden kann.

Diese konstruktionsbedingten Mängel schränken den Arbeitsbereich des Gerätes so stark ein, dass eine alternative Lösung gefunden werden musste.

5.2.2 Anforderungen

Aus der Handhabung des vorhandenen Gerätes und den Ergebnissen der ersten Versuche wurden strengere Anforderungen an ein neu zu entwickelndes Messgerät gestellt.

Oberstes Ziel musste die gesicherte Auflösung des Messbereiches unterhalb 1 mNm sein. Dabei sollte die Dämpfung des Signals möglichst gering ausfallen. Weiterhin sollte der Sensor eine kurze Ansprechzeit besitzen, um auf schnelle Änderungen des Drehmomentes reagieren zu können.

Als zweite wichtige Forderung wurde die vollständige Steuerung des Messgerätes mit einem einzigen PC angesehen. Die Datenerfassung muss in Echtzeit erfolgen, um eine online-Beobachtung möglich und eine aufwendige Aufbereitung überflüssig

Ergebnisse

zu machen. Die Software sollte ebenfalls die Möglichkeit einer visuellen Darstellung des Messablaufes und eine Auswertungsmöglichkeit bieten.

Da Drehzahlschwankungen unter Last das Messergebnis verfälschen würden, waren sie natürlich unerwünscht. Daher musste eine möglichst konstante Umdrehungsgeschwindigkeit des Rührers erreicht werden. Dabei wurde eine Drehzahlüberwachung durch die Software als sinnvoll erachtet.

Die Wägung des ausfließenden Schüttgutes sollte so genau wie möglich erfolgen, wobei die bisher akzeptierte Genauigkeit der Mettler Waage (PM 4000; d: 0,01 g) weiterhin gelten sollte.

Bei der Durchführung der in Kap. 5.1 beschriebenen Versuche wurde festgestellt, dass die Luftfeuchtigkeit einen entscheidenden Einfluss auf das Ausflussverhalten hat (Abb. 5.8).

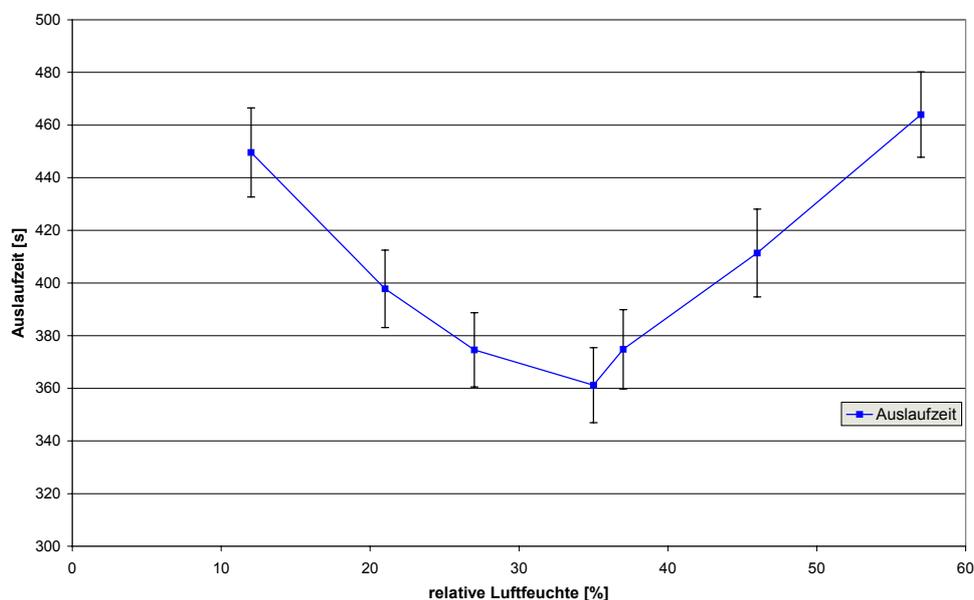


Abb. 5.8 Einfluss der relativen Luftfeuchte auf die Auslaufzeit der Lactosefraktion SS 5 (50 g Ausflussmasse); (Fehlerbalken \pm Standardabweichung)

Die erhaltenen Daten wurden mit einem Scheffé-Test untersucht. Hierbei wurden die Mittelwerte unter Berücksichtigung ihrer Varianz verglichen und in statistisch unterscheidbare Gruppen (A bis C) eingeteilt. Das Ergebnis ist in Tab. 5.3 aufgezeigt.

Ergebnisse

relative Luftfeuchte [%]	Mittelwert	Standardabweichung	Gruppenzugehörigkeit nach durchgeführtem Scheffé-Test		
12	449,6	16,91	A		
21	397,8	14,72		B	C
27	374,6	14,10		B	C
35	361,2	14,24			C
37	374,8	15,06		B	C
46	411,4	16,65		B	
57	464	16,23	A		

Tab. 5.3 Einfluss der relativen Luftfeuchte auf die Auslaufzeit der Lactosefraktion SS 5 (50 g Ausflussmasse); Test nach Scheffé

Wie in Abb. 5.8 und Tab. 5.3 zu sehen ist, hat die Luftfeuchtigkeit einen signifikanten Einfluss auf das Ausfließen des Pulvers. Bei der untersuchten Substanz kann hier ein Minimum in der Ausflusszeit im Bereich von 27 % - 37 % relativer Feuchte festgestellt werden.

So zeigte das Pulver bei einer Luftfeuchtigkeit zwischen 15 – 25 % rel. F. ein sehr schlechtes Ausflussverhalten. Dies wurde auf die beobachtete starke elektrostatische Aufladung des Pulvers, die sich in einem starken Anhaften an der Trichterwand und einem unkontrollierbaren „Hüpfen“ der Substanz bemerkbar machte, zurückgeführt. Ebenso floss das Pulver durch ein starkes Zusammenklumpen oberhalb einer Luftfeuchtigkeit von 50 % rel. F. immer schlechter. Trotz der geringen Hygroskopizität der verwendeten Substanzen (Kap. 4.1) hat das wenige aufgenommene Wasser offenbar einen weitreichenden Einfluss. Dies konnte jedoch im Rahmen der Arbeit nicht weiter untersucht werden. Um folglich eine neue Messmethode entwickeln und etablieren zu können, musste dafür gesorgt werden, dass die Luftfeuchtigkeit über alle Messungen hinweg konstant blieb. Daher musste das neue Messgerät in einer klimatisierten Umgebung (Temperatur und Luftfeuchtigkeit) betrieben werden. Dabei war darauf zu achten, dass die relative Luftfeuchte möglichst nahe bei dem oben genannten Optimum gewählt wurde, da dort kleinere Schwankungen in der relativen Luftfeuchte die kleinste Auswirkung auf das Fließverhalten hatten.

5.2.3 Auswahlkriterien

Bezüglich der Drehmomentmessung wurde eine Recherche der auf dem Markt erhältlichen Messsysteme durchgeführt. Für die Erzielung der gewünschten

Ergebnisse

Genauigkeit kamen daher nur die bereits beschriebenen Messsysteme in Frage (s. 4.2.5.3 und 4.2.5.4).

Um eine Messanordnung zu realisieren müsste die Kopplung des Sensors entweder an den Trichter oder direkt an den Rührer erfolgen. Da bei der Befestigung am schweren Trichter Trägheitseinflüsse nicht auszuschließen sind, müsste der Rührer direkt am Sensor befestigt werden. Um dennoch eine Relativbewegung zwischen Pulver und Rührer zu ermöglichen, müsste sich folglich der Trichter mit dem Schüttgut unter dem statischen Rührer drehen. Dies hätte jedoch eine völlige Neukonstruktion des Gerätes zur Folge gehabt und bei der Lagerung und dem Antrieb des Trichters weitere, nicht absehbare Probleme aufgeworfen.

Deswegen kam nur das Messprinzip einer Drehmoment-Messwelle in Betracht, da der Einsatz einer rotierenden Welle einen weit geringeren Aufwand der Umsetzungsmaßnahmen bedeutete. Weiterhin wurde die Kenntnis der tatsächlich vorherrschenden Umdrehungsgeschwindigkeit des Rührers im Trichter als wichtig angesehen. Wie in 4.2.5.4 erwähnt ist ein solches System bereits in eine rotierende Messwelle integriert, was den Gesamtaufbau weiter vereinfacht.

Die Auswahl für den Antriebsmotor konnte wegen der bei 4.2.7 genannten Gründe nur auf einen Servomotor fallen. Dieser sollte über ein ausreichendes Drehmoment von mindestens 0,1 Nm verfügen und auch bei langsamen Drehzahlen einen ausgezeichneten Rundlauf besitzen. Der zugehörige Servocontroller sollte eine Schnittstelle besitzen, die eine Steuerung durch einen PC ermöglicht. Grundvoraussetzung hierbei wäre eine direkte Einstellmöglichkeit der Drehzahl aus einem Programm heraus. Dies könnte entweder über eine serielle Schnittstelle (RS 232), einen digitalen Eingang oder einen analogen (z.B. 0 V – 10 V) Eingang erfolgen.

Für die Bestimmung der Ausflussmasse kamen prinzipiell mehrere Möglichkeiten in Frage. Das entscheidende Auswahlkriterium lag hier auf einer guten Einbettung dieser Messeinrichtung in das Gesamtsystem. Hier schienen jedoch von Anfang an die Plattformwägezellen in DMS-Ausführung am geeignetsten zu sein: Sie sind hinreichend genau, sehr robust und zusätzlich preiswert. Weiterhin lässt sich mit solchen Zellen ein recht individueller Messaufbau, vor allem was die Ausmaße anbelangt, realisieren.

Zur Regulierung der Luftfeuchtigkeit und der Temperatur kommt prinzipiell nur ein Klimaschrank in Frage. Eine Bedienung des Gerätes muss aber weiterhin möglich sein (Einfüllen des Pulvers, Wechsel des Rührers usw.). Auf dem Markt erhältliche Lösungen für diese Anforderungen sind jedoch extrem teuer. Daher musste nach einer preisgünstigen Alternative gesucht werden.

5.2.4 Verwendete Systeme

Drehmomentmesswellen mit den beschriebenen Anforderungen werden von mehreren Firmen angeboten. Somit galt dem weiteren Angebot des jeweiligen Herstellers und der Integrierbarkeit anderer Komponenten besonderes Augenmerk. Vor allem wegen dieser Integrierbarkeit wurde die Messwelle (T20WN, M max: 0,1 Nm) der Firma Hottinger Baldwin Messtechnik (HBM) Darmstadt ausgewählt (Abb. 5.9). Diese Messwelle arbeitet nach dem DMS-Prinzip (s. 4.2.5.4) und liefert das Drehmoment als analoges Signal (0 – 10 V). Die Drehzahl wird durch eine optische Abtastung innerhalb der Welle realisiert (60 Impulse / Umdrehung) und als Rechteckspannung ausgegeben.



Abb. 5.9 Drehmomentmesswelle T 20 WN (HBM)

Da die Messwelle nur mit einem Kabel verbunden ist, müssen die beiden Messsignale getrennt werden. Hierzu ist eine Schnittstelle (VK 20; HBM) nötig. Die VK 20 übernimmt zusätzlich die Versorgung der Messwelle mit Gleichspannung (12 V). Weiterhin wurde ein Spider 8[®] Messwerterfassungssystem (HBM) mit der Auswertungssoftware Catman[®] (Rel. 2.2; HBM) verwendet. Der Zwischencomputer Spider 8[®] bietet die Möglichkeit, verschiedenste Sensoren anzusprechen (Abb. 5.10).



Abb. 5.10 Messwerterfassungssystem Spider 8[®] (HBM)

So können sowohl analoge Spannungssignale (-10 V – 10 V) und Rechtecksignale (Spannungsimpulse) als auch DMS-Signale (durch integrierte Wheatston'sche Brückenschaltung) ausgewertet werden. Weiterhin können mit dem Digitalausgang des Spider 8[®] auch andere Komponenten angesteuert werden. Die Software Catman[®] stellt eine komplette Plattform für die Erfassung, Verarbeitung und grafische Darstellung von Messwerten dar. Weiterhin können durch die eingebettete

Ergebnisse

Skriptsprache komplexe Messabläufe sowie Steuerungsaufgaben ausgeführt werden.

Als Antriebsmotor wurde ein asynchroner Drehstrommotor (SDSGARS 056-22; M max. 3,2 Nm, n max. 5000 U/min, Lenze GmbH, Hameln; Abb. 5.11) mit Servo-Umrichter (EVS 9321-ES, Lenze GmbH, Hameln) und Netzfilter (Typ B, ELN3-2400H002, Lenze GmbH, Hameln) verwendet. Der Servo-Umrichter übernimmt die komplette Steuerung des Motors mit eingebauter Haltebremse. Zusätzlich verfügt er über einen eingebauten Mikrocontroller, der eine Fernsteuerung durch eine Software (Global Drive Control, Rel. 3.6 b, Lenze GmbH, Hameln) erlaubt. Weiterhin ist auch eine Verarbeitung von externen Signalen (analog oder digital) zur Drehzahlsteuerung möglich. Für die Auswahl war vor allem die Möglichkeit zur Drehzahlsteuerung mit digitalen Signalen maßgebend, da der Spider 8® einen entsprechenden Ausgang zur Verfügung stellt. Andere auf dem Markt erhältliche Systeme boten eine derartige Ausstattung nicht. Um speziell bei den langsamen Rotationsgeschwindigkeiten einen verbesserten Gleichlauf zu gewährleisten wurde zusätzlich noch ein Getriebe (Planetengetriebe Typ SPL 62-3NVCR, Untersetzung: 123,65 : 1, Lenze GmbH, Hameln) zwischen Antrieb und Messwelle geschaltet Abb. 5.11.



Abb. 5.11 Servomotor mit Planetengetriebe und Anschlussstück für die Montage

Gerade bei sehr langsam laufendem „Schleppbetrieb“ zeigen Motoren immer einen schlechteren Rundlauf.

Da der Spider 8® bereits Wägezellen mit DMS-Technik direkt unterstützt, fiel die Wahl auf ein solches Modell. Die maximal auf die Wägezelle wirkende Gewichtskraft wurde mit 500 g abgeschätzt (Auffanggefäß und Pulver). Daher wurde die zu diesem Zeitpunkt kleinste auf dem Markt erhältliche Plattformwägezelle (Mod. 1042, max. 1 kg, Genauigkeitsklasse: G; Zusammengesetzter Fehler: < 0,02 % v. Nennwert, TEDEA Huntleigh, Darmstadt) ausgewählt (Abb. 5.12).

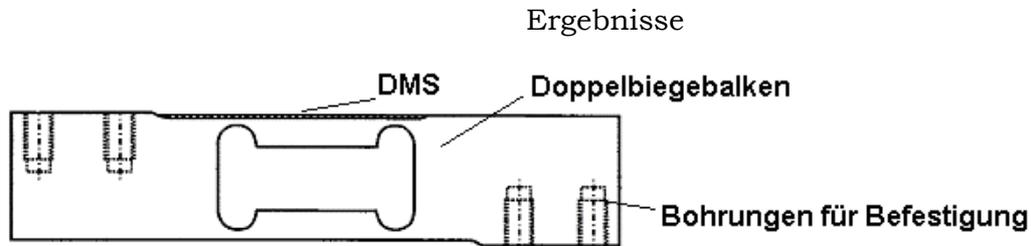


Abb. 5.12 Schemazeichnung der verwendeten DMS-Wägezelle

Die Auflösung des Messsignals durch den Spider 8® erfolgt mit einer Genauigkeit von 16 Bit. Somit können $2^{16} = 65536$ Schritte aufgelöst werden. Bei einer Nennlast von 1 kg ergibt sich als minimale noch zu unterscheidende Masse 0,015 g. Da die Elektronik des Spider 8® noch einen Zwischenwert interpolieren kann, kommt man auf eine Auflösung von etwa 0,008 g, die den in 5.2.2 formulierten Anforderungen genügt.

Um die Luftfeuchtigkeit über die Messungen hinweg konstant zu halten wurde ein Klimaschrank speziell für dieses Messgerät von der hauseigenen Werkstatt angefertigt. Die Wände bestehen zum größten Teil aus Plexiglas® (Dicke 8 mm, extrudiertes Material nach ISO 7823-2, Fa. Röhm-Degussa-Hüls), wodurch ein ungehinderter Einblick auf die Messeinrichtung gewährleistet ist. Gleichzeitig ist dieses Material auch undurchlässig für Feuchtigkeit und besitzt eine schlechte Wärmeleitfähigkeit. Diese Wände werden mit Silicon in einer stabilen Metallkonstruktion luftdicht eingeklebt. Für die elektrischen Leitungen wurde eine Kabeldurchführung angebracht, welche nach der Verlegung der Kabel ebenfalls mit Silicon verschlossen wird. Zur Regulierung der Feuchtigkeit im Inneren der Kammer wurden flache Kunststoff-Schalen mit einer gesättigten Salzlösung verwendet. Die Manipulierung des Geräts erfolgt mit speziellen Handschuhen mit verlängertem Arm (Sekuroka® PVC Langhandschuhe, Fa. Roth), die ebenfalls luftdicht in der Frontwand integriert wurden. Weiterhin wurden noch zwei Ausschnitte in den Seitenwänden angebracht, um den Wechsel der Salzlösungen zu ermöglichen. Eine zusätzliche Öffnung dient als Materialschleuse. Die Ausschnitte werden mit etwas größeren Plexiglas® Platten mit Gummidichtung (fix-o-moll, 9 mm breit, 3,5 mm dick) verschlossen. Bei der Temperierung des Schrankes musste nur für eine ausreichende Kühlung gesorgt werden, da sich der Motor relativ stark erwärmt. Als Kühlquelle wurde ein Kryostat (Fryka, Multistar, Esslingen) ausgewählt, der mit vergälltem Ethanol (99,9 % V/V) gefüllt ist. Die Steuerung erfolgt mit einem handelsüblichen Thermostaten (Best. Nr. 615900, Fa. Conrad Elektronik, Hirschau), der bei Überschreiten der Solltemperatur die Pumpe des Kryostaten einschaltet. Um die kühlende Oberfläche zu vergrößern, wurde ein Wärmetauscher eines Kühlschranks verwendet. Zur Verbesserung der Luft-

Ergebnisse

zirkulation in der Kammer wurden zwei Niederspannungslüfter (Wallair®, Mod. 20.100.305, 12 V max.) benutzt. Die Spannungsversorgung wurde mit einem Schaltnetzteil (Volkraft® SNG 1000, Conrad Elektronik) mit variabler Ausgangsspannung (3 V – 12 V) realisiert, um die Leerlaufdrehzahl der Ventilatoren regeln zu können.

5.2.5 Aufbau und Funktion des neuen Messgeräts

Der schematische Aufbau des neuen modifizierten Auslauftrichters (ohne Klimakammer und VK 20) ist in Abb. 5.13 gezeigt.

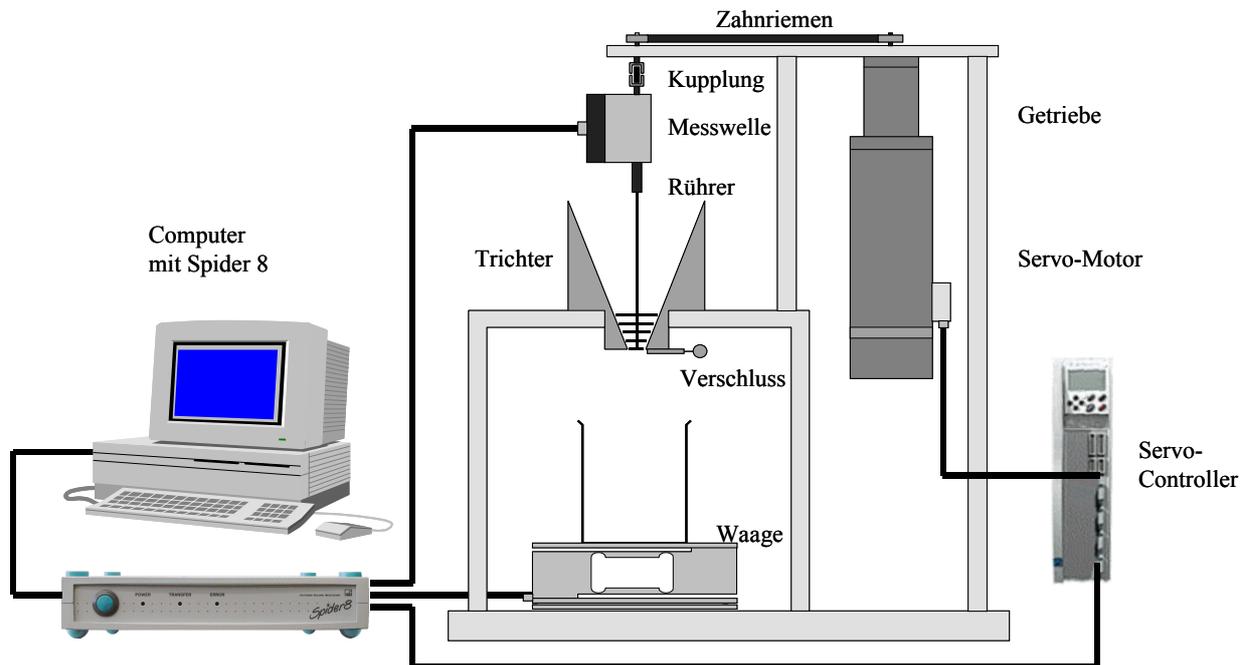


Abb. 5.13 Modifizierter Auslauftrichter (Skizze, Neubau)

Hierbei stellte die Fixierung der Messwelle (Anschluss an Spider 8®: Drehzahl: Kanal 0; Drehmoment: Kanal 1) ein zentrales Problem dar. Da die Messwelle auch sehr empfindlich auf Biegemomente reagierte, musste sie mit der Stativ-Einheit fest verbunden werden. Zusätzlich war eine möglichst exakte axiale Übereinstimmung der Antriebswellen im Bereich der Kupplung von Bedeutung, da eine Nichtbeachtung dessen zu einem sinusförmigen Messsignal führte (s. Abb. 5.15). Da jedoch in der Praxis nie eine absolute Übereinstimmung der Wellen zu erreichen ist, muss eine flexible Kupplung verwendet werden, die diesen Effekt ausgleicht. Hierzu bot die Firma Hottinger Baldwin Messtechnik eine spezielle Klemmnabekupplung in Faltenbalg-Ausführung (Teile Nr. 3-4412.0001) an (Abb. 5.14).

Ergebnisse

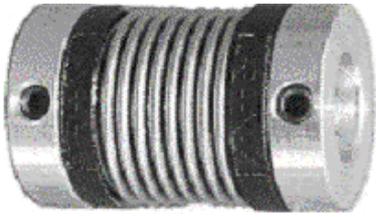


Abb. 5.14 Faltenbalgkupplung (HBM)

Diese Kupplung war zwar in der Lage, den Effekt auf etwa ein Drittel zu verkleinern, aber nicht völlig zu beseitigen (s. Abb. 5.16).

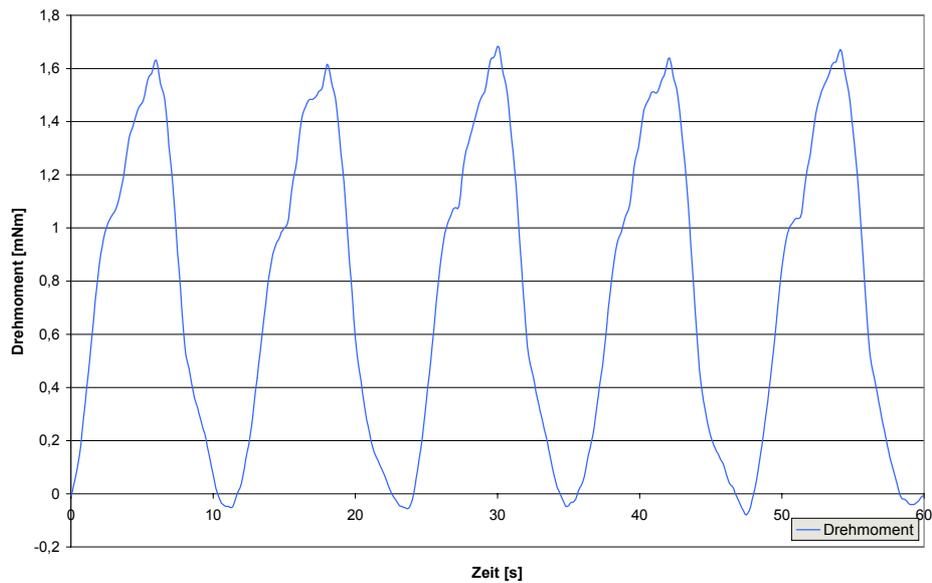


Abb. 5.15 Drehmomentverlauf bei direkter Kopplung im Leerlauf (5 U/min)

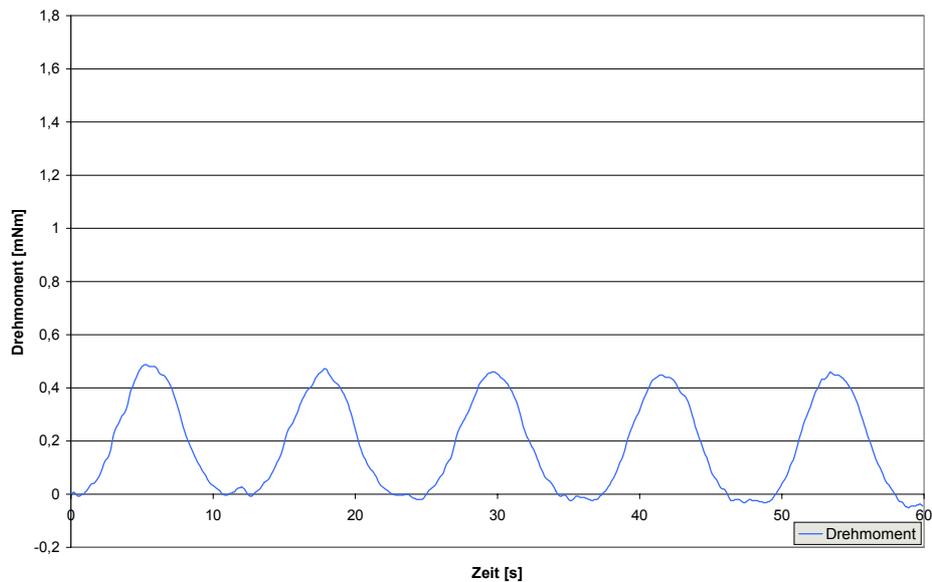


Abb. 5.16 Drehmomentverlauf mit HBM Faltenbalgkupplung im Leerlauf (5 U/min)

Die benutzte Faltenbalgkupplung besitzt für diese Messwelle eine zu hohe Steifigkeit und ist nicht ganz präzise gefertigt. Dafür ist sie in der Lage, die Rotation

Ergebnisse

völlig ohne Lagerspiel zu übertragen. Da der Hersteller keine Alternativen im Programm hatte, musste nach einer eigenen Lösung gesucht werden. Diese wurde schließlich in Form einer Wellenkupplung in Doppel-Kardan-Ausführung aus dem Modellbau (Graupner, Best. Nr. 355, Kirchheim/Teck) gefunden (Abb. 5.17).



Abb. 5.17 Kupplung in Doppelkardan-Ausführung (Graupner)

Ein einfaches Kardan-Gelenk vermag einen Winkelversatz zwischen zwei Wellen auszugleichen. Um einen axialen Versatz auszugleichen, müssen zwei dieser Gelenke mit einem Zwischenstück kombiniert werden. Das Ergebnis dieser Maßnahme ist dem Diagramm in Abb. 5.18 zu entnehmen.

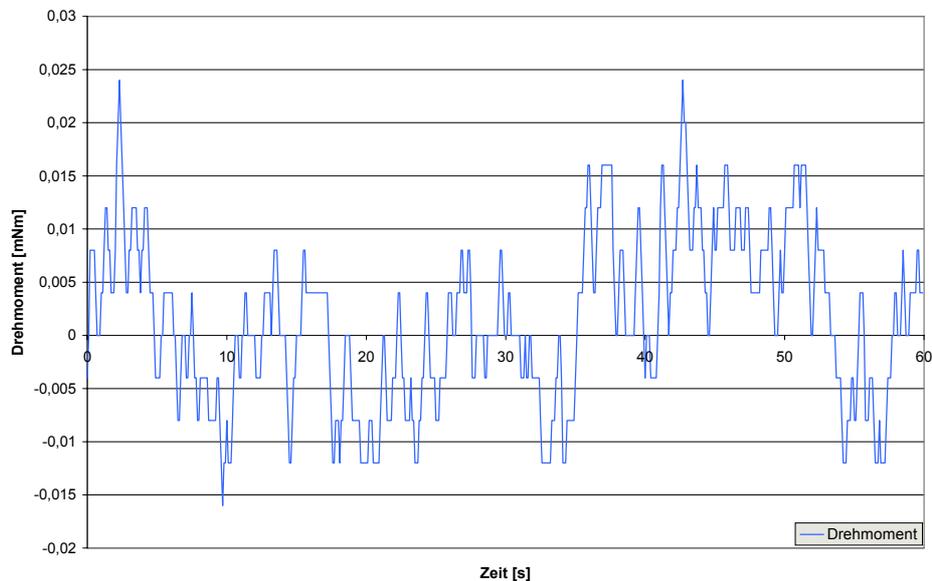


Abb. 5.18 Drehmomentverlauf mit Doppelkardan im Leerlauf (5 U/min)

Die Signalschwankungen bestehen praktisch nur noch aus einem Rauschen, welches von der Messwelle und der Elektronik erzeugt wird (Mittelwert: 0,00138; Standardabweichung: 0,00775). Sie liegen in einer Größenordnung von 0,04 mNm. Der Nachteil dieses Gelenkes liegt in einem konstruktionsbedingten und unvermeidbaren Lagerspiel. Es musste daher mit Schwankungen in der Drehzahlkonstanz gerechnet werden. Diese dürften jedoch minimal sein, wenn der Rührer (und damit die Welle) immer gegen Widerstand läuft.

Weiterhin wurde besonderes Augenmerk auf die mechanische Kopplung von Servomotor und Messwelle gelenkt. Um die Kraft des Motors ohne Spiel und Schlupf auf die Messwelle zu übertragen kam nur eine Zahnriemen-Übersetzung

Ergebnisse

mit Spannvorrichtung in Frage. Zusätzlich konnte dadurch eine relativ einfache Veränderung des Übersetzungsverhältnisses ermöglicht werden. In Verbindung mit dem verwendeten Servo-Controller, der einen Zugriff der Steuerungssoftware auf 15 voreingestellte Drehzahlen erlaubt, lassen sich so sehr schnell verschiedene Drehzahlbereiche wählen.

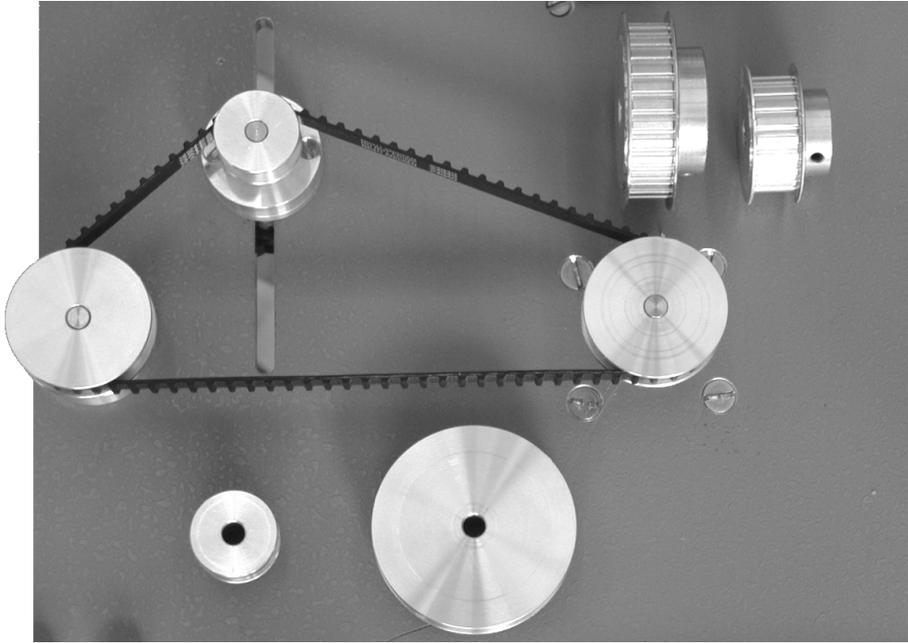


Abb. 5.19 Zahnriemenübersetzung mit verschiedenen Scheibengrößen

Leider stellte sich bei den ersten Messungen heraus, dass die verwendeten Zahnriemenräder unpräzise gefertigt waren. Dadurch kam es zu Schwankungen in der Zahnriemenspannung, wodurch auch die Drehzahl an der Messwelle nicht konstant war. Durch ein Umdrehen des Zahnriemens (die Zähne nach außen) konnte dieser Effekt verringert, aber nicht beseitigt werden. Dabei stellte sich aber heraus, dass die Reibung zwischen der glatten Riemenfläche und den Rädern völlig ausreichte, um die auftretenden Drehmomente ohne Schlupf zu übertragen. Daher wurden Riemenscheiben mit drei verschiedenen Durchmessern präzise angefertigt. Damit sind folgende sieben Übersetzungen möglich:

Ergebnisse

Ø Scheibenrad Antrieb [mm]	Ø Scheibenrad Messwelle [mm]	Übersetzungsverhältnis
16,0	48,0	1:3
16,0	32,0	1:2
32,0	48,0	2:3
32,0	32,0	1:1
48,0	32,0	3:2
32,0	16,0	2:1
48,0	16,0	3:1

Tab. 5.4 Mögliche Übersetzungsverhältnisse des Antriebs

Das Problem der schwankenden Drehzahlen konnte damit ebenso gelöst werden. Die Verbindung von Rührer und Messwelle erfolgt mit einer Aluminiumhülse mit Madenschrauben an den Enden. Um den Rührer auf die Welle zu setzen wird die Hülse über den Rührer geschoben, in den Trichter eingesetzt und schließlich die Hülse nach oben auf den Abtrieb der Welle gesteckt. Die Demontage erfolgt in umgekehrter Reihenfolge (Abb. 5.20).

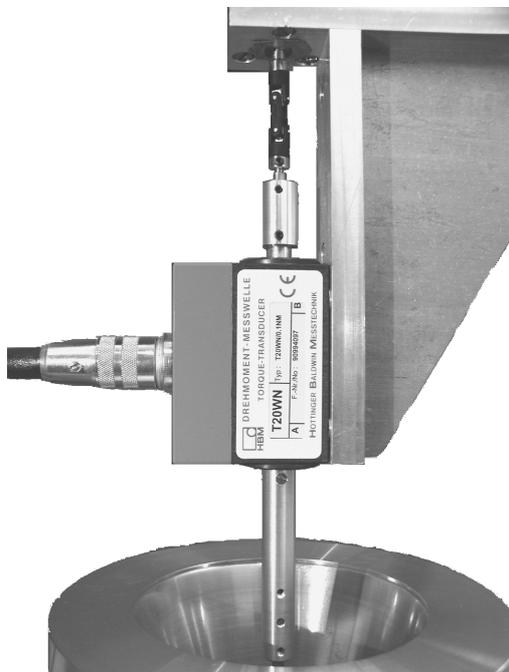


Abb. 5.20 Aufbau mit Kupplung, Übergang, Messwelle und Hülse für Rührerhalterung

Die Waage wird aus drei Aluminiumplatten und der Plattformwägezelle aufgebaut. Die Basisplatte (150 mm x 150 mm x 10 mm) bildet mit der Wägeplattform (130 mm x 130 mm x 6 mm) und der Wägezelle die eigentliche Waage. In den vier Ecken

Ergebnisse

der Basisplatte befinden sich Gewindebohrungen mit Stellschrauben, die eine waagerechte Ausrichtung ermöglichen. Um einen sicheren und ebenen Stand der Waage zu gewährleisten steht sie auf einer Grundplatte (150 mm x 150 mm x 4 mm) mit Vertiefungen für die Stellschrauben (Abb. 5.21).

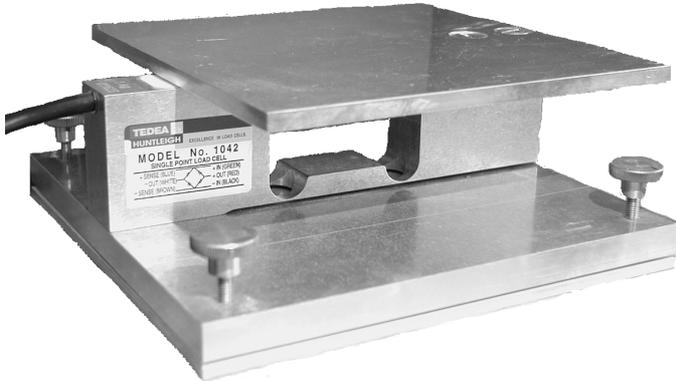


Abb. 5.21 Aufbau der Waage mit Plattformwägezelle

Der Anschluss der Wägezelle an den Spider 8[®] (Kanal 3) erfolgt in Vollbrückenschaltung gemäß Bedienungsanleitungen der Wägezelle und des Spider 8[®] 108, 109.

Die Steuerung des Servomotors erfolgt über den Servo-Umrichter (Controller) (s. 5.2.4). Die komplette Programmierung dieses Controllers läuft über die Änderung von Codestellen. Da jeder Motor andere Parameter besitzt, müssen einige Codestellen angepasst werden ^{110, 111}. Dies kann am Gerät direkt (Bedienmodul: EMZ 9371 BB) oder über die Software (Global Drive Control mit Feldbusmodul: EMF 2102 IB-V001) erfolgen (Abb. 5.22).

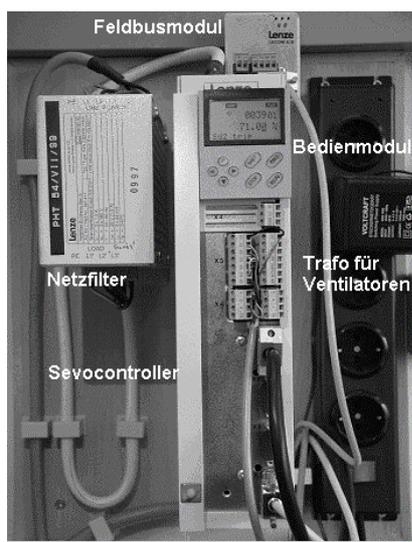


Abb. 5.22 Aufbau des Servocontrollers mit Zubehör

Ergebnisse

Um eine Steuerung des Motors (Ein- und Ausschalten, Drehzahlvorgabe) mit dem Spider 8[®] und dem Controller zu ermöglichen, musste eine Anpassung der Hardware vorgenommen werden. Der Controller arbeitet mit Steuerspannungen (Low und High) von 0 V – 24 V, der Spider 8[®] jedoch nur mit Pegeln von 0 V – 5 V. Dieses Problem konnte relativ einfach durch die Benutzung von Widerständen (5 k Ω), die gegen die Versorgungsspannung von 24 V geschaltet waren, gelöst werden. Nach den Widerständen liegt, wenn kein Strom fließt, immer noch ein Pegel von 24 V (HIGH) an. Er kann jedoch vom Spider 8[®] wegen des hohen Widerstandes problemlos auf Masse (LOW) gelegt werden, ohne dass eine Zerstörung der Elektronik befürchtet werden muss.

Der Controller besitzt fünf Eingänge, von denen einer für das Ein- und Ausschalten des Motors und die anderen vier für die Drehzahlvorgabe zuständig sind. Das Ein- und Ausschalten erfolgt mittels der Quick Stop (QST) Funktion des Controllers. Hierdurch werden die Stromzufuhr zum Motor und die Motorbremse gesteuert. Der Motor läuft nur dann, wenn am QST ein HIGH-Pegel (>13 V) anliegt. Im Programm (s. Anhang 8.2) stehen daher ein HIGH-Pegel für ein Anlaufen und ein LOW-Pegel für ein Stoppen des Motors. Über die weiteren vier Kanäle kann die Drehzahl aus 15 im Controller vorprogrammierten Werten ausgewählt werden. Dies geschieht mit vier digitalen Schaltflächen im Catman[®]-Online-Dokument. Dabei repräsentiert eine nicht gedrückte Schaltfläche den Wert 1 und eine gedrückte den Wert 0. Prinzipiell sind so $2^4 = 16$ Kombinationen möglich, wobei der Controller nur die Zahlen 1 bis 15 seinen abgespeicherten Werten zuordnen kann, weil die Zahl 0 einem Motorstopp gleichkommt. Die Voreinstellung der Drehzahlwerte wird ebenfalls über das Ändern von Codestellen vorgenommen. Hierbei wird aber kein diskreter Wert als Drehzahl eingestellt. Dies erfolgt vielmehr als Prozentsatz (0 % - 200 %) einer vorgegebenen Maximaldrehzahl, die jedoch sehr schnell verändert werden kann. Weiterhin sind im Controller vier komplette Parametersätze abgespeichert, die ebenfalls sehr schnell abrufbar sind. Diese Möglichkeiten boten für die durchgeführten Untersuchungen eine ausreichende Flexibilität in der Drehzeleinstellung, die im Bedarfsfall durch eine analoge (-10 V – 10 V) ersetzt werden könnte.

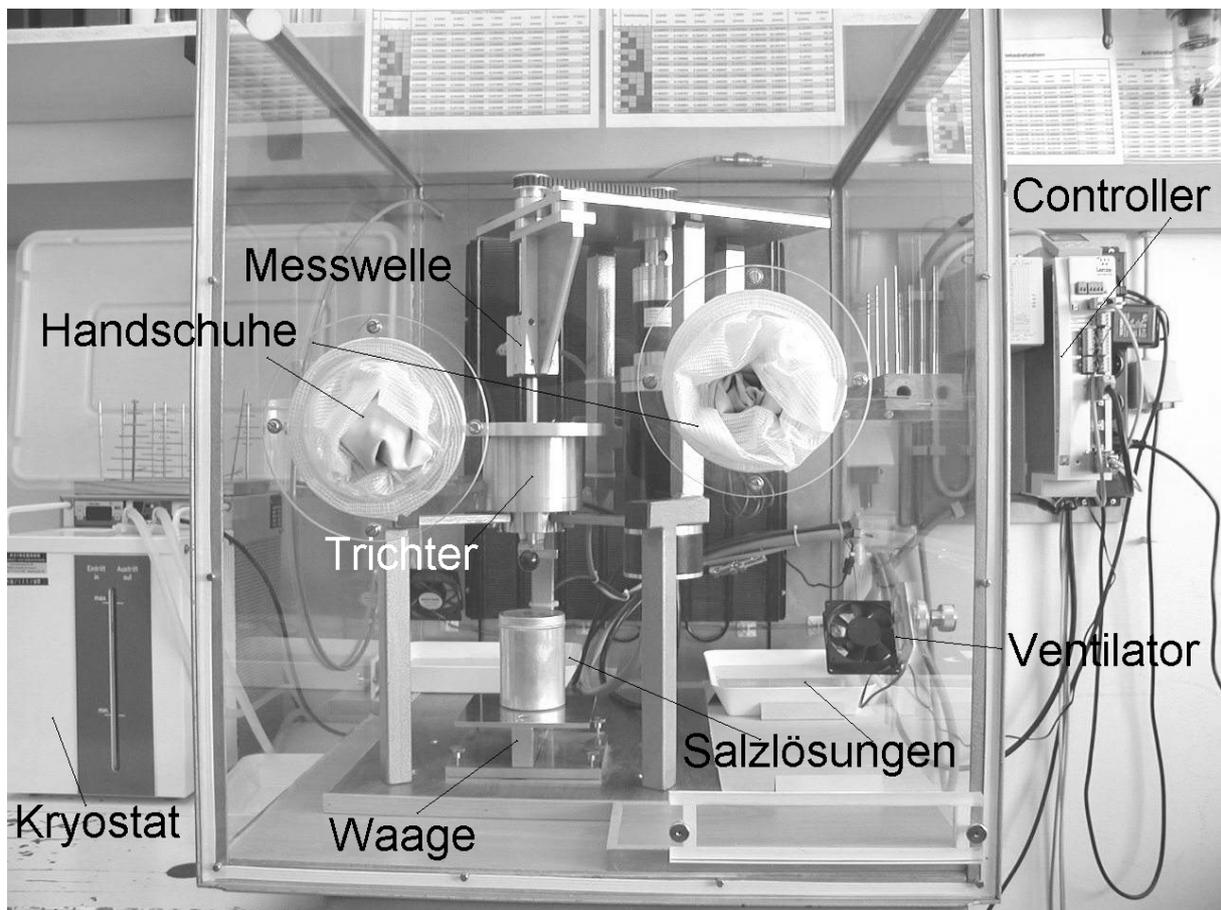


Abb. 5.23 Kompletter Aufbau des neuen modifizierten Auslauftrichters

Wie bereits angesprochen wurde die komplette Steuerung des modifizierten Auslauftrichters von einem in Catman[®] geschriebenen Programm übernommen. Catman[®] benutzt eine objektorientierte Skriptsprache, die sich an BASIC anlehnt. In Anhang 8.2 ist der Quelltext des Programms mit Kommentierung angegeben. Die Steuerung des Programms erfolgt mit einem ebenfalls in Catman[®] erstellten Online-Dokument (Abb. 5.24).

Ergebnisse

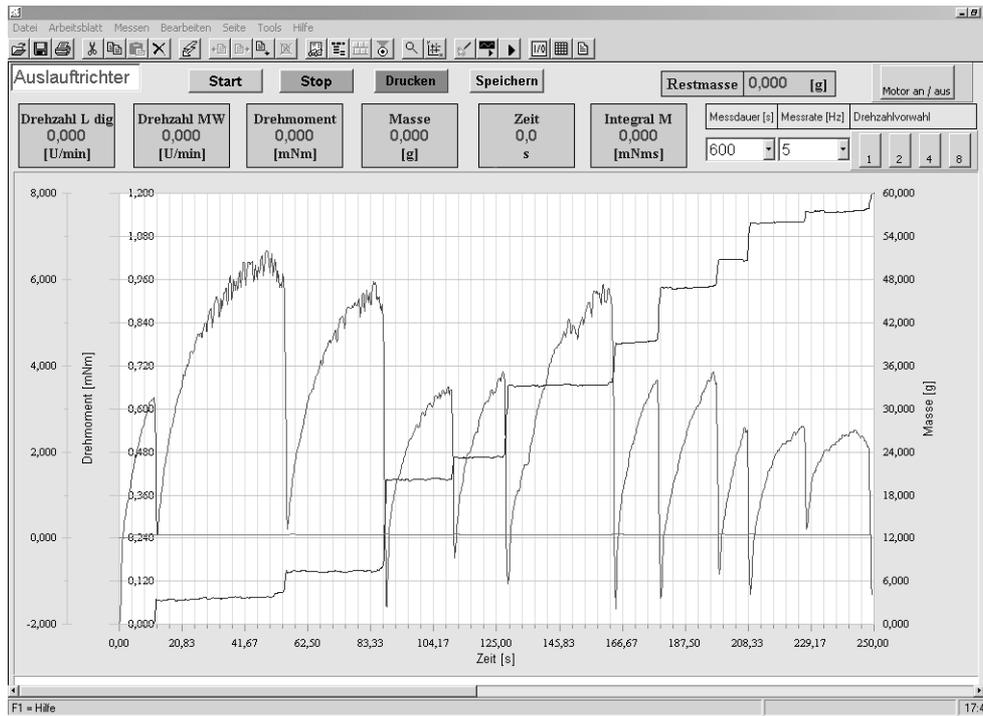


Abb. 5.24 Benutzeroberfläche für die Steuerung des modifizierten Auslauftrichters

In der rechten oberen Ecke erfolgt durch Drücken von Schaltflächen die Vorwahl der Drehzahl, die mit dem Schalter „Motor an / aus“ überprüft werden kann. Daneben befinden sich Auswahlboxen für die Messdauer und die Messrate. Die Schalter in der oberen Mitte dienen der Steuerung des Messablaufes. Die größte Fläche nimmt ein Schreiber für die Messdaten ein. Darüber befinden sich noch Digitalanzeigen für die aktuellen Messwerte.

5.2.6 Durchführung der Versuche mit dem neuen Messgerät

Um die Versuche miteinander besser vergleichen zu können wurde dieselbe Probe immer wieder vermessen. Die Probenmenge lag bei etwa 65 g. Im Programm wurde zusätzlich ein Abbruchkriterium für die Messung eingefügt. Dieses ist erfüllt, wenn die Waage einen Grenzwert von 60 g überschreitet. Mit Hilfe einer zusätzlichen „Stoppuhr“ des Programms war es auch viel einfacher möglich, die Ausflusszeit für diese Masse zu bestimmen.

Nach Einschalten der Geräte (Motor, Computer) und Starten der Catman[®]-Software wird das selbst geschriebene Programm ausgeführt. Der Rührer wird auf die Messwelle aufgesetzt und dann wird die Drehzahl unter Berücksichtigung des Übersetzungsverhältnisses der Riemenscheiben in der Software eingestellt. Das Pulver wird mit einem Löffel vorsichtig in den Trichter bei geschlossener Auslauföffnung eingefüllt. Nun wird der Verschluss des Trichters geöffnet und der „Start-Button“ in der Benutzeroberfläche gedrückt. Von hier ab läuft die Messung vollautomatisch ab, bis sie durch das Abbruchkriterium beendet wird. Danach wird

noch eventuell verbleibendes Pulver aus dem Trichter selbständig entleert. Durch diese Standardisierung konnte eine erhebliche Vereinfachung des Messablaufes bei gleichzeitig leichter reproduzierbaren Ergebnissen erreicht werden.

5.3 Untersuchung des Zusammenhanges zwischen Drehmoment und Massefluss

5.3.1 Hypothese und Vorgehensweise

Die Untersuchung der Messkurven lässt auf den ersten Blick kaum einen Zusammenhang zwischen auftretendem Drehmoment und ausfließender Masse erkennen. Erst bei näherer Betrachtung wird klar, dass das periodische Auftreten des Drehmomentes und des Masseflusses in einem Zusammenhang stehen. Die Art des Signals, welches die Waage und die Drehmomentmesswelle liefern, ist grundsätzlich verschieden. Während die Messwelle immer das aktuelle Drehmoment misst, gibt die Waage die bereits ausgeflossene Masse an. Somit stellt das aktuelle Drehmoment in Bezug auf die ausgeflossene Masse eine differentielle Größe dar. Ein direkter Vergleich der Messdaten ist ohne eine mathematische Aufbereitung deshalb nicht möglich. Daher muss man entweder die Drehmomentkurve integrieren oder den Massefluss differenzieren. Um den zuvor erwähnten Zusammenhang zu beweisen, wurde folgende Hypothese aufgestellt:

Ableitung des Masseflusses \approx Drehmoment

An dieser Stelle muss jedoch betont werden, dass dieser vermutete Zusammenhang lediglich für höhere Rotationsgeschwindigkeiten des Rührers (> 10 U/min) sinnvoll anwendbar ist. Denn nur dann zeigen die untersuchten Schüttgüter einen kontinuierlichen Ausfluss aus dem Trichter. Dadurch wird ein quasi „stetiger“ Funktionsverlauf für den Massefluss erreicht, der dann auch ableitbar ist. Wie schon in Kap. 5.1 aufgezeigt wurde, können Schüttgüter bei langsamen Rotationsgeschwindigkeiten auch ein diskontinuierliches Ausflussverhalten (Sprungfunktion) aufweisen. Es wird vermutet, dass dieser Unterschied auf die verschiedenen Arten der Brückenbildung (dynamische und statische Gewölbebildung) zurückzuführen ist.

$$\text{Gl. 5.2 } d\Psi(t) \approx M(t)$$

Ergebnisse

Mit der Einführung des Proportionalitätsfaktors α und der Verschiebung β ergibt sich folgende Gleichung:

$$\text{Gl. 5.3 } d\Psi(t) = \alpha \cdot M(t) + \beta$$

Da das am Anfang der Messung auftretende Drehmoment vom Einfüllen des Pulvers in den Trichter abhängt, sollten diese Messwerte bei der Untersuchung zunächst nicht berücksichtigt werden. Ebenso darf man auch die Messwerte am Ende nicht heranziehen, da dort durch die sukzessive Entleerung Rührstäbe freigelegt werden. Somit werden ein linker (r_1) und rechter Rand festgelegt (r_2).

Die Integration innerhalb der Grenzen an der Stelle x liefert

$$\text{Gl. 5.4 } \Psi(x) - \Psi(r_1) = \alpha \cdot \int_{r_1}^x M(t) dt + \beta \cdot (x - r_1)$$

$$\text{Gl. 5.5 } \Psi(x) - \Psi(r_1) = \alpha \cdot [I(x) - I(r_1)] + \beta \cdot (x - r_1)$$

Wird das ganze Intervall ($r_1 - r_2$) betrachtet, so geht x in r_2 über.

$$\text{Gl. 5.6 } \Psi(r_2) - \Psi(r_1) = \alpha \cdot [I(r_2) - I(r_1)] + \beta \cdot (r_2 - r_1)$$

Für α bzw. β gelten dann:

$$\text{Gl. 5.7 } \alpha = \frac{\Psi(r_2) - \Psi(r_1) - \beta \cdot (r_2 - r_1)}{I(x) - I(r_1)}$$

$$\text{Gl. 5.8 } \beta = \frac{\Psi(r_2) - \Psi(r_1) - \alpha \cdot (I(r_2) - I(r_1))}{(r_2 - r_1)}$$

Gl. 5.6 lässt sich auch wie folgt darstellen:

$$\text{Gl. 5.9 } \Psi(r_2) - \Psi(r_1) - \alpha \cdot [I(r_2) - I(r_1)] - \beta \cdot (r_2 - r_1) = 0$$

Gl. 5.9 ist aber nur für den Idealfall gleich Null. Betrachtet man jedoch reale Messwerte, so wird die Gleichung immer ungleich Null sein. Die Aufgabe besteht nun darin, die Parameter α und β so zu bestimmen, dass die Abweichung von Gl. 5.9 möglichst nahe bei Null liegt.

Ergebnisse

Die Lösung dieser Aufgabe lässt sich am einfachsten mit den Methoden der numerischen Mathematik lösen (Pascal-Computerprogramm, siehe Anhang 8.3).

Die Messwerte (Zeit, Drehmoment und Ausflussmasse), die in einer Datei gespeichert sind, werden vom Programm eingelesen. Dabei kann eine zeitliche Verschiebung der Messwerte (Drehmoment, Ausflussmasse) berücksichtigt werden. Nun werden die Drehmomentmesswerte nach der Trapezregel numerisch integriert¹¹². Dann werden die Startwerte für α und β durch folgende Näherung über einen mittleren Wert berechnet.

Gl. 5.10	$j = \frac{r_1 + r_2}{2}$
Gl. 5.11	$\alpha = \frac{\Psi(r_1) + \Psi(r_2) - 2 \cdot \Psi(j)}{I(r_1) + I(r_2) - 2 \cdot I(j)}$
Gl. 5.12	$\beta = \frac{\Psi(j) - \Psi(r_1) - \alpha \cdot [I(j) - I(r_1)]}{\frac{(r_2 - r_1)}{2}}$

Da β als Y-Verschiebung des ursprünglichen Drehmomentes definiert ist, muss bei Gl. 5.12 die errechnete Flächendifferenz durch die Intervallbreite dividiert werden. Das Programm variiert nun die Startwerte von α und β innerhalb vorgegebener Intervalle mit festgelegter Schrittweite. Dabei wird für jeden Wert (α und β) die betragsmäßige Differenz der Funktionswerte für den Massefluss und das integrierte Drehmoment aufsummiert. Am Ende des Durchlaufs gibt das Programm die Werte von α und β an, für die diese Summe am kleinsten war. Zusätzlich werden die Werte (Zeit, Drehmomentkurve, modifizierte Ableitung der Massekurve, modifiziertes Integral der Drehmomentkurve und Massekurve) in eine Datei geschrieben. Diese Werte können dann graphisch dargestellt werden. Zur Vereinfachung der Bezeichnung wird im Weiteren das berechnete modifizierte Integral des Drehmoments als „modifiziertes Drehmoment“ bezeichnet.

5.3.2 Versuchsdurchführung mit Beispielen

Die praktische Untersuchung dieses Zusammenhanges erfolgte direkt in der Klimakammer bei 25 °C (± 2 °C) und 33 % relativer Luftfeuchte (gesättigte Magnesiumchlorid-Lösung) mit den gesichteten Laktosefraktionen SS 5, vor allem aber SS 6. Sie wurden wegen ihrer sehr engen Partikelgrößenverteilung ausgewählt. Die Fraktionen zeigen bei *niedrigen* Rotationsgeschwindigkeiten (< 5 U/min) ein lawinenartiges Fließverhalten. Die dabei resultierenden Kurvenverläufe sind in Abb. 5.2 oder Abb. 5.3 dargestellt. Die Kurve der Ausflussmasse zeigt hier jedoch ein

Ergebnisse

sprungartiges Ansteigen. Daher ist eine sinnvolle Anpassung der Drehmomentkurve an einen derartigen Verlauf praktisch nicht möglich. Deshalb wäre die Wahl derartiger Versuchsbedingungen für die Untersuchung dieses Zusammenhanges ungeeignet. Genauso verhält es sich mit *sehr hohen* Rotationsgeschwindigkeiten (60 U/min; Abb. 5.6), denn hier fließt das Pulver praktisch kontinuierlich aus.

Wie in Abb. 5.5 zu sehen ist, erfolgt bei „mittleren“ Rotationsgeschwindigkeiten (10 U/min – 20 U/min) der Austrag des Pulvers immer noch pulsierend, aber kontinuierlicher. Dieser Bereich wird daher als eine sinnvolle Basis für weitere Untersuchungen angesehen.

Abb. 5.25 zeigt den Originalverlauf der aufgezeichneten Werte für die Laktosefraktion SS5 bei 15,8 U/min.

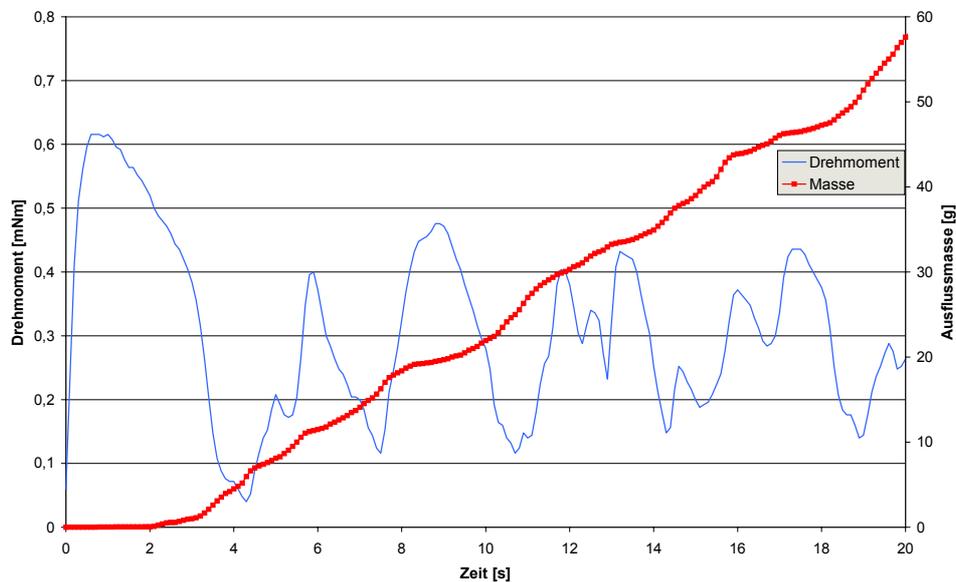


Abb. 5.25 Drehmoment-Masseverlauf Laktose SS 5; 5 Elemente; 15,8 U/min

Für die Anpassung der Kurven wurden die Werte zwischen 5 s und 16 s herangezogen und das Ergebnis in Abb. 5.26 dargestellt. Man sieht, dass die Kurven im untersuchten Bereich durch die Anpassung fast deckungsgleich sind. Die Anpassungsparameter ergaben für $\alpha = -0,87$ und $\beta = 0,57$.

Ergebnisse

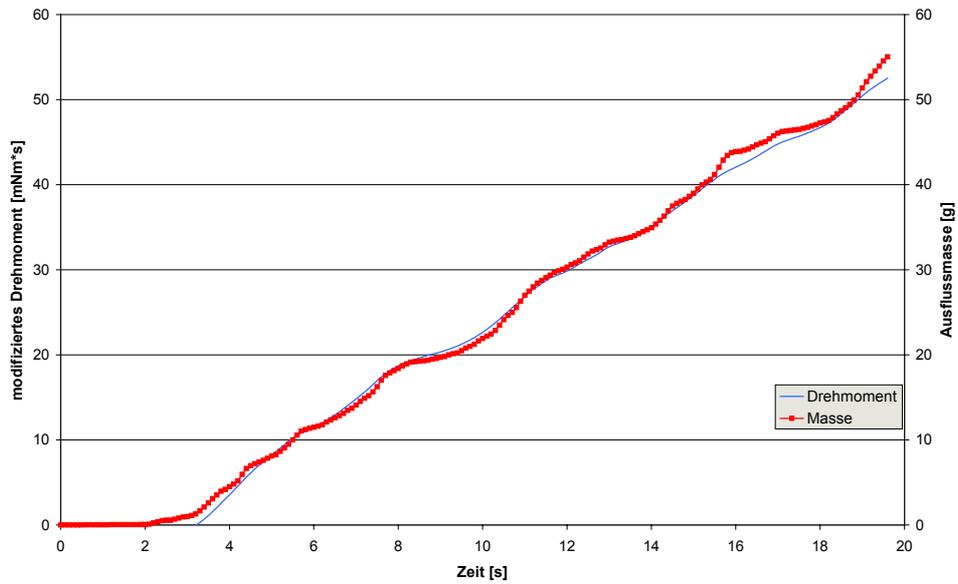


Abb. 5.26 *Angepasster Drehmoment-Masseverlauf Laktose SS 5; 5 Elemente; 15,8 U/min*

Zum Vergleich sei als weiteres Beispiel eine Untersuchung der Laktosefraktion SS 6 bei 19,8 U/min aufgeführt. Abb. 5.27 und Abb. 5.28 zeigen den Originalverlauf und die Modifikation. Hier lagen die Werte für $\alpha = -1,07$ und $\beta = 0,69$.

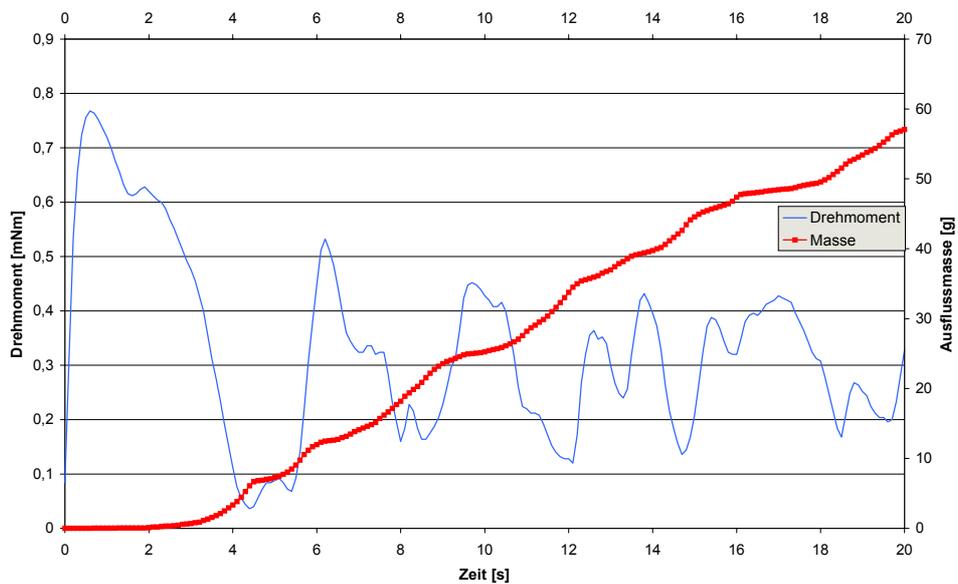


Abb. 5.27 *Drehmoment-Masseverlauf Laktose SS 6; 5 Elemente; 19,8 U/min*

Ergebnisse

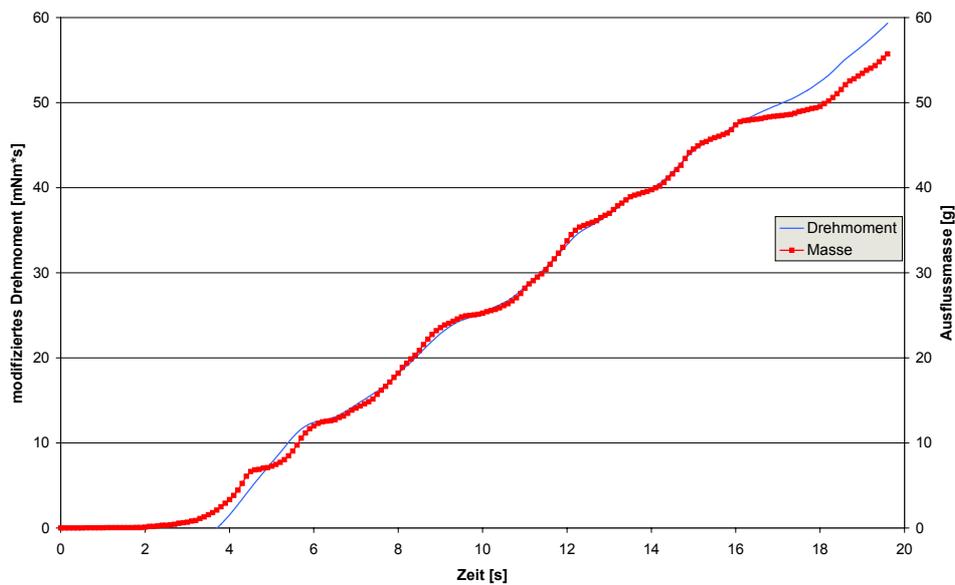


Abb. 5.28 Angepasster Drehmoment-Masseverlauf Laktose SS 6; 5 Elemente; 19,8 U/min

Auch hier sind die Kurven im untersuchten Bereich (5 s – 16 s) wie bei der Laktose SS 5 wieder fast deckungsgleich. Bei weiteren Untersuchungen beider Fraktionen mit anderen Rotationsgeschwindigkeiten konnten vergleichbare Ergebnisse erzielt werden. Dies legt den Schluss nahe, dass unter den gewählten Bedingungen das auftretende *Drehmoment proportional zur dadurch ausfließenden Masse* ist. Die Anpassungsparameter bewegen sich dabei in einem relativ begrenzten Rahmen ($-1,1 < \alpha < -0,8$; $0,6 < \beta < 0,9$). Diese Tatsache eröffnet die Möglichkeit, allein durch die Kenntnis der Drehmomentkurve die zugehörige Massekurve in einem relativ begrenzten Intervall abzuschätzen und umgekehrt.

Weiterhin wurde beobachtet, dass die Ausflusszeit für 60 g Schüttgut bei den gewählten Versuchsbedingungen für die Fraktion SS 5 unabhängig von der Drehzahl bei $48,19 \text{ s} \pm 1,86 \text{ s}$, und für die Fraktion SS 6 bei $21,93 \text{ s} \pm 1,78 \text{ s}$ lag.

Ergebnisse

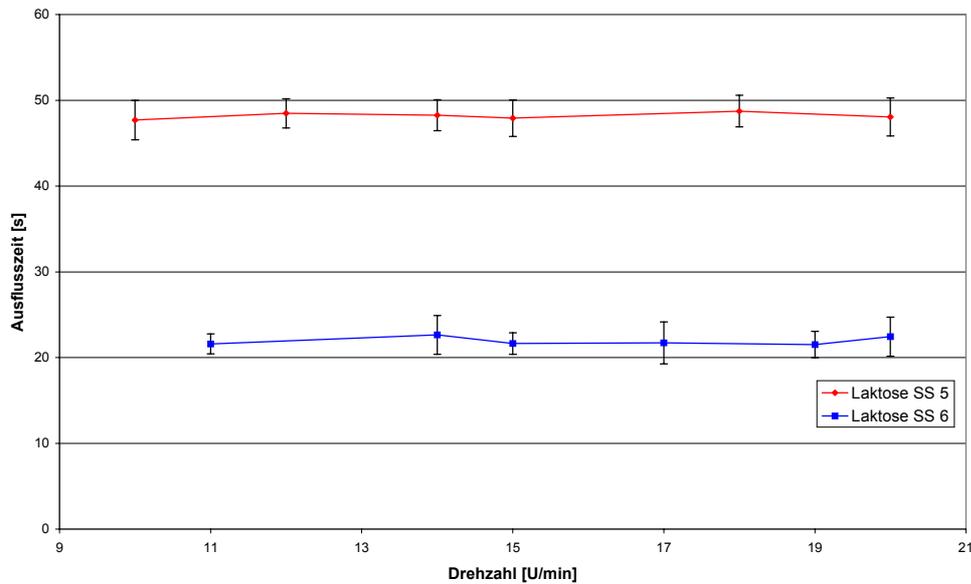


Abb. 5.29 Einfluss der Drehzahl auf die mittlere Ausflusszeit der verwendeten Laktosefraktionen (Fehlerbalken: \pm Standardabweichung)

Aus den Daten ergibt sich eine mittlere Ausflussrate von 1,2 g/s bzw. 2,7 g/s. Da sich die Drehmomentkurven durch eine gleichbleibende Transformation an die Massekurven anpassen lassen, folgt daraus, dass ein definiertes Gesamtdrehmoment benötigt wird, um eine bestimmte Masse ausfließen zu lassen. Diese Annahme konnte durch eine Versuchsreihe bestätigt werden, in der die Drehmomentwerte während der Datenerfassung integriert wurden. Für die gesichtete Laktose SS 6 (MgCl-Atmosphäre, Rührer mit fünf Elementen, sechs Wiederholungen) ergaben sich folgende Werte:

Rotationsgeschwindigkeit [U/min]	mittleres Gesamtdrehmoment [mNm*s]	Standardabweichung
14,2	5,69	0,29
17,0	5,46	0,31
19,8	5,60	0,24

Tab. 5.5 Vergleich der Gesamtdrehmomente bei unterschiedlichen Rotationsgeschwindigkeiten

5.4 Einfluss der Rührgeschwindigkeit auf das auftretende Drehmoment

Der Sinn des modifizierten Auslauftrichters lag darin, eine Messgröße für die Brückenbildungskräfte zu erhalten. Über das Drehmoment, welches zur Zerstörung der Brücken benötigt wird, sollten diese Kräfte messbar gemacht werden, wobei es unerheblich sein sollte, innerhalb welcher Zeit die für die Zerstörung benötigte Kraft aufgebracht wird.

Folglich müssten die auftretenden Drehmomentmaxima unabhängig von der Rotationsgeschwindigkeit des Rührwerkzeuges sein. Um diese These zu überprüfen, wurden Untersuchungen mit der Laktosefraktion SS 5 durchgeführt. Hierzu wurden etwa 60 g der Laktose in den Trichter eingefüllt. Der verwendete Rührer besaß fünf Elemente, deren Länge dem Konuswinkel des Trichters folgten. Alle Messungen wurden unter denselben klimatisierten Bedingungen (25 °C, 33 % relative Luftfeuchte s.5.3.2) durchgeführt. Die Ergebnisse sind in Tab. 5.6 und Abb. 5.30 dargestellt.

Rotationsgeschwindigkeit [U/min]	M	M	M	M	M	Mittelwert [mNm]	sdv (M) [mNm]
	max. 1 [mNm]	max. 2 [mNm]	max. 3 [mNm]	max. 4 [mNm]	max. 5 [mNm]		
0,5	4,26	4,58	4,69	4,21	4,12	4,37	0,25
1	4,23	4,15	4,27	4,71	4,05	4,28	0,25
2	4,23	4,07	4,53	4,77	4,35	4,39	0,27
3	4,62	4,19	4,01	4,51	4,90	4,45	0,35
4	4,71	4,14	4,84	4,38	4,52	4,52	0,27
5	4,20	4,50	4,10	4,90	4,60	4,46	0,32
10	4,30	4,04	4,12	4,50	4,44	4,28	0,20
15,4	4,02	4,98	4,81	4,15	4,26	4,44	0,42
21	4,58	5,00	4,08	4,24	4,35	4,45	0,36

Tab. 5.6 Einfluss der Rotationsgeschwindigkeit auf das maximale Drehmoment

Ergebnisse

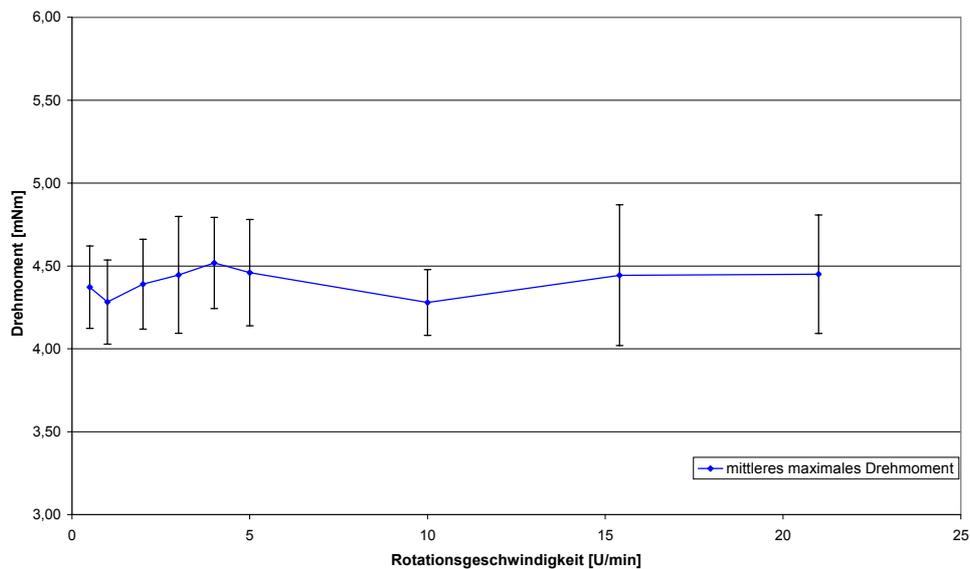


Abb. 5.30 Einfluss der Rührergeschwindigkeit auf das maximale Drehmoment (Fehlerbalken: \pm Standardabweichung)

Aus den Daten geht hervor, dass die Rührergeschwindigkeit im untersuchten Bereich keinen Einfluss auf das maximal auftretende Drehmoment besitzt. Dieses Ergebnis bestätigt die oben genannte These.

5.5 Einfluss der Rührerform auf das auftretende Drehmoment

Wie schon in Kapitel 5.1 dargestellt zeigen Pulver bei langsamen Rotationsgeschwindigkeiten ein stark pulsierendes Ausflussverhalten. Nun sollten der Einfluss der Rührerform auf dieses Ausflussverhalten und gleichzeitig der Ort der Brücken näher untersucht werden. Als Modellsubstanz wurde Starch® 1500 gewählt. Alle Versuche wurden unter klimatisierten Bedingungen (Standardbedingungen: 25 °C, 33 % relative Luftfeuchte) und immer mit der selben Probe (65 g) durchgeführt.

Die Untersuchungen wurden wiederum mit einem veränderbaren Rührer vorgenommen. Es handelt sich um einen Edelstahlstab (Materialnummer: 1.4305; \varnothing 2 mm), der im Abstand von 6 mm neun radiale Bohungen besitzt. In diese Bohungen können Röhrelemente unterschiedlicher Länge (rostfreier gehärteter Edelstahl, Fa. Dentaureum, Remanium®, SE 38657; \varnothing 0,7 mm) eingesetzt werden..

Ergebnisse

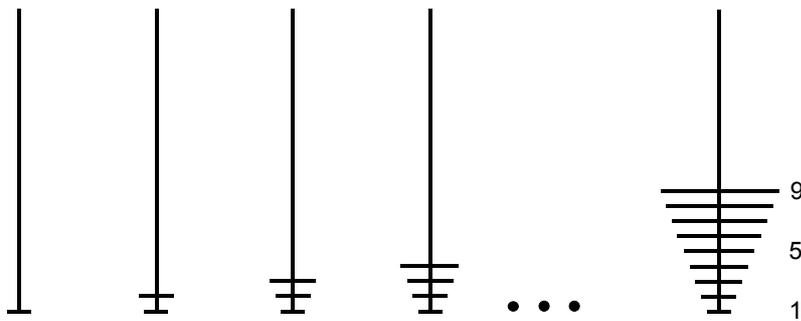


Abb. 5.31 Aufbau der verwendeten Rührer (Form A)

Die Länge der Elemente wurde so gewählt, dass sie dem Konuswinkel des Trichters folgen. Nun wurden die Röhrelemente, von unten (Auslauföffnung) beginnend, nacheinander eingesetzt und jeweils fünf Messungen mit dem Auslauftrichter durchgeführt.

Aus einem Vorversuch mit einem 5-Element-Rührer wurde die optimale Rotationsgeschwindigkeit von 0,08 U/min ermittelt. Bei dieser Geschwindigkeit sind die Massesprünge scharf ausgeprägt, wobei die Messzeit in einem akzeptablen Zeitrahmen (zirka 300 s) bleibt.

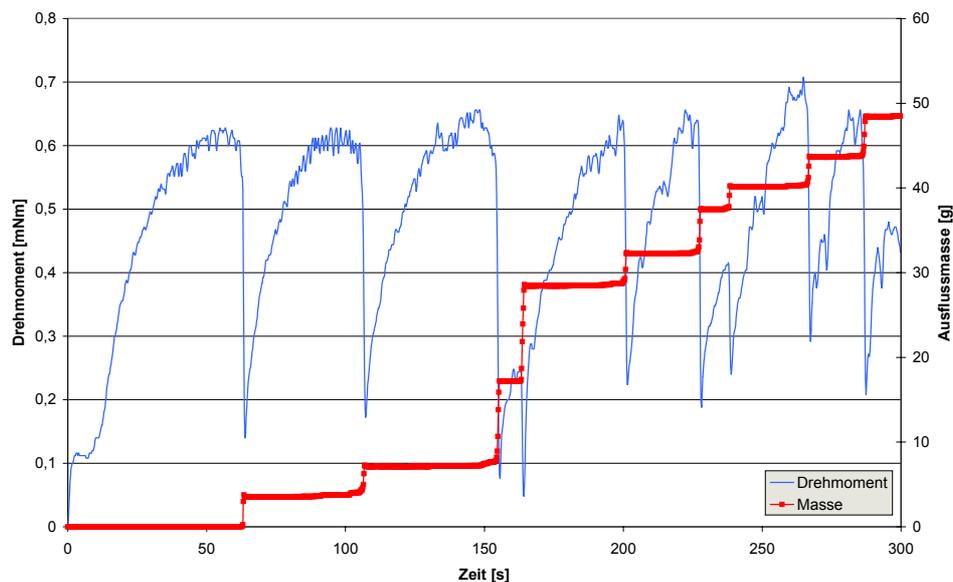


Abb. 5.32 Drehmoment- Masseverlauf Starch® 1500, 0,08 U/min, 5er Rührer; Standardbedingungen

Wie in Abb. 5.32 zu sehen ist, zeigt Starch® 1500 ein sehr ausgeprägtes „lawinenartiges“ Fließen. Gleichzeitig bleiben die Maxima der Drehmomentpeaks während der Messung relativ konstant. Die Werte dieser Maxima wurden auch für die Auswertung herangezogen. Eine Auffälligkeit bestand in den immer stärker werdenden Schwankungen des Drehmomentes zum Peakmaximum hin. Dieser Effekt wurde um so größer, je mehr Elemente der Rührer enthielt.

Ergebnisse

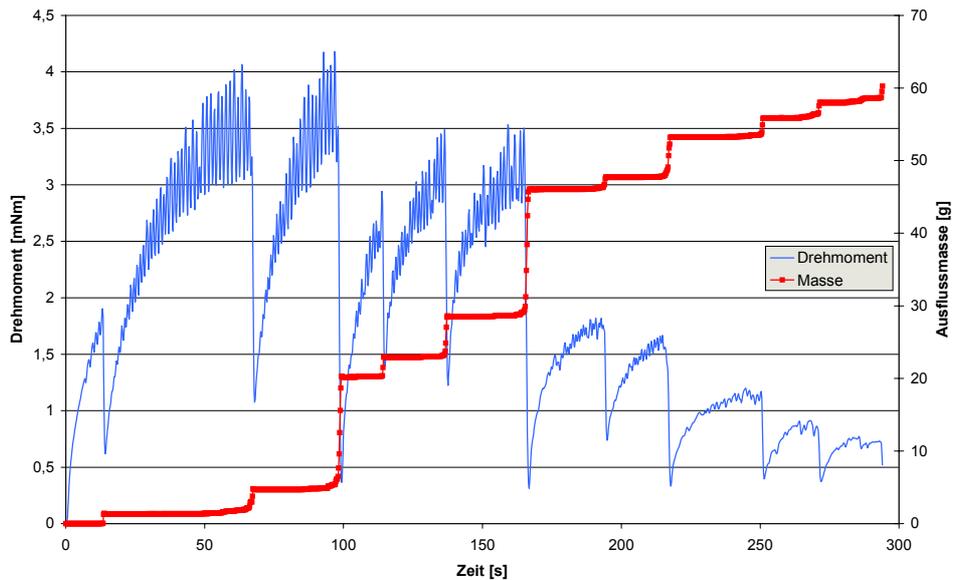


Abb. 5.33 Drehmoment-Masseverlauf Starch® 1500, 0,08 U/min, 9er Rührer; Standardbedingungen

Wie aus Abb. 5.33 hervorgeht, erreicht diese Schwankung bei einem Rührer mit neun Elementen bereits eine Größenordnung von etwa 1,0 mNm. Dieser Umstand erschwerte die Auswertung erheblich. Daher war es wichtig zu wissen, worauf dieser Effekt zurückzuführen wäre. Da an der Durchführung sonst nichts verändert wurde lag die Vermutung nahe, dass die Ursache im Rührer zu suchen war. Durch einen Austausch gegen einen Rührertyp, wie er von Weigand⁵ mit dem Rotovisko verwendet wurde (Kapitel 4.2.8), konnte dieser Effekt stark reduziert werden. Es wird daher vermutet, dass sich die dünnen Rührstäbe unter der Last nach dem Federgesetz verbiegen. Überschreitet die Federspannkraft die zur Fortführung der Bewegung notwendige Kraft, so tritt eine ruckartige Bewegung ein. Diese ist dann mit einem kurzzeitigen Rückgang des Drehmomentes verbunden. Da aber bereits gehärtete Stähle für die Konstruktion der Rührer verwendet wurden, ist hier keine weitere Verbesserung (außer man erhöht die Materialstärke) möglich.

Da die Schwankungen noch nicht restlos beseitigt waren, musste noch ein anderer Parameter daran beteiligt sein. Beim genauen Beobachten des Aufbaus während einer Messung fiel auf, dass die Messwelle durch feine ruckartige Bewegungen nicht völlig „rund“ lief. Es zeigte sich, dass diese Ungleichmäßigkeit auf das Lagerpiel in der verwendeten Doppelkardan-Kupplung zurückzuführen war. Ein Austausch gegen die von HBM gelieferte Faltenbalgkupplung konnte die Schwankungen nur in Verbindung mit einem „stabileren“ Rührer beseitigen. Leider zeigten sich bei Verwendung dieser Kupplung die bereits beschriebenen (Kapitel 5.2.5) Nachteile.

Ergebnisse

Trotzdem wurde im Weiteren an der Verwendung der Doppelkardan-Kupplung festgehalten, da der Schwankungseffekt hauptsächlich bei „großen“ Rührern und im weniger interessanten Bereich außerhalb der Brückenzone auftritt.

Für die Auswertung der Kurven wurde der über die Schwankungen hinweg gemittelte Maximalwert des Drehmoments herangezogen.

Bei späteren Untersuchungen mit einer anderen Substanz (Prosolv® SMCC 50) traten die zuvor bei Starch® 1500 beobachteten Schwankungen trotz vergleichbarer Versuchsbedingungen nicht auf (Abb. 5.34).

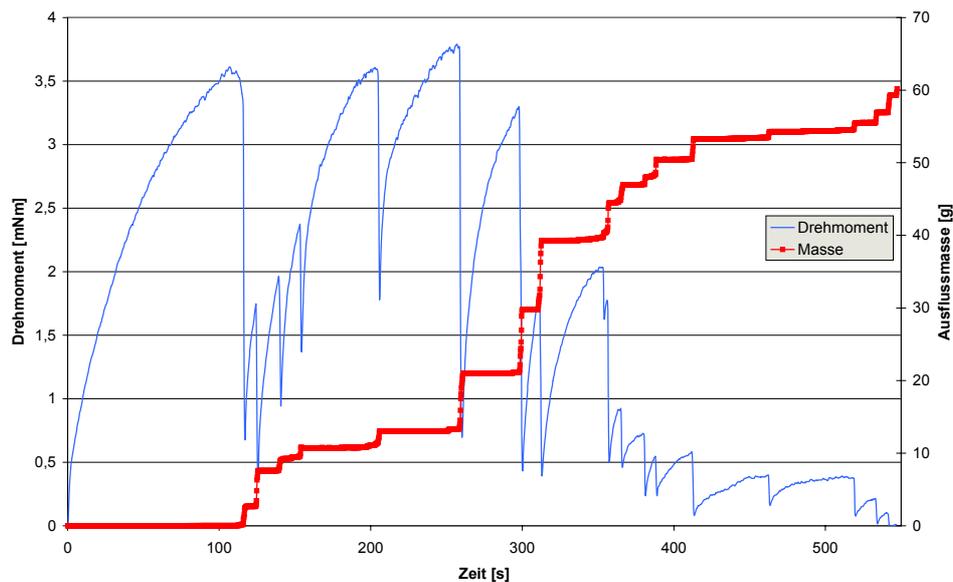


Abb. 5.34 Drehmoment-Masseverlauf Prosolv® SMCC 50, 0,04 U/min, 9er Rührer, Standardbedingungen

Hieraus wurde gefolgert, dass dieser Effekt, der durch die beschriebenen mechanischen Gegebenheiten auftritt, auf einer *Materialeigenschaft* beruht.

Ergebnisse

Anzahl der Elemente	mittleres max. Drehmoment [mNm]	Standardabweichung [mNm]
1	0,02	0,00
2	0,05	0,00
3	0,14	0,01
4	0,37	0,05
5	0,58	0,08
6	0,90	0,15
7	1,50	0,25
8	2,30	0,30
9	3,34	0,43

Tab. 5.7 Gemittelte maximale Drehmomente in Abhängigkeit des Rührers

In Tab. 5.7 ist das Ergebnis dieser Untersuchung aufgelistet. Jedoch sind die Werte für die Rührer mit ein bis drei Elementen wenig repräsentativ, da hier nur ein kleiner Teil des Pulvers aus dem Trichter entleert wurde. Erst durch Hinzufügen eines vierten Elements floss das Pulver vollständig aus. Auch hier kam es nach Entfernen des kleinsten Rührelements zu keiner Entleerung des Trichters. Es stellte sich heraus, dass das Drehmoment mit zunehmender Anzahl der Rührelemente überproportional anstieg. Ein Vergleich der Werte in Bezug auf diese Anzahl kann nicht sinnvoll sein, denn das Drehmoment ist proportional zum Hebelarm, der immer länger wird.

Gl. 5.13	$M = F \cdot l$
----------	-----------------

M	Drehmoment [Nm]
F	Kraft [N]
l	Länge des Hebelarms [m]

Daher war nach einer Darstellungsmöglichkeit zu suchen, die diese Tatsache berücksichtigt. Außerdem musste ein Zusammenhang gefunden werden, der die Abhängigkeit des Drehmoments vom Radius des Rührstabes angibt. Diese wurde in Gl. 5.14 gefunden.

Gl. 5.14	$M(r) = \frac{1}{3} \cdot K \cdot r^3$
----------	--

r	Radius des Rührstabes
K	Konstante

Die Herleitung der Gl. 5.14 ist im Anhang 8.4 aufgeführt.

Ergebnisse

Gl. 5.14 zeigt, dass das *Drehmoment* von r^3 abhängig ist. In den Versuchen werden allerdings Rührer verwendet, die aus mehreren Röhrelementen bestehen. Folglich muss das gemessene Drehmoment eine Summe der Drehmomente sein, die von den einzelnen Elementen hervorgerufen werden. Um die gemessenen Drehmomente in einem Diagramm darstellen zu können, muss auf der X-Achse diese Summe aufgetragen werden. In Tab. 5.8 sind die Daten der Rührer aufgeführt.

Anzahl der Elemente	Länge des Röhrelements [mm]	(Länge des Röhrelements) ³ [mm ³]	Doppelseitiger Rührer [mm ³]	Summe [cm ³]
1	5,00	125,00	250,00	0,25
2	7,18	370,74	741,48	0,99
3	9,37	822,04	1644,07	2,64
4	11,55	1541,38	3082,77	5,72
5	13,74	2591,27	5182,54	10,90
6	15,92	4034,19	8068,38	18,97
7	18,10	5932,62	11865,24	30,83
8	20,29	8349,06	16698,11	47,53
9	22,47	11345,99	22691,98	70,22

Tab. 5.8 Rührerdaten in Abhängigkeit der Elementanzahl

Für das weitere Vorgehen wurde folgende Annahme gemacht: Die „Viskosität des Pulvers“ ist in allen Bereichen des Trichters gleich. Falls diese Hypothese zutrifft, müsste sich eine lineare Abhängigkeit des Drehmoments von der in Tab. 5.8 angegebenen Summe ergeben.

Zunächst musste jedoch praktisch überprüft werden, ob der in Gl. 5.14 und Tab. 5.8 beschriebene Zusammenhang Gültigkeit besitzt. Daher wurde ein Versuch mit einer idealviskosen Flüssigkeit durchgeführt. Die Angriffsfläche der verwendeten Rührer ist jedoch sehr klein, sodass eine Flüssigkeit hoher Viskosität verwendet werden muss. Die Wahl fiel auf Silopren® U 165 (vinylendgestoppte Polydimethylsiloxankette, Bayer Silicones, Leverkusen) mit der Viskosität von 165 Pa·s bei 20 °C (Herstellerangabe).

Zur Versuchsdurchführung wurde der Aluminiumtrichter durch ein Becherglas (250 ml, hohe Form, Ø 55 mm) ersetzt. In das Becherglas wurden 150 ml Silopren® U 165 eingefüllt. Nun wurde der Rührer analog zum Versuch mit Starch® 1500, mit dem kleinsten Element beginnend, aufgebaut. Für jeden Rührer wurde eine Messung des Drehmomentes bei 4,5 U/min für die Dauer von 60 Sekunden durchgeführt. Die erhaltenen Messwerte wurden jeweils gemittelt (maximale

Ergebnisse

Standardabweichung: 0,07 bei neun Elementen) und in einem Diagramm aufgetragen. Abb. 5.35 zeigt das Ergebnis dieser Überprüfung in Form der erwarteten Ursprungsgerade.

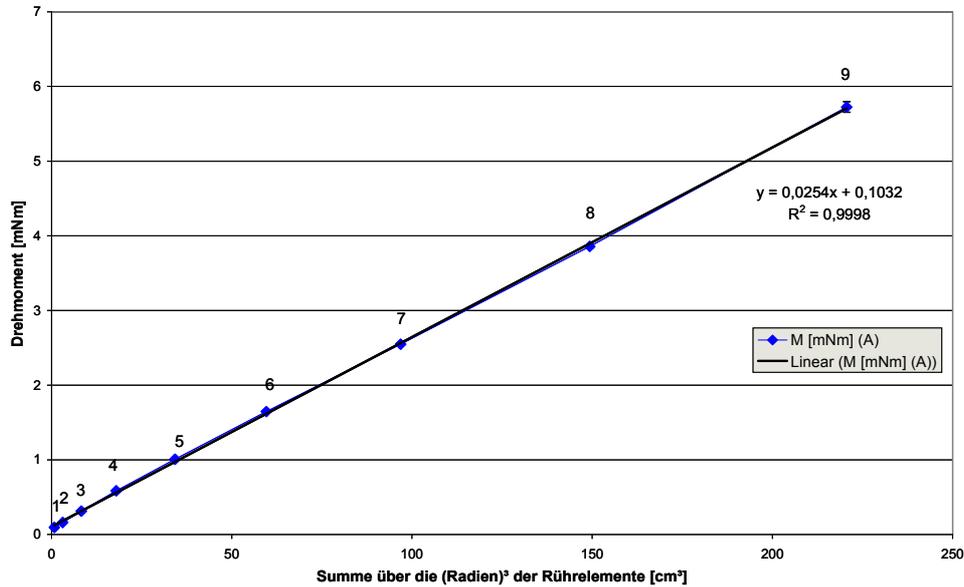


Abb. 5.35 Drehmomente von Silopren® U 165 bei 4,5 U/min; 21 °C (Fehlerbalken: \pm Standardabweichung)

Damit können die Werte aus Tab. 5.8 nun ebenfalls in einem Diagramm dargestellt werden.

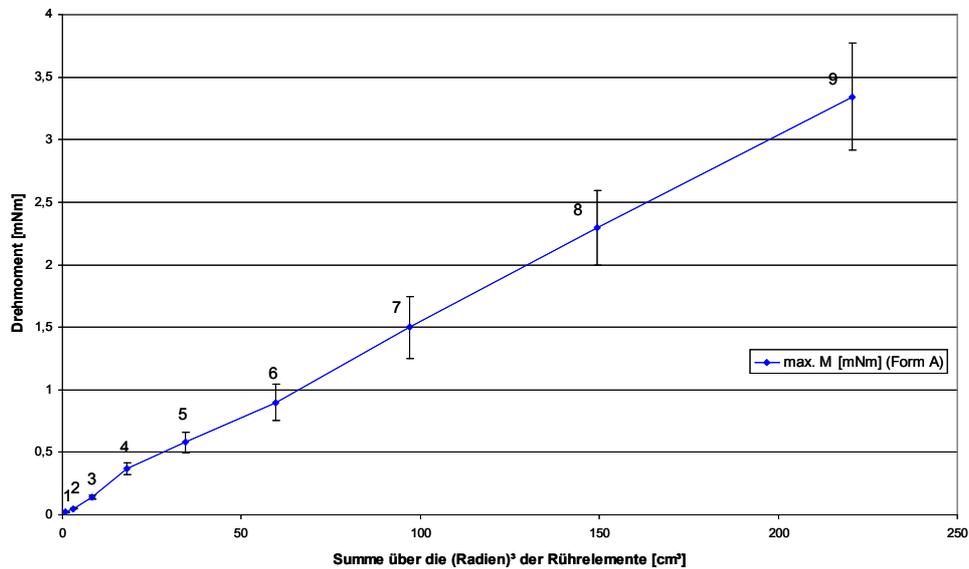


Abb. 5.36 Drehmomentdarstellung von Starch® 1500 bei 0,08 U/min; Standardbedingungen (Fehlerbalken: \pm Standardabweichung)

Deutlich ist hier der starke Anstieg des Drehmomentes zwischen dem Rührer mit drei bzw. vier Elementen zu sehen. Diese Abweichung von der Linearität ist ein

Ergebnisse

Indiz für die in diesem Bereich vorhandenen Brücken. Bei mehr als fünf Elementen erfolgt eine lineare Zunahme des Drehmomentes (bezogen auf r^3). Da sich in diesem Bereich keine Brücken mehr ausbilden, ist das Drehmoment hier nur auf ein Durchmischen des Pulvers zurückzuführen. In Bezug auf die Untersuchungen mit Silopren® zeigt Starch® 1500 hier sogar ein praktisch „idealviskoses“ Verhalten.

Wie in Kapitel 2.5 beschrieben können Pulver ein unterschiedliches Ausflussverhalten haben. Bei einem Kernfluss bleibt Pulver in Randzonen stehen und wird erst am Ende oder auch gar nicht aus dem Trichter ausgetragen. In diesen Zonen müsste das Pulver eine höhere Schüttdichte und damit auch eine größere Festigkeit besitzen. Es stellte sich nun die Frage, ob es mit dem modifizierten Auslaufrichter möglich sei, diese Unterschiede im Fließverhalten messbar zu machen. Hierzu müssten Messungen an einer Substanz mit der Rührerform A (Abb. 5.31) und mit einer anderen Rührerform durchgeführt werden. Diese zweite Rührerform müsste sich von der ersten dadurch unterscheiden, dass sie oberhalb der Brückenzone nur noch in der lockeren Kernflusszone rührte. In Abb. 5.37 ist deren Aufbau dargestellt.

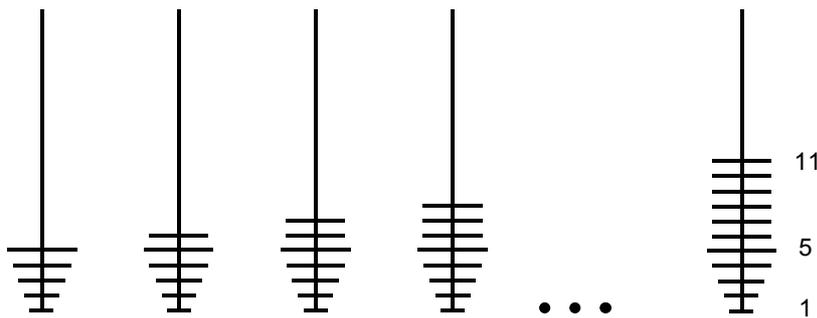


Abb. 5.37 Aufbau der verwendeten Rührer (Form B)

Während der Untersuchungen von Starch® 1500 wurde beobachtet, dass die Substanz nach dem Modell des Kernflusses ausfließt. Daher wurde Starch® 1500 mit der Rührerform B noch einmal untersucht. Das Diagramm Abb. 5.38 zeigt das erhaltene Ergebnis im Vergleich zum vorherigen.

Ergebnisse

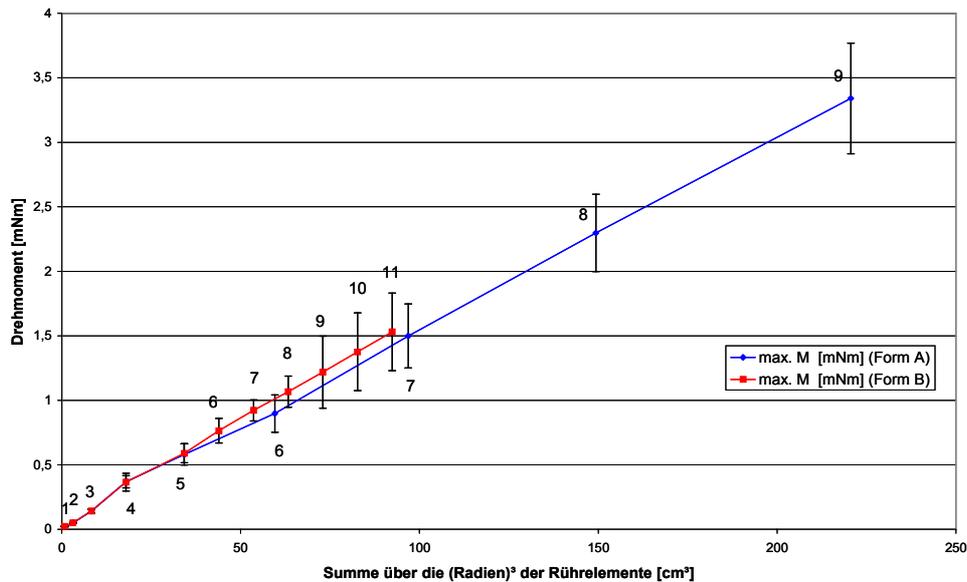


Abb. 5.38 Drehmomentdarstellung von Starch® 1500 bei 0,08 U/min; 25 °C; 33 % relative Luftfeuchte (Fehlerbalken: \pm Standardabweichung)

Oberhalb der Brückenzone geht der Kurvenverlauf für die Rührerform B auch in eine Gerade über. Diese verläuft allerdings etwas oberhalb der Kurve mit Rührerform A. Wegen der relativ hohen Standardabweichung unterscheiden sich diese Werte jedoch nicht signifikant. Da Starch® 1500 unter den gewählten Bedingungen Kernfluss zeigt, müsste der zuvor aufgestellten Hypothese folgend die Kurve für Form B auf jeden Fall unterhalb von Kurve für die Form A verlaufen. Außerdem wäre mit steigender Höhe der Rührer im Trichter eine Abflachung der Kurve zu erwarten gewesen, weil die Rührerlemente unmittelbar oberhalb der Brückenzone noch relativ nahe an der Trichterwand sind. Daher wären hier eher höhere Drehmomente anzunehmen gewesen. Offenbar lässt die gewählte Methode keinen Rückschluss auf das Ausflussverhalten zu.

Um dieses Ergebnis abzusichern wurde mit Prosolv® SMCC 50 noch eine weitere Substanz untersucht. Diese zeigte im Vergleich zu Starch® 1500 ein deutlich verbessertes Ausflussverhalten nach dem Massefluss. Da der Brückenaufbau hier viel langsamer erfolgte, musste zur Untersuchung die Rotationsgeschwindigkeit auf die Hälfte (0,04 U/min) reduziert werden. So war es möglich, vergleichbare Ausflussraten und Drehmoment / Massekurven zu erhalten. Auch hier wurden die gleichen zwei Versuchsreihen mit identischer Auswertung durchgeführt. Die Kurvenverläufe für die beiden Rührertypen sind in Abb. 5.39 dargestellt.

Ergebnisse

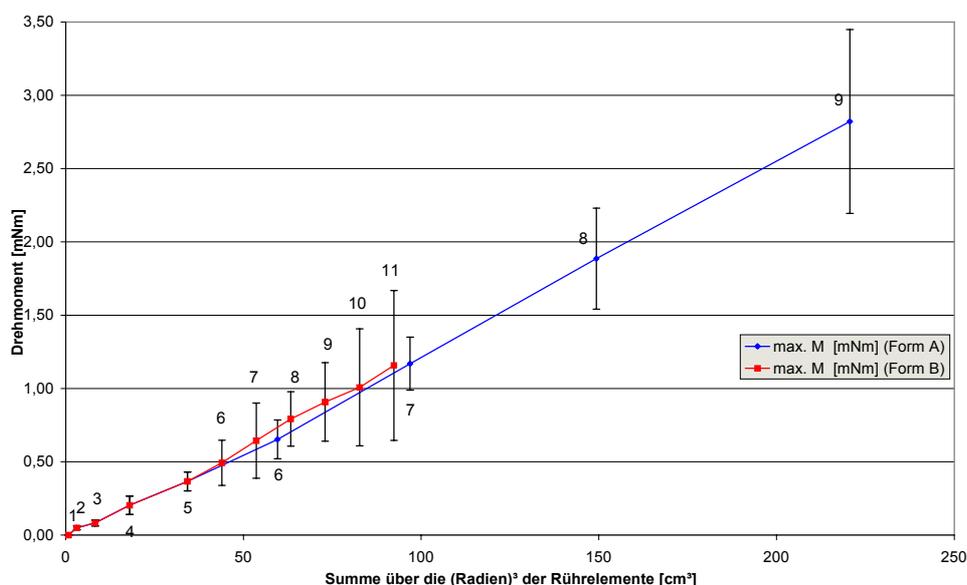


Abb. 5.39 Drehmomentdarstellung von Prosolv® SMCC 50 bei 0,04 U/min; 25 °C; 33 % relative Luftfeuchte (Fehlerbalken: \pm Standardabweichung)

Das Diagramm zeigt einen fast identischen Verlauf wie bei Starch® 1500, wobei die Standardabweichungen hier noch größer sind. Auch hier verläuft die Kurve für die Rührerform B nicht signifikant über der von Form A. Es bestätigt sich die Aussage, dass mit dem modifizierten Auslauftrichter unter den gewählten Bedingungen keine Vorhersage über das Ausflussverhalten gemacht werden kann.

Aufgrund des besseren Fließverhaltens von Prosolv® SMCC 50 waren die Absolutwerte für das Drehmoment im Vergleich zu Starch® 1500 geringer. Ebenso zeigte Prosolv® SMCC 50 die am Anfang dieses Kapitels beschriebenen Schwankungen des Drehmoments nicht. Dies ist offenbar auch ein Indiz für das bessere Fließverhalten.

Die verwendeten Substanzen (Starch® 1500 und Prosolv® SMCC 50) besitzen eine relativ breite Partikelgrößenverteilung. Da immer die selbe Probe untersucht wurde, musste prinzipiell mit einer Veränderung der Konsistenz der Proben (Partikelgrößentrennung) durch dem Messvorgang gerechnet werden. Um dies auszuschließen, wurden im Anschluss an die Messungen nochmals die Größe und Form der Partikel mittels Laserbeugung und Rasterelektronenmikroskopie untersucht. Die Ergebnisse sind in Abb. 5.40 bis Abb. 5.43 dargestellt.

Ergebnisse

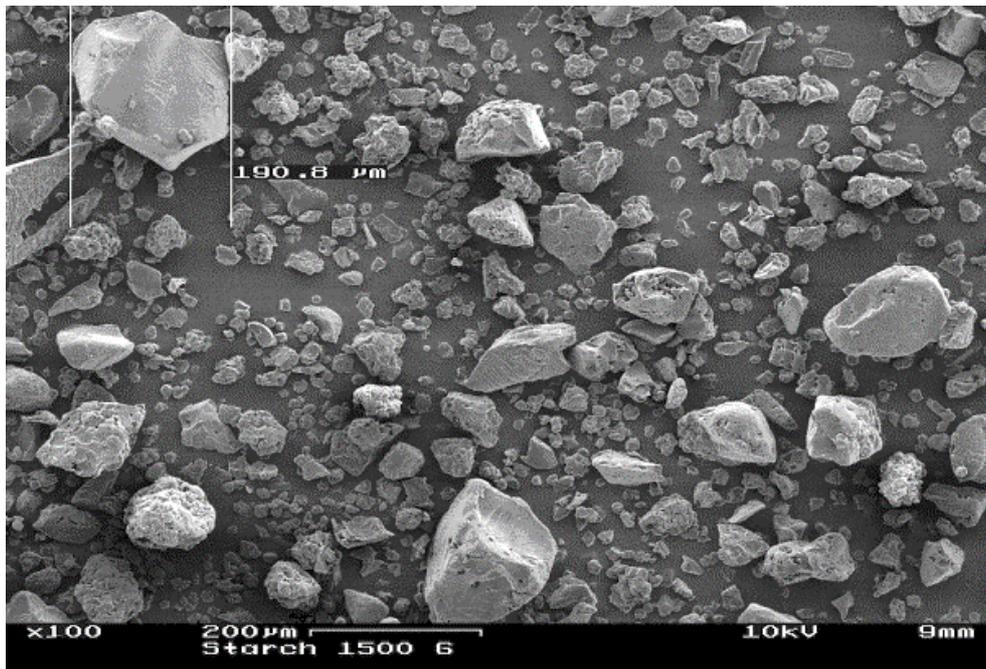


Abb. 5.40 REM-Aufnahme von Starch® 1500 nach den Messungen

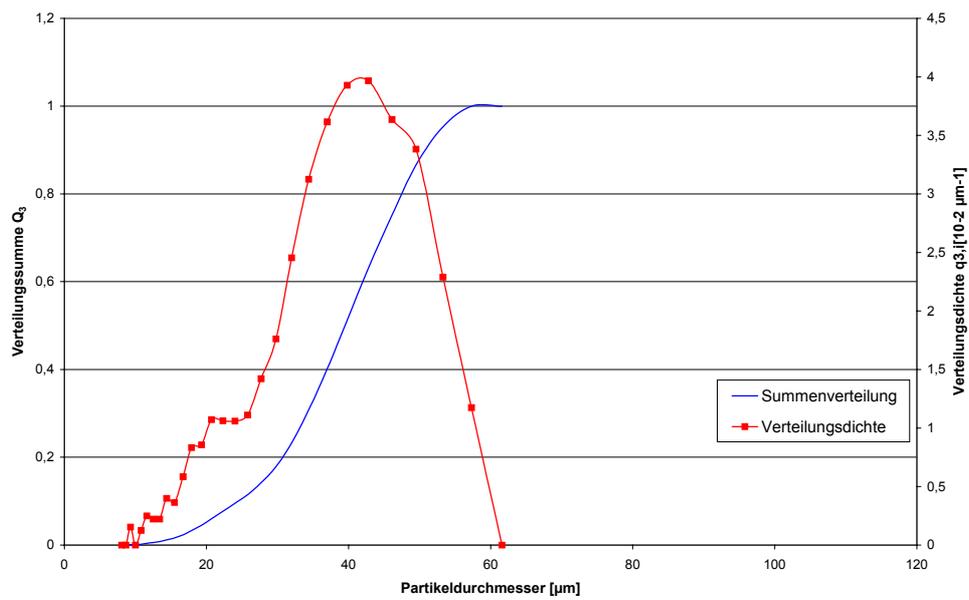


Abb. 5.41 Partikelgrößenverteilung von Starch® 1500, bestimmt mit Malvern Particle Sizer® 2600 nach den Messungen

Ergebnisse

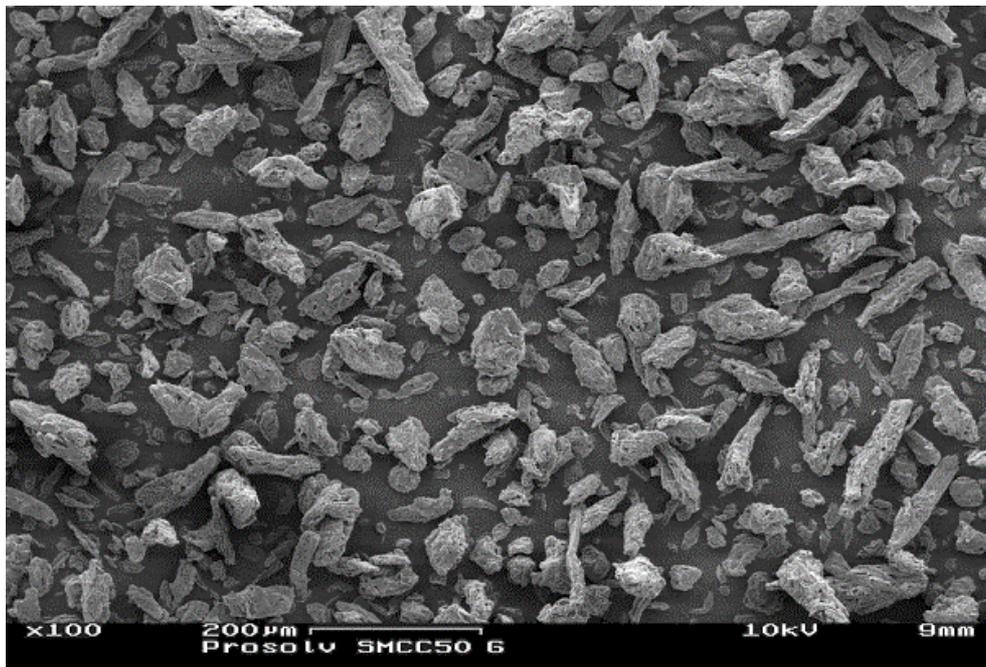


Abb. 5.42 REM-Aufnahme von Prosolv® SMCC 50 nach den Messungen

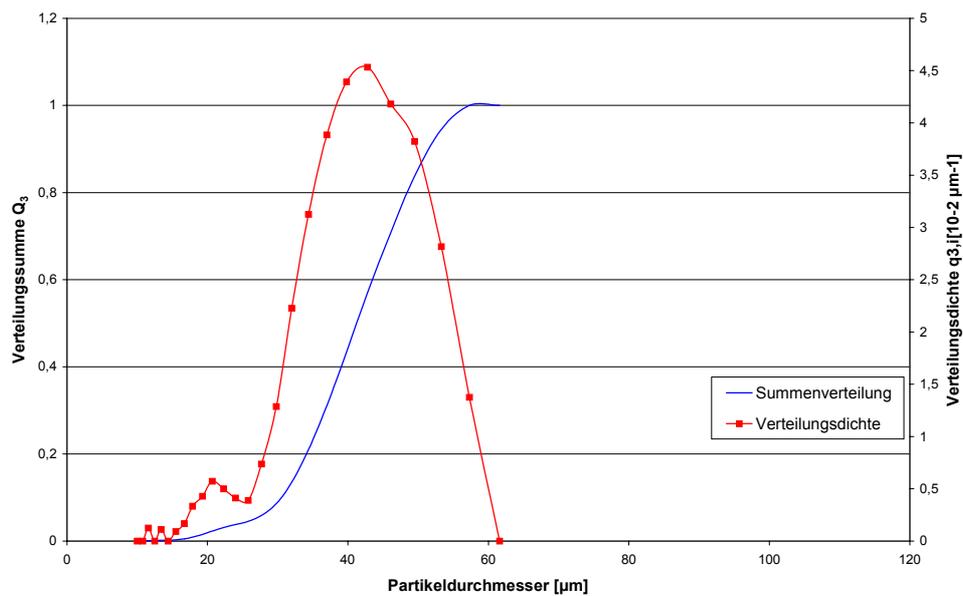


Abb. 5.43 Partikelgrößenverteilung von Prosolv® SMCC 50, bestimmt mit Malvern Particle Sizer® 2600 nach den Messungen

Vergleicht man die Messergebnisse mit den in Kapitel 4.1 dargestellten Daten, so kann kein Unterschied festgestellt werden. Es kann also davon ausgegangen werden, dass erwartungsgemäß keine Veränderung der Proben durch die Messungen eingetreten ist.

5.6 Einfluss der Rührergröße auf das Ausflussverhalten

Eine weitere Frage zum Verständnis der Brückenbildung bestand darin, ob zusätzliche Rührstäbe oberhalb der Brücken das Ausflussverhalten beeinflussen würden. Einen ersten Anhaltspunkt konnten hierzu die Gesamtausflusszeit bzw. die Ausflussrate geben. Hierfür wurden die bereits durchgeführten Messungen (Anzahl der Rührelemente größer oder gleich vier; s. 5.5) bei Starch® 1500 analysiert. Unter Anwendung eines Scheffé-Tests (SAS 8.0; s. 5.2.2; Programm s. Anhang 7.6) wurden die mittleren Ausflusszeiten einer definierten Pulvermenge in Abhängigkeit von der Anzahl der verwendeten Rührelemente untersucht.

Anzahl der Rührelemente []	Mittelwert der Ausflusszeit [s]	Standardabweichung [s]	Gruppenzugehörigkeit nach Scheffé-Test
4	439,2	53,28	A
5	311,4	36,35	A
6	274,6	31,79	A
7	295,4	35,33	A
8	275,8	29,68	A
9	290,6	39,49	A

Tab. 5.9 Einfluss der Anzahl der Rührelemente auf die Ausflusszeit von Starch®1500 (60 g Ausflussmasse); Test nach Scheffé

Weil alle Mittelwerte der gleichen Scheffé-Gruppe angehörten folgte daraus, dass *die Rührerform keinen Einfluss auf die Ausflusszeit* besitzt. Für eine Masse von 60 g Pulver wurden im Geamtmittel 314,5 s \pm 67,8 s (30 Messungen) benötigt.

Da mit der beschriebenen Auswertung keine Veränderung innerhalb der Ausflusszeit ermittelt werden konnte, ist es für die Ausflussgeschwindigkeit offenbar nur entscheidend, dass die Brücken durch das Rühren zerstört werden. Ein zusätzliches Rühren oberhalb der Brücken führt nur zu einer Durchmischung des Pulvers.

Bei der Analyse der Drehmoment-Ausflussmassekurven fiel auf, dass die Größe der Massesprünge unabhängig von der Rührerform zu sein schien. Daher wurden diese Kurven einer genaueren Untersuchung unterzogen. Hierzu wurde die „Stufenhöhe“ der treppenförmigen Masseflusskurve für die Rührer mit unterschiedlicher Elementanzahl bei Starch® 1500 ausgemessen und in eine entsprechende Ausflussmasse umgerechnet. Hierbei konnten nur die Werte der Rührer (Form A) mit vier bis neun Elementen herangezogen werden, da nur bei diesen eine völlige

Ergebnisse

Entleerung des Trichters auftrat. Zunächst muss jedoch überprüft werden, ob die Wiederholung einer Messung zu reproduzierbaren Ergebnissen führt. Daher wurde aus den erhaltenen Werten getrennt nach Anzahl der benutzten Röhrelemente innerhalb jeder Einzelmessung Mittelwert und Standardabweichung berechnet. Mit diesen Werten wurde schließlich eine einfaktorielle Varianzanalyse (ANOVA) durchgeführt¹¹³. Die Nullhypothese lautete: Die Massepeaks für unterscheiden sich bei einer Messwiederholung nicht signifikant, bei einer Irrtumswahrscheinlichkeit von 5 %. Ist die Prüfgröße (F) also kleiner als der kritische F-Wert, so wird die Nullhypothese angenommen.

Anzahl der Röhrelemente	Prüfgröße für Varianzanalyse
4	0,11
5	0,074
6	0,11
7	0,42
8	0,40
9	0,13

Tab. 5.10 Ergebnisse der Varianzanalyse der Massesprünge von Starch® 1500; Abhängigkeit der Messwiederholung

Der kritische F-Wert unter Berücksichtigung der Anzahl der Freiheitsgrade (4 {Unterschiede zwischen den Gruppen}; 50 {Streuungsursache innerhalb der Gruppen}) liegt bei 2,56. Da alle Prüfgrößen in Tab. 5.10 kleiner als 2,56 sind, muss die Nullhypothese angenommen werden, was bedeutet, dass eine Messwiederholung keinen Einfluss auf die Massesprünge hat (Reproduzierbarkeit).

Im Weiteren wurden die Messwiederholungen als gleich betrachtet und ein Gesamtmittelwert mit Standardabweichung berechnet. Diese Mittelwerte für Rührer mit unterschiedlicher Anzahl von Elementen wurden schließlich einer zweiten einfaktoriellen Varianzanalyse unterzogen. Die Nullhypothese lautete nun: Die Anzahl der Röhrelemente (4 – 9) hat bei einer Irrtumswahrscheinlichkeit von 5 % keinen Einfluss auf die Massepeaks. Der Wert für die Prüfgröße (F) bei dieser Untersuchung lag bei 4,41. Der kritische F-Wert (vgl. oben 5; 24) beträgt 2,62. Die Nullhypothese muss folglich abgelehnt werden – die Rührerform *hat Einfluss* auf die Massepeaks. Die Werte für die Rührertypen (5 – 9) wurden einer weiteren Analyse mit gleicher Nullhypothese unterzogen. Hier lag der Wert der Prüfgröße (F) bei 0,441, bei einem kritischen F-Wert (4; 20) von 2,87. Damit kann die Nullhypothese angenommen werden. Für die Rührerformen (5 – 9) kann also *kein*

Ergebnisse

Unterschied bei den Massesprüngen festgestellt werden. Diese Ergebnisse sind in Abb. 5.44 grafisch dargestellt.

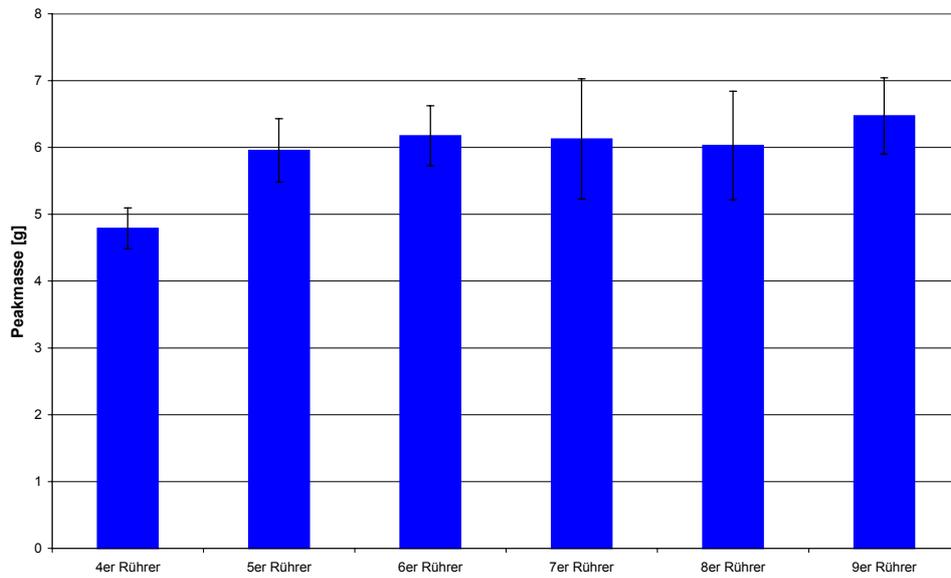


Abb. 5.44 Einfluss der Rührerform auf die Ausflussmasse (Fehlerbalken: \pm Standardabweichung)

6 Zusammenfassende Diskussion

Die Untersuchung der Brückenbildung mit Hilfe des modifizierten Auslauftrichters zeigte, dass sich die ausflussverhindernden Brücken nur im *unteren Viertel* (s. 5.1) des Trichters befinden. Diese können durch spezielle Rührwerkzeuge zerstört werden, wodurch das Pulver zum Ausfließen gebracht wird. Die Messung der dazu notwendigen Kräfte liefert Aufschluss über die Kohäsion des Pulvers. Bei den resultierenden Messungen geht ein ansteigender und wieder abfallender Drehmomentverlauf mit dem pulsierenden Ausfließen des Schüttgutes einher.

Selbst durch einen sehr langsam rotierenden Rührer gelang es, ein Pulver zum Ausfließen zu bringen. Es dauert dann nur entsprechend länger, bis die zur Zerstörung notwendige Energie in der Messwelle gespeichert ist. Daraus muss gefolgert werden, dass eine ausgebildete Brücke ein statisches Element mit sprödem Verhalten ist. Die Beschaffenheit des Pulvers lässt es offenbar nicht zu, die störende Einwirkung des Rührers durch nachrutschendes Schüttgut zu beheben und die alte Festigkeit wieder herzustellen. Daher wird diese Art der Brückenbildung auch als statisches Gewölbe bezeichnet. Diese Eigenschaft geht auch mit der Beobachtung konform, dass bei einer Steigerung der Rotationsgeschwindigkeit die Brücken schneller zerstört werden, da hier die notwendige Energie in kürzerer Zeit eingetragen wird. Von 0,5 – 3 U/min besteht hier sogar ein annähernd linearer Zusammenhang. Es bleibt aber festzustellen, dass eine Steigerung der Rotationsgeschwindigkeit nicht zwingend mit einer Verbesserung des Fließverhaltens einhergeht. Es existiert vielmehr eine *optimale Rotationsgeschwindigkeit*, bei der die schnellste Entleerung eines Trichters oder Silos erreicht wird. Diese ist am *Übergang vom pulsierenden zum kontinuierlichen Fließen* erkennbar. Demzufolge könnte die Anordnung im modifizierten Auslauftrichter bei hohen Umdrehungszahlen des Rührers auch als *Dosierungseinrichtung* verwendet werden, da pro Zeiteinheit eine nahezu konstante Masse ausgetragen wird.

Wie durch die mathematische Transformation der Kurven gezeigt werden konnte, *korrelieren das gemessene Drehmoment und die zugehörige Ausflussmasse*. Diese Aussage ist jedoch auf einen Drehzahlbereich des Rührers von 10 bis 20 U/min beschränkt, da die bei langsameren Rotationsgeschwindigkeiten erhaltenen Sprungkurven die durchgeführte Transformation nicht zulassen. Offenbar wird bei hohen Rotationsgeschwindigkeiten eine andere Art als die statische Brückenbildung beobachtet. Es wird daher vermutet, dass die in Kap. 2.5 beschriebenen dynamischen Gewölbe hierfür verantwortlich sind.

Zusammenfassende Diskussion

Der von Weigand⁵ entwickelte modifizierte Auslauftrichter besaß für die veränderte Fragestellung der Arbeit nicht die notwendigen messtechnischen Voraussetzungen. So war die Auflösung des Messsignals zu grob, die minimal einstellbare Drehzahl noch zu schnell und die Synchronisation der Messdaten zu ungenau. Weiterhin war die Bedienung des Gerätes relativ unkomfortabel. Daher waren zu Beginn der Arbeit technische Veränderungen notwendig. Es zeigte sich jedoch schnell, dass ein Umbau durch Austausch einzelner Komponenten keine wesentliche Verbesserung zur Folge gehabt hätte. Daher war eine völlige *Neukonstruktion des Messgerätes* notwendig. Hierbei durften die Funktionsweise sowie die Bedienbarkeit und Erweiterungsmöglichkeit des fertigen Messgerätes nicht aus den Augen verloren werden. Um die Komponenten zu einer funktionsfähigen Messvorrichtung zusammenzufügen, mussten Schnittstellen zwischen Antriebsmotor, Messwelle, Rührer, Auslauftrichter und Waage angefertigt werden. Schließlich musste noch eine Steuerungssoftware für das neue Messgerät programmiert werden. Diese sollte gleichzeitig auch die Messwerterfassung und die Auswertung der Messwerte ermöglichen. All dies ließ sich mit der ausgewählten Softwareplattform Catman[®] realisieren, wobei hier noch längst nicht die gesamte Leistungsfähigkeit dieser Software ausgenutzt wurde. Einer späteren Weiterentwicklung des Messgeräts steht also von dieser Seite aus nichts im Wege. Es stellte sich als entscheidender Vorteil heraus, das Messgerät aus einzelnen Komponenten zusammenzustellen. Die dadurch erhaltene Flexibilität im Aufbau erleichterte es, punktuell einzelne Verbesserungen durchzuführen. Auf diese Weise war eine individuelle Anpassung und Weiterentwicklung des Gerätes während der Benutzung gegeben.

Die Durchführung der Messungen unter konditionierten Bedingungen stellte ebenfalls einen entscheidenden Schritt für leichter reproduzierbare Ergebnisse dar. Nur so war es möglich, die erheblichen Einflüsse schwankender Umgebungsluftfeuchten auszuschalten. Zwar gelten die benutzten Substanzen als nicht hygroskopisch, dennoch adsorbieren sie offenbar geringe Mengen an Wasser auf ihrer Oberfläche. Die genaue Kenntnis dieser Wassermenge war für die Entwicklung einer neuen Messmethode jedoch un-erheblich. Entscheidender war vielmehr die Erkenntnis, dass die Umgebungs-luftfeuchte gravierenden Einfluss auf das Messergebnis nahm. Daher konnte auf eine Klimatisierung des Messgerätes unmöglich verzichtet werden.

Wurden dynamische Brücken im Drehzahlbereich von 10 bis 20 U/min betrachtet, so war ein direkter Vergleich der Messwerte für Ausflussmasse und Drehmoment nicht möglich, denn die Messwelle gab immer das jeweils aktuell anliegende Drehmoment in Bezug auf den Nullwert als Messgröße aus. Das Signal der Waage hingegen stellte immer eine Summe der bereits ausgeflossenen Masse dar. Daher

Zusammenfassende Diskussion

konnte das Massensignal als integrale Größe aufgefasst werden. Um den Zusammenhang zwischen aufgetretenem Drehmoment und zugehörigem Massefluss aufzeigen zu können war daher eine mathematische Transformation der Messwerte notwendig. Hierzu waren prinzipiell zwei Vorgehensweisen möglich: Entweder man integriert das Drehmomentsignal über die Zeit, oder man leitet die Werte der Ausflussmasse gegen die Zeit ab. Messwerte unterliegen aber immer einem Signalrauschen, das sich in kleineren Schwankungen im Absolutwert äußert. Eine differentielle Betrachtungsweise würde diesen Effekt unnötig verstärken und eine vorherige Glättung der Messwerte notwendig machen. Da eine integrale Auswertung hierauf unempfindlicher reagiert, wurde sie ausgewählt und in einem Computerprogramm umgesetzt. Diese Software integriert zunächst das Drehmomentsignal und passt dann die resultierende Kurve durch die Veränderung eines Faktors und eines konstanten Gliedes an die Massekurve an. Nach dieser Aufbereitung ließen sich innerhalb des angepassten Bereiches fast deckungsgleiche Kurven für Masse und Drehmoment erhalten. Daraus wurde der Schluss gezogen, dass *Drehmoment und Ausflussmasse in direktem Bezug* zueinander stehen, wenn dynamische Gewölbe untersucht werden. Die Größe der zur Anpassung der Kurven notwendigen Faktoren und Konstanten besaß bei Rotationsgeschwindigkeiten von 10 bis 20 U/min ebenfalls eine geringe Standardabweichung. Dieses Ergebnis deckte sich auch mit der Beobachtung, dass die Drehzahl (10 bis 20 U/min) keinen Einfluss auf Ausflusszeit besitzt.

Um eine neue Messmethode zu etablieren ist es wichtig, alle Einflussgrößen auf das Ergebnis zu kennen. So wurde der Frage nachgegangen, ob die *Rotationsgeschwindigkeit* einen Einfluss auf das maximal auftretende Drehmoment hat. Ein derartiger Zusammenhang konnte jedoch nicht gefunden werden, daher muss die Kraft, die zur Zerstörung der Brücken notwendig ist, von der Zeit des Einwirkens unabhängig sein.

Das lawinenartige Fließen der Pulver bei langsameren Rotationsgeschwindigkeiten warf die Frage auf, ob die Höhe der resultierenden Massesprünge von der *Rührerform* abhängig sei. Hierzu wurden Messungen mit verschiedenen Rührern durchgeführt, die nach einem bestimmten Schema verändert wurden. Die Auswertung der Messungen ergab, dass ab einer bestimmten Höhe von Rührelementen im Trichter kein Unterschied in der sprunghaft ausfließenden Masse bestand. Bis zu dieser kritischen Höhe ist der Pulveraustrag proportional zum Volumen, welches der *Rührer als Rotationskörper* (Kegelstumpf) besitzt. Es scheint daher so zu sein, dass diese *Einwirkzone des Rührers mit der Höhe der Brückenbildung identisch* ist.

Zusammenfassende Diskussion

In einer abschließenden Untersuchung galt es herauszufinden, wo und mit welcher Stärke sich die Brücken bildeten. Da die gemessenen Drehmomente immer von der Art des verwendeten Rührers abhängen müssen, war es notwendig eine einheitliche Bezugsgröße zu ermitteln, um die erhaltenen Ergebnisse richtig einordnen zu können. Dies gelang durch die Betrachtung des mathematisch-physikalischen Zusammenhanges, der mit vergleichbaren Messungen an einer idealviskosen Substanz mit bekannten Eigenschaften bestätigt werden konnte. So ergab sich schließlich für eine idealviskose Flüssigkeit *eine lineare Abhängigkeit des Drehmomentes von der dritten Potenz der Rührerstablänge*. Daher wurden die zuvor erhaltenen Messergebnisse für Starch® 1500 in Bezug auf diesen Zusammenhang hin ausgewertet und zusätzlich mit Prosolv® SMCC 50 noch eine zweite Substanz in die Untersuchungen einbezogen. Bei der Auswertung der Drehmomentmaxima zeigte sich, dass die relative Zunahme der Drehmomente in der Brückenzone am größten ist. Oberhalb der Brückenzone verhalten sich die untersuchten Pulver wie eine idealviskose Flüssigkeit. Diese Tatsache konnte durch eine zusätzliche Modifikation des Rührers bestätigt werden. Der Versuch, mit dieser Modifikation eine Unterscheidung des Ausflussverhaltens von Schüttgütern (Kernfluss oder Massefluss) vorzunehmen, scheiterte jedoch.

Zusammenfassend ist zu sagen, dass der neu entwickelte Aufbau des modifizierten Auslauftrichters die Aussagekraft der Messergebnisse erhöht und dadurch überhaupt erst eine Untersuchung der Brückenbildung ermöglicht hat. Die Reproduzierbarkeit der Ergebnisse konnte erheblich gesteigert werden, wobei auch hier noch nach weiteren Verbesserungsmöglichkeiten gesucht werden kann. Diese könnten vor allem in einer standardisierten Einfüllmethode bestehen, denn dieser Einflussfaktor ist immer noch vom durchführenden Operator abhängig. Auf diese Weise ließen sich vielleicht auch die störenden Drehmomentüberhöhungen am Anfang der Messung beseitigen, die wahrscheinlich vom Einfüllvorgang herrühren. Zusätzlich könnte es dafür auch hilfreich sein, die verwendete Doppelkardan-
kupplung mit weniger Lagerspiel nachfertigen zu lassen.

Durch die jetzt möglich gewordene Klimatisierung wären auch Vergleichsmessungen der benutzten Substanzen bei anderen relativen Luftfeuchtigkeiten sinnvoll, um diesen Einfluss genauer verifizieren zu können. Zusätzlich böte es sich an, nach einer Methode zu suchen, die eine Unterscheidung der Auflussarten (Massefluss und Kernfluss) erlaubte. Eventuell wäre hierzu auch eine Veränderung des Trichterwinkels sinnvoll, um die gleiche Substanz in verschiedene Fließzustände versetzen zu können.

7 Summary

Powder flow properties are very important for many industries. Especially in pharmaceutical technology where powders are used as starting, intermediate and final products. They are mostly stored in hoppers and have to flow through funnels or tubes when processed. In this case arching is the problem occurring most often.

The outflow-funnel is a new method of examining powder flow properties and especially arching.

The powder to be characterised is filled into a funnel (polished aluminium; apex angle: 20°) with a closable outlet (diameter: 10 mm) which has no attached tube. Owing to arching a cohesive powder will not flow out after opening the funnel. The interparticular forces determine the strength and the thickness of the arches. Therefore it is assumed that measuring the forces needed to destroy these structures should allow for a simple characterisation of the height of the arches as well as the flow properties of powders.

The examination of arching with the outflow-funnel showed, that the arches, which inhibit the flow of powder, occur at the lower quarter of the funnel only. These arches can be destroyed by a special stirrer which allows the powder to flow out of the funnel. Measuring the necessary forces (torque) leads to information about the cohesion of the powder. During measuring increasing and later decreasing forces correlate with a pulsating flow of the powder out of the funnel. Even a very slow rotating stirrer is able to bring the powder to flow. Then it needs even more time until the necessary energy to destroy the arch is stored in the torque meter. In view of this brittle behaviour it must be concluded that an arch is a static element. Obviously the powder is not able to rebuilt the strength of the arch with the rest of the powder above. This kind of arching is described as a static behaviour; with an increasing rotation speed of the stirrer the arches are destroyed even faster. At a range of 0.5 to 3 rpm an almost linear connection between rotation speed and time of outflow occurs. But a further increase of rotation speed must not lead to a shorter time of outflow. There is an optimal rotation speed, where the powder leaves the funnel in the shortest time. This speed is recognised at the transition of a pulsating and continuous flow behaviour. Hence the outflow funnel is able to dose powder at very high rotation speeds of the stirrer.

With a mathematical transformation of the resulting curves a correlation between torque and forced flow was shown at a rotation speed between 10 and 20 rpm. Due to the erratic behaviour of flow slower rotation speeds as 10 rpm don't allow this transformation. Obviously a different kind of arching (static) occurs with high

Summary

rotation speeds. We assume that the dynamic arches described in chapter 2.5 are responsible for this behaviour.

The outflow funnel investigated by Weigand could not be used to answer the new and different questions of this work because it had several limitations as regards measuring techniques. The resolution of the signal was not fine enough, the slowest available rotation speed was still too fast and the synchronisation of measuring torque and flow was inaccurate. Furthermore the usage of the apparatus was uncomfortable. Therefore some technical modifications were necessary at the beginning of the work. At last the outflow funnel had to be completely reconstructed. To fit all parts of the new apparatus together, many interfaces between motor, torque meter, stirrer, funnel and balance had to be made. Even a new software which controls the hardware had to be programmed. This program should be able to collect the values as well as to evaluate the signals. All this was realised with the powerful software platform Catman®. It was an advantage to configure the apparatus with several components, because this offers flexibility and individual development during usage.

The ability to measure under humidity and temperature conditioned atmosphere was key to get results which can be reproduced easily. Especially humidity has a substantial influence on flow behaviour. Normally the substances used are not hygroscopic, but they adsorb even little amounts of water on their surfaces, which causes the described effect. The knowledge of the exact amount of water wasn't important for this work - it only had to be kept constant.

If dynamic arches are investigated at a rotation speed between 10 and 20 rpm, a direct comparison of the results for the outflow mass and the torque are impossible, because the torque meter shows the actual torque respective to zero value. The balance on the other hand gives the mass of powder which has been flown out so far. In this case the signal of the balance can be interpreted as an integral quantity with respect to the torque. To show the dependence between mass flow and torque a mathematical transformation of the signals had to be made: Either the torque signal had to be integrated over the time or the mass flow signal had to be derived against time. While a derivation of a measured signal amplifies the noise the integral operation was chosen. The programmed software for this problem first integrates the torque signal and then fits, by varying a factor and a constant, the resulting curve to the mass flow curve. After this operation nearly equal curves are achieved between a definite interval. This leads to the conclusion that the torque and the mass flow are linked when dynamic arches are investigated. The size of the factor and the constant to fit the curves was nearly the same between rotation speeds of 10 to 20 rpm and they had a low standard deviation. This result fits in

Summary

with a further investigation – i.e. that the rotation speed (between 10 and 20 rpm) has no influence on the time of outflow.

To establish a new measuring method a knowledge of all factors of influence is important. So the question was investigated, if the rotation speed has an influence on the maximum torque needed to destroy the arches. Experiments showed, that no such connection exists. This leads us to the conclusion that the force to destroy the arches is independent of time.

The flow like an avalanche of the powder at slow rotation speeds brought up the question if the height of the mass peaks depends on the art of the stirrer. To investigate this, measures with different stirrers that are modified according to a certain scheme were done. The evaluation of this experiment showed, that there is no difference in the mass peaks when the stirrers exceed a definite height. Up to this critical height the mass of powder that leaves the funnel is proportional to the volume of the stirrer considered as a rotation body which seems to corroborate the fact that this zone is identical with the zone of arching.

The last question to answer was where exactly the arches build up and how strong they are. A measured torque always depends on the kind of stirrer which is used. Hence it was necessary to find a reference scale to allow us to compare the results. As to the mathematical and physical context, which was proved with a liquid of ideal viscosity, a dependence of the torque, on the third power of the length of the stirrer bars, was found. Referring to this connection, the results of measuring Starch® 1500 and Prosolv® SMCC 50, as an additional other substance, were evaluated. Looking at the torque maximums the relative increase of torque in the zone of arching was greater than elsewhere. Powder above the zone of arching behaves like a liquid of ideal viscosity. This result was confirmed by using another kind of stirrer, too. The aim, to distinguish the different behaviour of flow (mass flow and funnel flow) with two kinds of stirrer forms, was not reached.

As a conclusion we found out that the newly designed outflow funnel was able to increase the results and the precision of the measurements. Without this fact an investigation of arching was impossible. The reproducibility of the results has been increased considerably but a further improvement is always possible. These improvements could be seen in a standard filling procedure of the funnel, because this part of the measurement still depends on the operator. With that method the disturbing high torque peaks at the beginning of the measurement could probably be eliminated. Further more, a production of the double cardanic coupling with less slack in the bearings could be helpful, too. With a change of the climatic condition the influence of the environmental humidity on the behaviour of outflow could be compared. In addition it could be helpful to search for an other possibility to

Summary

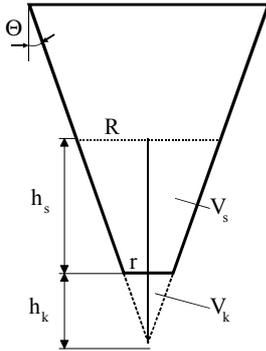
distinguish the different outflow behaviours of a powder. Probably a modification of the apex angle of the funnel must be realised to put the powder into different flow conditions.

8 Anhang

8.1 Herleitung der Berechnungsformel von Gl. 5.1

Im Folgenden soll ein Zusammenhang zwischen dem Volumen eines Kegelstumpfes in Abhängigkeit vom Neigungswinkel und „kleinem“ Radius zur Höhe des Kegelstumpfes dargestellt werden.

Zur Vereinfachung der Darstellung wird ein Axialschnitt des Trichters gewählt:



Es gilt:

$$h_s + h_k = h$$

$$V_s + V_k = V$$

$$V = \frac{1}{3} \cdot \pi \cdot R^2 \cdot h \Rightarrow \frac{3 \cdot V}{\pi} = R^2 \cdot h \quad \text{mit} \quad \tan \Theta = \frac{R}{h} \Rightarrow R = \tan \Theta \cdot h \quad \text{folgt:}$$

$$\frac{3 \cdot V}{\pi} = (\tan \Theta \cdot h)^2 \cdot h \Rightarrow \frac{3}{\pi \cdot (\tan \Theta)^2} \cdot V = h^3 \quad \text{mit} \quad V_s + V_k = V \quad \text{folgt:}$$

$$\frac{3}{\pi \cdot (\tan \Theta)^2} \cdot (V_s + V_k) = h^3 \Rightarrow \frac{3}{\pi \cdot (\tan \Theta)^2} \cdot V_s + \frac{3}{\pi \cdot (\tan \Theta)^2} \cdot V_k = h^3$$

mit $V_k = \frac{1}{3} \cdot \pi \cdot r^2 \cdot h_k$ folgt:

$$\frac{3}{\pi \cdot (\tan \Theta)^2} \cdot V_s + \frac{1}{(\tan \Theta)^2} \cdot r^2 \cdot h_k = h^3 \quad \text{mit} \quad h_k = \frac{r}{\tan \Theta} \quad \text{folgt:}$$

$$\frac{3}{\pi \cdot (\tan \Theta)^2} \cdot V_s + \frac{1}{(\tan \Theta)^3} \cdot r^3 = h^3$$

$$h = \sqrt[3]{\frac{3}{\pi \cdot (\tan \Theta)^2} \cdot V_s + \frac{1}{(\tan \Theta)^3} \cdot r^3} \quad \text{mit} \quad h_s + h_k = h \quad \text{und} \quad h_k = \frac{r}{\tan \Theta} \quad \text{folgt:}$$

$$h_s = \sqrt[3]{\frac{3}{\pi \cdot (\tan \Theta)^2} \cdot V_s + \frac{1}{(\tan \Theta)^3} \cdot r^3} - \frac{r}{\tan \Theta}$$

8.2 Programm zur Steuerung des Messablaufs

Main

REM Initialisierung

```
#DEFINE START 100
#DEFINE STOP 104
#DEFINE DIGOUT1 1601          REM Digitalkanäle 1 bis 5
#DEFINE DIGOUT2 1602
#DEFINE DIGOUT3 1603
#DEFINE DIGOUT4 1604
#DEFINE DIGOUT5 1605
#DEFINE M_S_RATE 1610        REM Messrate
#DEFINE P_TIME 1611         REM Periodendauer
#DEFINE PRINT 6000          REM Drucken
#DEFINE STORE 1612         REM Speichern
#DEFINE M_Kalib 1613        REM Drehzahlkalibrierung Lenze
```

```
GLOBAL M_Zustand Dreh_1 Dreh_2 Dreh_4 Dreh_8
GLOBAL P_Zeit M_Rate M_Gesamt RD_Block M_Loops
GLOBAL F_Name Dummy Kalib Kal_Dat
GLOBAL Diff Differenz
```

```
SETDIR "C:\Trichter\prog\"    REM Defaultverzeichnis setzen
```

```
rem OPEN -i "Trichter.iod"    REM I/O Definition
OPEN -i "2-5.iod"
```

```
IODEVICE[1].Setup "Trichter.s8" REM Spider8 Setup
```

```
OPEN -o "Trichter.opg"       REM Online Dokument
```

```
APP.Windowstate = 1         REM Online Dokument max. Window
APP.Toolbar = 0             REM Keine Funktionsleiste
ACQInit All                 REM Alles Initialisieren
```

```
M_Zustand = TBAR_2.BUTTON[2].Value REM Abfrage Zustand Motorschalter
DIO_Wrt 6 M_Zustand          REM Setzen des Digital I/O auf
geschalteten Wert
```

```
DO 0                         REM Hauptschleife
```

```
Dreh_1 = N_Select.BUTTON[2].Value REM Abfrage Zustand der Drehzahlschalter
DIO_Wrt 7 Dreh_1              REM Setzen der Drehzahl
```

```
Dreh_2 = N_Select.BUTTON[4].Value
DIO_Wrt 8 Dreh_2
```

```
Dreh_4 = N_Select.BUTTON[6].Value
DIO_Wrt 9 Dreh_4
```

```
Dreh_8 = N_Select.BUTTON[8].Value
DIO_Wrt 10 Dreh_8
```

```
SELECT CASE
```

```
    CASE Event = START        REM Event abfragen
```

Anhang

```
Event = 0                REM Event zurücksetzen!!!!
CALL Messen              REM Messroutine aufrufen

CASE Event = STOP        REM Stop abfrage
Event = 0                REM Rücksetzen
EXIT                     REM Script verlassen

CASE Event = DIGOUT1     REM Events abfragen
Event = 0                REM Motor an/aus schalten
M_Zustand = TBAR_2.BUTTON[2].Value
DIO_Wrt 6 M_Zustand

CASE Event = DIGOUT2     REM Drehzahl einstellen
Event = 0
Dreh_1 = N_Select.BUTTON[2].Value
DIO_Wrt 7 Dreh_1

CASE Event = DIGOUT3
Event = 0
Dreh_2 = N_Select.BUTTON[4].Value
DIO_Wrt 8 Dreh_2

CASE Event = DIGOUT4
Event = 0
Dreh_4 = N_Select.BUTTON[6].Value
DIO_Wrt 9 Dreh_4

CASE Event = DIGOUT5
Event = 0
Dreh_8 = N_Select.BUTTON[8].Value
DIO_Wrt 10 Dreh_8

CASE Event = PRINT
Event = 0
PAGE.Print 1

CASE Event = STORE
Event = 0
Call Speichern

END SELECT

LOOP
```

Anhang

```
REM *****
REM * SUB Programm: Messen *
REM * Historie: Erstellt am 03.02.00 12:34:57 *
REM *****

DBCLEAR all REM Datenbasis löschen

P_Zeit = PeriodTime.Value REM Messzeit auslesen

GRAPH.Layer[1].XMin = 0 REM Grafik Skalierung
GRAPH.Layer[1].XMax = P_Zeit REM X Achse
GRAPH.Layer[2].XMin = 0
GRAPH.Layer[2].XMax = P_Zeit
GRAPH.Layer[3].XMin = 0
GRAPH.Layer[3].XMax = P_Zeit

M_Rate = M_Rate.Value REM Messrate auslesen

M_Gesamt = P_Zeit * M_Rate REM Gesamtmesszeit ermitteln

IF M_Rate < 2 REM Leseblockgröße einstellen
  RD_Block = 1 REM Anzahl der Leseblöcke muss aufgehen
ELSE
  RD_Block = 1 REM Bei Messrate >2 Leseblockgröße 2
ENDIF

M_Loops = M_Gesamt / RD_Block REM Anzahl der Schleifendurchläufe für
das
M_Loops = ceil(M_Loops) REM Auslesen der Daten aus dem Spider
REM Anzahl wird aufgerundet
ACQTas 2 5 1 REM Kanäle 2 - 5 werden für Tarierung
freigegeben
ACQTar 2 5 REM Tarieren der Kanäle 2 - 5
ACQTimereset REM Zeitählung wieder bei Null beginnen

Delay 150 REM Verzögerung 150ms, wegen Waage

ACQStart M_Gesamt M_Rate 0 REM Messung starten

DIO_Wrt 6 1 REM Motor ein

APP.ErrMsg = 1 REM Falls Fehlermeldungen auftreten
REM kümmert sich der Benutzer selbst REM
darum

DO M_Loops
  ACQRead RD_Block 3000 REM Auslesen der Werte
  IF Err < 0 REM Wenn Fehler dann STOP
    Event = STOP
  ENDIF
  ACQSTORE REM Daten speichern RAM

Dummy = C[5].Max
IF Dummy >= 60 REM Abbruchbedingung erfüllt ?
  Event = STOP REM Max.Wert des Leseblocks Kanal 5
ENDIF REM Wenn Grenze überschritten Abbruch

UPDATE ALL REM Alle Anzeigen aktualisieren

IF Event = STOP REM Wenn Stop gedrückt, dann aktuelle
  Event = 0 REM Messung beenden
  BREAK REM Noch mal Stop beendet Script!
ENDIF

LOOP
```

Anhang

```
APP.ErrMsg = 0                REM Catman kümmert sich um
                               REM Fehlermeldungen
ACQSTOP                       REM Stop für Spider

DIO_Wrt 7 0                  REM Motordrehzahl maximal
DIO_Wrt 8 0                  REM um Restmasse
DIO_Wrt 9 0                  REM ausfließen
DIO_Wrt 10 0                 REM zu lassen
Delay 10000                  REM Restmasse ausfließen lassen
DIO_Wrt 6 0                  REM Motor aus

ACQStart 1 M_Rate 0          REM Messwerterfassung wieder ein
ACQRead 1 3000              REM Alle Kanäle noch mal lesen
ACQStop                      REM Stop für Spider

UPDATE Restmasse             REM Wert für Restmasse aktualisieren

REM Daten speichern in ASCII mit Header, Trennzeichen TAB
Call Speichern

REM *****
REM * SUB Programm: Speichern *
REM * Historie: Erstellt am 15.03.2000 16:33:42 *
REM *****

REM * Daten speichern in ASCII mit Header, Trennzeichen TAB *

SETDIR "C:\Trichter\Messdaten\"
GETFILE F_Name Dummy "Messdaten speichern|*.DAT" 1 REM Speicherdialogbox

IF Dummy = 0
    DB[1].Export = 1          REM Exportkanäle (1-5)
    DB[2].Export = 1
    DB[3].Export = 1
    DB[4].Export = 1
    DB[5].Export = 1
    DB[1].Format = "0.00000"  REM Zahlenformat für Export
    DB[2].Format = "0.00000"
    DB[3].Format = "0.00000"
    DB[4].Format = "0.00000"
    DB[5].Format = "0.00000"
    EXPORT.FileName = F_Name  REM Daten speichern
    EXPORT.Format = 1         REM Ascii mit Header
    EXPORT.Separator = 9     REM TAB Trennzeichen
    EXPORT.Execute
ENDIF
```

8.3 Programm zum Vergleich von Massefluss und Drehmoment

```

Program Vergleich;
const
  Anzahl = 197;           {Anzahl der Daten}
  LRand = 60;            {linker Rand der beruecksichtigten Daten}
  RRand = 140;          {rechter Rand der ber. Daten}
  Ein_Dat = 'd19804';    {Dateiname}
  Aus_Dat = 'Ergebnis'; {Ausgabedatei}
  beta_lauf = 100;       {Laufgröße für Beta; Faktor}
  alpha_lauf = 100;      {Laufgröße für Alpha; y-Verschiebung}
  x_versch = 1;          {Laufgröße für x-Verschiebung}
var
  alpha, alpha0, alpha1, alpha_start, alpha_o, beta_o, opt,
  beta, beta0, beta1, beta_start, faktor, s,
  max, min, minlokal      : extended;

  i, j, k, m, verschiebung, versch_opt : integer;

  Intervall                : real;

  Zeit, Drehmoment, Int_Dreh, Integ_Moment,
  Dif_Kurv, Masse, Abl_Mass, Ableit_Masse : array[-100..1000] of real;

  ende                    : char;

  eindat, ausdat          : string[15];

  datei, ausdatei         : text;

BEGIN
  eindat:=Ein_Dat;        {Dateinamenzuweisung}
  ausdat:=Aus_Dat;       {Dateinamenzuweisung}
  assign(datei,eindat);
  assign(ausdatei,ausdat);
  rewrite(ausdatei);
  versch_opt:=-x_versch;
  opt:=10000;             {Ausgangswert für Ergebnis bei opt. Verschiebung}
  for verschiebung:= -x_versch to x_versch do
  begin
    reset(datei);        {Datei zurücksetzen}
    for k:=1 to Anzahl do {Dateiwerte einlesen}
      readln(datei,Zeit[k], Drehmoment[k], Masse[k]);

    Intervall:=Zeit[2]-Zeit[1]; {Messintervall berechnen}

    {Verschiebung des Drehmoments nach links:}
    if (verschiebung>0) then
    begin
      for k:=1 to verschiebung do {letzter Wert wird mehrfach angehängt}
        Drehmoment [Anzahl+k] :=Drehmoment [Anzahl];

        for k:=1 to Anzahl do {Werte werden nach rechts verschoben}
          Drehmoment [k] :=Drehmoment [k+verschiebung];
      end;

    {Verschiebung des Drehmomentmoments nach rechts:}
    if (verschiebung<0) then
    begin
      for k:=-1 downto verschiebung do {erster Wert wird}
        Drehmoment [1+k] :=Drehmoment [1]; {mehrfach davor gesetzt}

      for k:=Anzahl downto 1 do {Werte werden nach links}
        Drehmoment [k] :=Drehmoment [k+verschiebung]; {verschoben}
      end;

    {Intergration des Drehmoments nach Trapezregel + Anfangsdreieck}

```

Anhang

```

Int_Dreh[1] := Drehmoment [1]*Intervall/2;
for k:= 2 to Anzahl do
    Int_Dreh[k] :=Int_Dreh[k-1] + Drehmoment [k]+Drehmoment [k-
1]/2*Intervall;

j:=trunc((LRand+RRand)/2);
s:=Int_Dreh[LRand]+Int_Dreh[RRand]-2*Int_Dreh[j];
if (abs(s)<0.0001) then {Singularitätsprüfung}
begin
    if (s>0) then s:=0.0001
    else s:=-0.0001;
    writeln('Vorsicht: Singulär!');
end;

alpha:=(Masse [LRand]+Masse [RRand]-2*Masse [j])/s; {Interpolation der}
beta:=2*(Masse [j]-Masse [LRand] {Alpha und Beta}
-alpha*(Int_Dreh[j]-Int_Dreh[LRand]))/ {Werte}
(RRand-LRand);
alpha_start:=alpha;
beta_start:=beta;
writeln;
writeln('Startwerte:');
writeln('alpha_start=',alpha:2:2,' beta_start=',beta:2:2);
writeln;
{Test verschiedener Alphas und Betas}
{fuer Masse-Kurve = Int_Dreh Drehmomentmoment-Kurve}
min:=10000.0; {Startwert fuer opt. Diff. d. Kurven}
for i:= -beta_lauf to beta_lauf do {Test der Betas;y-Verschiebung}
begin
    beta:= beta_start+i*0.01; {1% Genauigkeit}
    minlokal:=10000.0; {Startwert f. Diff. d. Kurven}
    for m:= -alpha_lauf to alpha_lauf do {Test der Alphas; Faktor}
    begin
        alpha:= alpha_start+ m*0.01; {1% Genauigkeit}
        for k:=LRand to RRand do
            Dif_Kurv[k]:=Masse [k] - Masse [LRand]
                - alpha*(Int_Dreh[k]-Int_Dreh[LRand])
                - beta*(k-LRand);

            max:=0;
            for k:=LRand+1 to RRand do {Vom li. bis re. Rand}
                max:=max+sqr(Dif_Kurv[k]); {Addition der Abweichungsquadrate}

            if (max<minlokal) then {wenn besseres Alpha gefunden}
            begin
                minlokal:=max; {Besseres minlokal}
                alpha0:=alpha; {Besseres Alpha}
            end;
        end;
        {writeln('alphamin=',alpha0:1:2,' beta=',beta:2:2,
        ' minlokal=',minlokal:2:2); }
        if (minlokal<min) then {wenn besseres Beta gefunden}
        begin
            min:=minlokal; {Besseres minlokal}
            beta0:=beta; {Besseres Beta}
            alpha1:=alpha0; {Besseres Alpha}
        end;
    end;
end;
if (min<opt) then {wenn bessere Verschiebung gefunden}
begin
    opt:=min; {Besseres Optimum}
    beta_o:=beta0; {Besseres Beta}
    alpha_o:=alpha1; {Besseres Alpha}
    versch_opt:=verschiebung; {Bessere opt. Verschiebung}
end;
writeln(verschiebung);
writeln('alphaneu=',alpha1:2:2,' betaneu=',beta0:2:2,
'Minimum=',min:2:2);

end;
writeln;

```

Anhang

```
writeln('Startwerte:');
writeln('alpha_start=',alpha_start:2:2,
        '      beta_start=',beta_start:2:2);
writeln('Neue Werte:');
writeln('alphaneu=',alpha_o:2:2,'      betaneu=',beta_o:2:2,
        '      Mininum=',opt:2:2);

{Berechnung des Integrals des Drehmoments}
{mit dem gefundenen Alpha und Beta}
for k:= 1 to Anzahl do
    Integ_Moment[k]:= Masse[LRand]
        + alpha_o*(Int_Dreh[k]-Int_Dreh[LRand])
        + beta_o*(k-LRand);

{Berechnung der Ableitung der Masse}
{mit dem gefundenen Alpha und Beta}
Masse[0]:=Masse[1];
Masse[Anzahl+1]:=Masse[Anzahl];
{Verlängerung der Masse}
{um +,- 1}

alpha := -beta_o/alpha_o;
faktor := 1/alpha_o;

for k:= 1 to Anzahl do
    Abl_Mass[k]:= (Masse[k+1]-Masse[k-1])/2;
    {Ableitung der Massekurve}

for k:= 1 to Anzahl do
    Ableit_Masse[k]:= alpha + faktor*Abl_Mass[k];
    {Korrektur d. Abl. d. Massekurve}

{Ausgabe der Daten in neue Datei}
{Zeit; Drehmoment; Abl.Masse; Int.Drehmoment; Masse}
for k:= 1 to Anzahl do
writeln(ausdatei,Zeit[k]:1:2,' ',Drehmoment[k]:1:2,' ',Ableit_Masse[k]:1:2
        ', ',Integ_Moment[k]:1:2,' ',Masse[k]:1:2);

{Mitteilung wie beim Optimum verschoben wurde}
if (versch_opt>0) then
    writeln('Zeitverschiebung des Drehmoments nach links um ',
            versch_opt*Intervall:1:2,'sec');

if (versch_opt<0) then
    writeln('Zeitverschiebung des Drehmoments nach rechts um ',
            abs(versch_opt)*Intervall:1:2,'sec');

if (versch_opt=0) then
    writeln('keine Zeitverschiebung des Drehmoments');

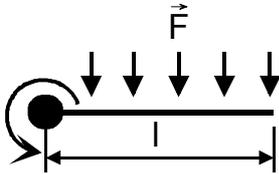
close(datei);
close(ausdatei);
{Rohdaten-Datei schließen}
{Ausgabe-Datei schließen}

write('Druecke Taste ');
read(ende);
{Warteschleife}

END.
```

8.4 Herleitung der Berechnungsformel von Gl. 5.14

Im Folgenden soll ein Zusammenhang zwischen dem Radius eines Röhrelementes und dem resultierenden Drehmoment bei einer Rotationsbewegung aufgezeigt werden.



$$F = F_{Stokes} = 6 \cdot \pi \cdot \eta \cdot r_s \cdot v \quad r_s \quad \text{Radius des Stabes (Dicke des dünnen Stabes)}$$

$$\text{mit } k = 6 \cdot \pi \cdot \eta \cdot r_s \quad \text{folgt } F = k \cdot v$$

Bei rotierenden Körpern entspricht v der Winkelgeschwindigkeit ω

$$v = \omega \cdot l \quad l \quad \text{Länge des Stabes}$$

$$\text{Daraus folgt: } F = k \cdot \omega \cdot l$$

Das Drehmoment ist durch das Produkt Kraft * Hebelarm definiert

$$M = F \cdot l$$

Bei einer rotierenden Bewegung muss über die Stablänge integriert werden.

$$M = \int_0^r l \cdot F(l) dl \quad \text{mit } F = k \cdot \omega \cdot l \quad \text{folgt:}$$

$$M = \int_0^r l \cdot k \cdot \omega \cdot l dl \quad \text{mit } K = k \cdot \omega \quad \text{folgt:}$$

$$M = K \cdot \int_0^r l^2 dl$$

$$M = K \cdot \frac{1}{3} r^3$$

8.5 SAS-Programm zu Abschnitt

Bestimmung des Einflusses der Anzahl der Röhrelemente auf die Ausflusszeit

```
Data Elemente_Ausflusszeit;
INPUT m $ y;

Cards;

a 391      *4 Elemente
a 352
a 249
a 341
a 270
b 294      *5 Elemente
b 505
b 263
b 287
b 275
c 305      *6 Elemente
c 324
c 441
c 286
c 257
d 326      *7 Elemente
d 230
d 334
d 477
d 321
e 325      *8 Elemente
e 269
e 275
e 353
e 382
f 335      *9 Elemente
f 255
f 266
f 299
f 248

run;

proc glm data = Elemente_Ausflusszeit;
class y m;
model y =m;
Means m / scheffe;
run;
quit;
```

9 Literaturverzeichnis

- ¹ Jenike, A.W., Storage and flow of solids, Univ. Utah, Engng. Exp. Station Bull. 123, Salt Lake City, USA (1964)
- ² Jenike, A. W., Gravity flow of bulk solids, Univ. Utah, Engng, Exp. Station Bull. 108, Salt Lake City, USA (1961)
- ³ Jenike, A. W., Elsey, P.j., Wooley, R.H., Flow properties of bilk solids, Proc. Am. Soc. Test. Mater. 60, 1168-1181 (1960)
- ⁴ DIN ISO 4324, Pulver und Granulate – Bestimmung des Schüttwinkels (1983)
- ⁵ Weigand J., Einfluss der Partikelgröße auf das Fließverhalten von pharmazeutischen Schüttgütern, Dissertation Universität Würzburg, (1998)
- ⁶ Wilms, H., Schwedes, J., Schüttgüter, in: Kulicke, W.-M. (Hrsg.), Fließverhalten von Stoffen und Stoffgemischen (1986)
- ⁷ Molerus, O., Schüttgutmechanik (1985)
- ⁸ Stieß, M., Mechanische Verfahrenstechnik 1, 2 (1995)
- ⁹ Rietema, K., Powders, what are they?, Powder Technology 17, 5-23 (1984)
- ¹⁰ Schubert, H., Food particle technology. Part I: Properties of particles and particulate food systems, Journal of Food Engineering 6, 1-32 (1987)
- ¹¹ Rumpf, H., Die Wissenschaft des Agglomerierens, Chem.-Ing.-Tech. 1, 1-11 (1974)
- ¹² Rumpf, H., Grundlagen und Methoden des Granulierens, Chem.-Ing.-Tech. 3 144-158 (1958)
- ¹³ Tomas, J., Schubert, H., Zum Fließverhalten von feuchten und leichtlöslichen Schüttgütern, Verfahrenstechnik 1, 33-37 (1983)
- ¹⁴ Plinke, M. A. E., Leith, D., Hathaway, R., Löffler, F., Cohesion in granular materials, Bulk Solids Handling 14 (1), 101-106 (1994)
- ¹⁵ Pilpel, N., Some effects of moisture on the flow and cohesiveness of powders, Mfg. Chem. Aerosol News 41, 19-22 (1970)
- ¹⁶ Borho, K., Polke, R., Wintermantel, K., Schubert, H., Sommer, K., Produkteigenschaften und Verfahrenstechnik, Chem.-Ing.-Tech. 8, 792-808 (1991)
- ¹⁷ Rumpf, H., Mechanische Verfahrenstechnik (1975)
- ¹⁸ Visser, J., Particle adhesion and removal: A review, Particulate Science and Technnology 13, 169-196 (1995)
- ¹⁹ Krupp, H., Particle adhesion theory and experiment, Advances in Colloid and Interface Science 1, 111-239 (1967)

- ²⁰ Schubert, H., Grundlagen des Agglomerierens, Chem.-Ing.-Tech. 51 (4), 266-277 (1979)
- ²¹ Burnham, N. A., Colton, R. J.; Pollock, H. M.: Interpretation of force curves in force microscopy, Nanotechnology 4, 64-80 (1993)
- ²² Cappella, B., Dietler, G., Force-distance curves by atomic force microscopy, Surface Science Reports 34, 1-104 (1999)
- ²³ Lifshitz, E. M., Soviet Phys. JETP 2, 73 (1956)
- ²⁴ Hamaker, H. C., Physica 4, 1058 (1937)
- ²⁵ Fuller, K. N. G., Tabor, F. R., The effect of surface roughness on the adhesion of elastic solids, Proc. R. Soc. Lond. A 345, 327-342 (1975)
- ²⁶ Bradley, R. S., Phil. Mag. 13, 583 (1932)
- ²⁷ Tabor, D., Surface forces and surface interactions, Journal of Colloid and Interface Science 58 (1), 2-13 (1977)
- ²⁸ Horn, R. G., Israelachvili, J. N., Pribac, F., Measurement of the deformation and adhesion of solids in contact, Journal of Colloid and Interface Science 115 (2), 480-492 (1987)
- ²⁹ Hertz, H.: J. Reine Angew. Math. 92, 156-171 (1881)
- ³⁰ Derjaguin, B. V., Muller, V. M., Toporov, Y. P., Effect of contact deformation on the adhesion of particles, Journal of Colloid and Interface Science 53 (2), 314-326 (1975)
- ³¹ Maugis, D., Journal of Colloid and Interface Science 150, 243 (1992)
- ³² Xie, H.-Y., The role of interparticle forces in the fluidization of fine particles, Powder Technology 94, 99-108 (1997)
- ³³ Pahl, M. H., Wicke, R., Haftkräfte in kompaktierten Schüttgütern, Aufbereitungs-Technik 7, 371-380 (1988)
- ³⁴ Fuller, K. N. G., Tabor, F. R. S., The effect of surface roughness on the adhesion of elastic solids, Proc. R. Soc. Lond. A 345, 327-342 (1975)
- ³⁵ Schaefer, D. M., Carpenter, M., Gady, B., Reifenberger, R., Surface roughness and its influence on particle adhesion using atomic force techniques, J. Adhesion Sci. Technol. 9 (8), 1049-1062 (1995)
- ³⁶ Podczeck, F., Newton, J. M., James, M.B., The adhesion force of micronized Salmeterol Xinafoate particles to pharmaceutically relevant surface materials, J. Phys. D: Appl. Phys. 29, 1878-1884 (1996)
- ³⁷ Cooper, K., Ohler, N., Gupta, A., Beaudoin, S., Analysis of contact interactions between a rough deformable colloid and a smooth substrate, Journal of Colloid and Interface Science 222, 63-74 (2000)

- ³⁸ Greenwood, J. A., Williamson, J. B. P., Contact of nominally flat surfaces, Proc. R. Soc. Lond. A 295, 300–319 (1966)
- ³⁹ Europäisches Arzneibuch (2001)
- ⁴⁰ DIN 53916, Bestimmung der Rieselfähigkeit von Pulvern und Granulaten, Verfahren nach Pfrengle (Prüfung von Tensiden)
- ⁴¹ Rumpf, H., Zur Theorie der Zugfestigkeit von Agglomeraten bei Kraftübertragung an Kontaktpunkten, Chem.-Ing.-Tech. 8, 538–540 (1970)
- ⁴² Molerus, O., Theory of yield of cohesive powders, Powder Technology 12, 259–275 (1975)
- ⁴³ Schulze, D., Entwicklung und Anwendung eines neuartigen Ringschergerätes, Aufbereitungs-Technik 35 (10), 524–535 (1994)
- ⁴⁴ Schulze, D., Vergleich des Fließverhaltens leicht fließender Schüttgüter, Schüttgut 2 (3), 347–356 (1996)
- ⁴⁵ Schulze, D., Das automatische Ringschergerät RST-01.pc, Produktbeschreibung, Partec (2001)
- ⁴⁶ Schulze, D., Flow properties of powders and bulk solids and silo design for flow, Produktbroschüre, Internationaler Kongress für Partikeltechnologie Powtech / Partec Nürnberg, (27. - 29.03.2001)
- ⁴⁷ Homepage von D. Schulze, <http://www.dietmar-schulze.de>; (08.2001)
- ⁴⁸ Orband, J. L. R., Geldart, D., Direct measurement of powder cohesion using a torsional device, Powder Technology 92, 25–33 (1997)
- ⁴⁹ Hartley, P. A., Parfitt, G. D., An improved split-cell apparatus for the measurement of tensile strength of powders, J. Phys. E: Sci. Instrum. 17, 347–349 (1984)
- ⁵⁰ Produktbroschüre Fa. Stable Micro Systems, (03.2001)
- ⁵¹ Homepage der Winopal GmbH, <http://www.winopal.com>, (08.2001)
- ⁵² Homepage der Stable Micro Systems, <http://www.stablemicrosystems.com>, (08.2001)
- ⁵³ Gespräch mit Dipl. Ing. Ralf André Winopal (Winopal GmbH) und Ben Proudlove (Stable Micro Systems), Internationaler Kongress für Partikeltechnologie Powtech / Partec Nürnberg, (29.03.2001)
- ⁵⁴ Fukuzawa, H., Kimura, S., Cohesion of particulate solids. I., Yakugaku Zasshi 92 (1), 42–50 (1972)
- ⁵⁵ Fukuoka, E., Kimura, S., Yamazaki, M., Tanaka, T., Cohesion of particulate solids. IV., Chem. Pharm. Bull. 31 (1), 221–229 (1983)

- ⁵⁶ Schmidt, P. C., Walter, R., Investigation of the cohesion behaviour of powders and their adhesion to a carrier by an electronic tensiometer, *Pharmazie* 49, 183–187 (1994)
- ⁵⁷ Schweiger, A., Zimmermann, I., A new approach for the measurement of the tensile strength of powders, *Powder Technology* 101, 7–15 (1999)
- ⁵⁸ Schweiger, A., Untersuchungen zum Fließverhalten feinkörniger Schüttgüter, Dissertation, Universität Würzburg (1998)
- ⁵⁹ Anstett, I., Untersuchungen zur Wirkungsweise von Fließregulierungsmitteln auf partikulärer Ebene, Dissertation, Universität Würzburg (2001)
- ⁶⁰ Zimon, A. D., Adhesion of dust and powder, Consultants Bureau, New York (1982)
- ⁶¹ Lam, K. K., Newton, J. M., Investigation of applied compression on the adhesion of powders to a substrate surface, *Powder Technology* 65, 167–175 (1991)
- ⁶² Podczeck, F., Newton, J. M., James, M. B., Adhesion and friction between powders and polymer or aluminium surfaces determined by a centrifuge technique, *Powder Technology* 83, 201–209 (1995)
- ⁶³ Otsuka, A., Iida, K., Danjo, K., Sunada, H., Measurements of the adhesive force between particles of powdered organic substances and a glass substrate by means of the impact separation method. I., *Chem. Pharm. Bull.* 31 (12), 4483–4488 (1983)
- ⁶⁴ Tabor, D., Winterton, F. R. S., Winterton, R. H. S., The direct measurement of normal and retarded van der Waals forces, *Proc. R. Soc. Lond. A* 312, 435–450 (1969)
- ⁶⁵ Israelachvili, J. N., Adams, G. E., Measurement of forces between two mica surfaces in aqueous electrolyte solutions in the range 0–100 nm, *Journal of the Chemical Society Faraday Transactions I* 74, 975–1001 (1978)
- ⁶⁶ Binnig, G., Quate, C. F., Gerber, Ch., Atomic Force Microscope, *Physical Review Letters* 9, 930–933 (1986)
- ⁶⁷ Ducker, W. A., Senden, T. J., Pashley, R. M., Direct measurement of colloidal forces using an atomic force microscope, *Nature* 353, 239–241 (1991)
- ⁶⁸ Sindel, U., Messung interpartikulärer Haftkräfte mittels Rasterkraftmikroskopie, Dissertation, Universität Würzburg (1999)
- ⁶⁹ Anstett, I., Zimmermann, I., The function of glidants in pharmaceutical powder mixtures with an atomic force microscope, Proceedings PARTEC 2001, International Congress for Particle Technology, Nürnberg (27.–29.03.2001)
- ⁷⁰ Janssen, H. A., Versuche über Getreidedruck in Silozellen, *Z. Ver. Dt. Ing.* 39, 1045–1049 (1985)
- ⁷¹ Zimmermann, I., *Pharmazeutische Technologie*, 306 – 318 (1998)

- ⁷² Scheibe, M., Die Fördertechnik einer Zellenradschleuse unter Berücksichtigung der Wechselwirkung von Silo und Austragungsorgan, Dissertation, TU Bergakademie Freiberg (1997)
- ⁷³ Johanson, J. R.; Jenike, A. W., Stress and velocity fields in gravity flow of bulk solids, Bulletin 116, Utah Eng. Exp. Station, University of Utah (1962)
- ⁷⁴ Schulze, D., Untersuchung zur gegenseitigen Beeinflussung von Silo und Austragorgan, Dissertation, TU Braunschweig (1991)
- ⁷⁵ Tomas, J., Modellierung des Fließverhaltens von Schüttgütern auf der Grundlage der Wechselwirkungskräfte zwischen den Partikel und Anwendung bei der Auslegung von Bunkeranlagen, Habil., TU Bergakademie Freiberg (1991)
- ⁷⁶ Motzkus, V., Belastung von Siloböden und Auslauftrichtern durch körnige Schüttgüter, Dissertation, TU Braunschweig (1974)
- ⁷⁷ Jenike, A. W., Storage and flow of solids, Bulletin 123, Utah Eng. Exp. Station, University of Utah (1964)
- ⁷⁸ Johanson, J.R., Method of calculating rate of discharge from hoppers and bins, Transaction of Am. Inst. of Mining, Metal. and Petrol. Eng. 232, 69-80 (1965)
- ⁷⁹ Schwedes, J., Fließverhalten von Schüttgütern in Bunkern (1970)
- ⁸⁰ Brown, R. L., Richards, J. C., Kinematics of flow of dry powders and bulk solids, Rheologica Acta, 4 (3), 153 – 165 (1965)
- ⁸¹ Shinohara, K., Idemitsu, Y., Gotoh, K., Tanaka, T., Mechanism of gravity flow of particles from a hopper, Industry and Eng. Chemistry, Process Design and Develop. 7 (3), 378 – 383 (1968)
- ⁸² Firewicz, H., Kinematik des Schwerkraft-Auslaufs körnigen Gutes aus einem Bunker – 4. Teil, Aufbereitungstechnik, 29 (2), 61 – 70 (1988)
- ⁸³ Meggle GmbH, Expert Tableting, Lactose Monohydrat, Produktinformation (10. 99)
- ⁸⁴ Fiedler, H. P., Lexikon der Hilfsstoffe für Pharmazie, Kosmetik, und angrenzende Gebiete, 4, 959 (1996)
- ⁸⁵ Hunnius, Pharmazeutisches Wörterbuch 8, 77 (1998)
- ⁸⁶ Colorcon Ltd., Starch® 1500, The multifunctional excipient, The superior choice for formulation versatility, Produktbroschüre, (1997)
- ⁸⁷ Homepage der Colorcon Ltd.: <http://www.colorcon.com/excipients/index.html>, (01.06.2001)
- ⁸⁸ Cobb, J., Zeleznik, J., Montalto, T., West, L., Becker J., Sherwood, B. E., Tableting and compaction of new high density Prosolv, Penwest, 2981 Rt. 22

- ⁸⁹ Tobyn, M. J., McCarthy, G. P., Staniforth, J. N. Edge, , Physicochemical comparison between microcrystalline cellulose and silicified microcrystalline cellulose, International journal of pharmaceutics 169, 183 –194 (1998)
- ⁹⁰ Zimmermann, I., Pharmazeutische Technologie, 245 – 268 (1998)
- ⁹¹ Nebelung, M., Jahresbericht Fraunhofer-Institut für keramische Technologien und Sinterwerkstoffe, 26 – 27 (1997)
- ⁹² Tsujimoto, H., Yokoyama, T., The characterization of microgranules produced by tumbling fluidized bed granulator with opposed pulsed assembly, KONA powder and particle 16, 242 -244 (1998)
- ⁹³ Zimmermann, I., Möglichkeiten und Grenzen von Streulichtverfahren, Chemie Ingenieur Technik 68, 422 – 425 (1996)
- ⁹⁴ Bauer, K.-H., Entwicklung fester peroraler Arzneiformen mit teilchengrößenkontrollierter Arzneistofffreisetzung, Dissertation Universität Würzburg, 16 (1995)
- ⁹⁵ Xu, R. Particle size distribution analyse using light scattering, Liquid and surface-borne particle measurement handbook: Knapp, I. Z., Barber, T. A., Liebermann, A., Marcel Decker
- ⁹⁶ Stricker, H. (Hrsg.), Martin, Swarbrick, Cammarata, Physikalische Pharmazie, Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft mbH Stuttgart, 3, 359 ff (1987)
- ⁹⁷ Stahl, P. H., Feuchtigkeit und Trocknen in der pharmazeutischen Technologie (1980)
- ⁹⁸ Lide, D. R., CRC Handbook of Chemistry and Physics, CRC Press New York 78TH Edition), 15 – 25 (1997 – 1998)
- ⁹⁹ Staiger Mohilo, Drehmoment-Messung, Dr. Staiger, Mohilo+Co GmbH, Produktbroschüre (1999)
- ¹⁰⁰ Wheatstone, Ch., An account of several new instruments and processes for determining the constants of a voltaic circuit, Phil. Trans. Roy. Soc.,133, 303 – 327 (1843)
- ¹⁰¹ Hoffmann, K., Grundlagen der Dehnungsmessstreifen-Technik, Die Messung elementarer Belastungsfälle mit DMS, Hottinger Baldwin Messtechnik GmbH, Darmstadt (1973)
- ¹⁰² Hoffmann, K., Grundlagen der Dehnungsmessstreifen-Technik, Der Dehnmessstreifen (DMS), ein universelles Hilfsmittel der experimentellen Spannungsanalyse, Hottinger Baldwin Messtechnik GmbH, Darmstadt (1973)
- ¹⁰³ Modia Mess- und Datentechnik GmbH, Produktbroschüre (1999)
- ¹⁰⁴ Gommola, G., Anwendung und Einbau von Wägezellen, Hottinger Baldwin Messtechnik GmbH (1999)

- ¹⁰⁵ Pesa Sensoren u. Waagen GmbH, Produktbroschüre (07.98)
- ¹⁰⁶ Prautzsch, F., Schrittmotor-Antriebe: präzise positionieren in computergerechter Technik, 2 (1991)
- ¹⁰⁷ Brosch, P. F., Intelligente Antriebe in der Servotechnik, Die Bibliothek der Technik 186 (1999)
- ¹⁰⁸ Datenblatt zur Wägezelle Modell 1024, Teda Huntleigh (10. 1998)
- ¹⁰⁹ Spider 8® Bedienungsanleitung, Hottinger Baldwin Messtechnik, B 31.Spider8.20 d, D 3 (03. 1999)
- ¹¹⁰ Betriebsanleitung für Global Drive Servo Umrichter EDB 9300 DES, Lenze GmbH & Co KG Hameln (12. 1998)
- ¹¹¹ Anschlussplan für Umrichtermotor SDSGAXS 056-22, Lenze GmbH & Co KG Hameln (09.1998)
- ¹¹² Stoer J., Einführung in die numerische Mathematik I, 4 108 ff (1983)
- ¹¹³ Sachs, L., Statistische Methoden, 5, 99 ff (1970)

Lebenslauf

Persönliche Angaben	Kai Manfred Kretzler Geburtsdatum: 13.03.1972 Geburtsort: Heidelberg Familienstand: ledig
Schulbildung	
Sept. 1978 – Juli 1982	Grundschule in Schonungen
Sept. 1982 – Juli 1991	Walther-Rathenau-Gymnasium, Schweinfurt
Grundwehrdienst	
Okt. 1991 – Sept. 1992	Panzeraufklärungstruppe in Ebern (Ladeschütze Leopard I)
Hochschulbildung	
Okt. 1992 – Feb. 1993	Studium der Feinwerktechnik an der Georg-Simon-Ohm Fachhochschule Nürnberg
Mai 1993 – April 1997	Studium der Pharmazie an der Julius-Maximilians-Universität Würzburg
Sept. 1995	Erster Abschnitt der Pharmazeutischen Prüfung (Note: 2,75)
April 1997	Zweiter Abschnitt der Pharmazeutischen Prüfung (Note: 2,0)
Juli 1998	Dritter Abschnitt der Pharmazeutischen Prüfung (Note: 2,5)
13. Juli 1998	Approbation als Apotheker
Praktikum	
Mai 1997 – Okt. 1997	Pharmaziepraktikum bei der Zeneca GmbH,
Nov. 1997 – April 1998	Heidelberg/Plankstadt Pharmaziepraktikum in der Kronen Apotheke, Schweinfurt
Berufstätigkeit	
Aug. 1998 – Sept. 2001	Wissenschaftlicher Mitarbeiter am Lehrstuhl für Pharmazeutische Technologie der Bayerischen Julius-Maximilians-Universität Würzburg
Seit Okt. 2001	Thema der Dissertation: „Eine neue Methode zur Bestimmung der Fließeigenschaften von Schüttgütern“ Betreuung: Herr Prof. Dr. I. Zimmermann Stellvertretender Leiter der Galenik beim IIP Aschaffenburg