

**Untersuchungen zum Zerkleinerungsverhalten  
kristalliner Stoffe in einer Spiralstrahlmühle**

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

**vorgelegt von  
Karin Marquardt  
aus Ochsenfurt**

**Würzburg 2004**

Eingereicht am: .....  
bei der Fakultät für Chemie und Pharmazie

1. Gutachter: .....  
2. Gutachter: .....  
der Dissertation

1. Prüfer: .....  
2. Prüfer: .....  
3. Prüfer: .....  
des Promotionskolloquiums

Tag des Promotionskolloquiums: .....

Doktorurkunde ausgehändigt am:.....

---

## Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand auf Anregung und unter Anleitung von Herrn Prof. Dr. Ingfried Zimmermann am Lehrstuhl für Pharmazeutische Technologie des Instituts für Pharmazie und Lebensmittelchemie der Bayerischen Julius Maximilians Universität Würzburg. Sie ist eine Fortsetzung der Arbeit von Frau Dr. Felicitas Guth, für die der erste Anstoß von Herrn Dr. Rainer Alex, Hoffmann-La Roche AG, Basel, gegeben wurde.

Ich möchte mich bei all denen herzlich bedanken, die mich während meiner Promotionszeit in irgendeiner Weise freundlich unterstützt haben. Mein besonderer Dank gilt

meinem Doktorvater Herrn Prof. Dr. Ingfried Zimmermann zum einen für die Formulierung des interessanten Themas und zum anderen für die permanente Diskussionsbereitschaft, wenn Probleme während der Anfertigung der Arbeit auftraten.

den Angestellten der Technischen Werkstatt des Instituts, Herrn Georg Walter, Herrn Matthias Völker und Herrn Karl Vollmuth für ihr hohes Engagement bei Reparatur- und Umbauarbeiten an der Luftstrahlmühle.

Herrn Dr. Sascha Zügner für die Härte- und Elastizitätsmodulbestimmungen an den im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Stoffen.

Herrn Dr. Hermann Walz und Herrn Dr. Sascha Zügner für die hervorragende Organisation des Praktikums AFL II und für die selbstverständliche Unterstützung bei Fragen, die sich im Zusammenhang mit der Studentenbetreuung stellten.

allen Kollegen am Lehrstuhl für das angenehme Arbeitsklima und für die zahlreichen Ratschläge bei praktischen und theoretischen Fragen, die sich im Laufe der Promotionszeit stellten.

meinen Eltern, Geschwistern und Freunden für die uneingeschränkte Unterstützung im privaten Bereich, ohne die die Anfertigung dieser Arbeit nicht möglich gewesen wäre.

**Publikationen**

K. Marquardt, I. Zimmermann: Operational parameters of a spiral jet mill and their influence on the product fineness. DPhG Jahrestagung 2003, Würzburg, Deutschland, 8. – 11. Oktober 2003

---

## Inhaltsverzeichnis

<b>1.</b>	<b>Einleitung und Zielsetzung.....</b>	<b>1</b>
<b>2.</b>	<b>Forschungsstand.....</b>	<b>3</b>
2.1	Strömungszustand in der Spiralstrahlmühle.....	3
2.1.1	Untersuchungen mit tribolumineszierenden Substanzen.....	3
2.1.2	Differenzierung zwischen Mahl- und Sichtzone.....	4
2.1.3	Betrachtung der Strömung über den Querschnitt der Mahlkammer.....	6
2.2	Prallbeanspruchung und Sichtung in der Spiralstrahlmühle.....	7
2.2.1	Prallbeanspruchung in der Spiralstrahlmühle.....	7
2.2.1.1	Die mittlere freie Weglänge zwischen Partikeln in der Mahlkammer.....	7
2.2.1.2	Die Geschwindigkeit der Partikel in der Mahlkammer.....	8
2.2.2	Sichtung in der Spiralstrahlmühle.....	9
2.3	Prozessüberwachung – Der Druck in der Mahlkammer.....	10
2.4	Energetische Betrachtung des Zerkleinerungsprozesses in der Luftstrahlmühle...12	
2.4.1	Energieaufwand in der Luftstrahlmühle.....	12
2.4.1.1	Die Einströmungsgeschwindigkeit des Mahlgases.....	13
2.4.1.2	Der Gasmassenstrom.....	14
2.4.1.3	Die Mahlenergie.....	16
2.4.2	Energieverbrauch bei der Zerkleinerung.....	16
2.4.2.1	Spannungsfelder in Materialien mit elastischem bzw. inelastischem Bruchverhalten.....	17
2.4.2.2	Brucharbeit.....	18
2.4.2.3	Differentielle und integrale Bruchenergiebedingung.....	19
2.4.2.4	Schwierigkeiten bei der Quantifizierung des Energieverbrauchs bei der Zerkleinerung.....	20
2.4.3	Statistische Betrachtung des Zerkleinerungsprozesses.....	21

2.4.3.1	Beschreibung von Zerkleinerungsprozessen über Zerkleinerungsfunktionen.....	21
2.4.3.1.1	Ansatz von Nair.....	22
2.4.3.1.2	Ansatz von Dodds.....	24
2.4.3.1.3	Ansatz von Gommeren.....	25
2.4.3.1.4	Ansatz von Peukert.....	25
2.4.3.2	Beschreibung von Zerkleinerungsprozessen direkt über die Korngrößenverteilungen der Mahlprodukte.....	26
2.4.3.2.1	Ansatz von Benz.....	27
2.4.3.2.2	Ansatz von Tuunila, Nyström und Midoux.....	27
<b>3.</b>	<b>Arbeitshypothese.....</b>	<b>29</b>
<b>4.</b>	<b>Material und Methoden.....</b>	<b>30</b>
4.1	Material.....	30
4.2	Methoden.....	32
4.2.1	Charakterisierung der Luftstrahlmühle.....	32
4.2.1.1	Das Dosiersystem.....	33
4.2.1.2	Die Materialkammer mit Tauchrohr.....	35
4.2.1.3	Der Kollektor für das Mahlprodukt.....	39
4.2.2	Durchführung der Mahlversuche.....	41
4.2.2.1	Variation des Mahldrucks.....	41
4.2.2.2	Variation des Injektordrucks.....	42
4.2.2.3	Variation des Mahlspalts.....	42
4.2.2.4	Variation der Gutaufgabe pro Zeiteinheit.....	43
4.2.2.5	Variation der Mahlgüter.....	45
4.2.2.6	Versuchsdesign.....	45
4.2.3	Partikelgrößenanalyse mittels Coulter LS 230.....	46
4.2.4	Auswertung der Partikelgrößenverteilungen.....	47
4.2.4.1	Charakterisierung der Korngrößenverteilungen mittels RRSB-Netz.....	47
4.2.4.2	Prozessbeschreibung durch statistische Modelle.....	49

---

<b>5.</b>	<b>Ergebnisse.....</b>	<b>50</b>
5.1	Erkenntnisse aus den Druckkurven.....	50
5.1.1	Prinzipieller Verlauf der Druckkurven.....	50
5.1.2	Vergleich der Kammerdrücke bei unterschiedlichen operativen Parametervorgaben.....	54
5.2	Erkenntnisse aus den Partikelgrößenverteilungen.....	60
5.2.1	Einfluss der Förderrate auf das Mahlergebnis.....	61
5.2.2	Einfluss des Mahldrucks auf das Mahlergebnis.....	62
5.2.3	Einfluss des Mahlspalts auf das Mahlergebnis.....	65
5.3	Modellberechnungen.....	67
5.3.1	Modellberechnungen für einzelne Substanzen.....	67
5.3.1.1	Ansatz für Modelle von einzelnen Substanzen.....	67
5.3.1.2	Ergebnis der Rechnungen für Modelle von einzelnen Substanzen.....	69
5.3.2	Erstellung eines Gesamtmodells.....	75
5.3.2.1	Ansatz für ein Gesamtmodell.....	75
5.3.2.2	Ergebnis der Rechnungen für ein Gesamtmodell.....	77
5.3.3	Dimensionsanalyse.....	80
5.3.3.1	Festlegung dimensionsloser Gruppen.....	80
5.3.3.2	Modellanpassung an die dimensionslosen Gruppen.....	83
<b>6.</b>	<b>Diskussion der Ergebnisse.....</b>	<b>86</b>
6.1	Abschätzung der Zerkleinerungsleistung – grundsätzliche Trends.....	86
6.2	Bewertung der Modellrechnungen.....	87
6.2.1	Bewertung der Modell für einzelne Mahlgüter.....	88
6.2.2	Bewertung des Gesamtmodells.....	90
6.2.3	Bewertung des Modells mit dimensionslosen Gruppen.....	92
6.2.4	Vergleichende Bewertung des Gesamtmodells und des Modells mit dimensionslosen Gruppen.....	93

6.3	Interpretation der Aussagen aus der Dimensionsanalyse.....	94
<b>7.</b>	<b>Zusammenfassung.....</b>	<b>97</b>
<b>8.</b>	<b>Summary.....</b>	<b>102</b>
<b>9.</b>	<b>Literaturverzeichnis.....</b>	<b>106</b>
<b>10.</b>	<b>Anhang.....</b>	<b>113</b>
10.1	Einstellung der Förderraten.....	113
10.2	Quellcode des Programms zum Freiblasen der Druckbohrung.....	114
10.3	Mahlkammerdrücke.....	117
10.4	Datenbasis für die Modellrechnungen.....	122
10.4.1	Datenbasis von Lactose.....	122
10.4.2	Datenbasis von Natriumascorbat.....	125
10.4.3	Datenbasis von Ascorbinsäure.....	128
10.4.4	Datenbasis von Natriumchlorid.....	131

## Formelzeichen

d:	Lageparameter (aus RRSB-Netz) [ $\mu\text{m}$ ]
$d_{50}$ :	Median [m]
e:	E-Modul des Mahlguts [GPa]
f:	Förderrate [g/min]
$f_{\text{mat}}$ :	Materialkonstante
h:	Härte des Mahlguts [GPa]
k:	Anzahl der Prallbeanspruchungen [-]
$k(x)$ :	Bruchrate von Partikeln der Größe x [-]
$k(x_0)$ :	Bruchrate von Partikeln der Ursprungskorngröße $x_0$ [-]
l:	Länge des Anrisses [m]
$\dot{m}$ :	Gasmassenstrom [ $\text{kg s}^{-1}$ ]
n:	Gleichmäßigkeitskoeffizient (aus RRSB-Netz) [-]
p:	Druck [Pa]
q:	Hohlraumvolumenanteil [-]
r:	Radius [m]
$r^2$ :	Korrelationskoeffizient
relsdv:	relative Standardabweichung [%]
sdv:	Standardabweichung
$s_0$ :	Flugstrecke [m]
$\Delta s/s$ :	relative Eindringtiefenänderung [-]
t:	Mahlspalt [mm]
u:	Umfangsgeschwindigkeit [ $\text{m s}^{-1}$ ]
v:	Geschwindigkeit [ $\text{m s}^{-1}$ ]
w:	Dichte des Mahlguts [ $\text{g/cm}^3$ ]
x:	Partikeldurchmesser [m]
$x_{\text{grenz}}$ :	Grenzkorndurchmesser [m]
$\hat{y}$ :	Schätzwerte der Zielgröße
y:	tatsächlich eingestellte Werte der Zielgröße
$\bar{y}$ :	Schwerpunkt des Modells; Datenmittelpunkt

---

A:	Fläche [m <sup>2</sup> ]
B:	breakage function
B <sub>ij</sub> :	breakage distribution parameter
B(x;x <sub>0</sub> ):	Bruchfunktion; Korngrößenanteil feiner als eine bestimmte Korngröße x entstanden durch Primärbruch aus Partikeln der Ursprungskorngröße x <sub>0</sub> [-]
D:	Duchgangssumme [-]
E:	Elastizitätsmodul [J m <sup>-3</sup> ]
F:	Kraft [kg m s <sup>-2</sup> ]
F(x;T):	Korngrößenanteil im Mahlprodukt feiner als eine bestimmte Korngröße x nach einer Mahldauer der Zeit T [-]
G:	Energiefreisetzungsrate [J m <sup>-2</sup> ]
ΔH:	Enthalpiedifferenz [J kg <sup>-1</sup> ]
K:	breakage rate parameter
K <sub>1</sub> , K <sub>2</sub> :	Parameter zur mathematischen Abschätzung
$K^{(k)}(x) \frac{t^k}{k!}$ :	Kapur-Term
L:	Partikellänge [m]
R:	Rückstandssumme [-]
R(x;T):	Korngrößenanteil größer als x zum Zeitpunkt T [-]
RW:	Risswiderstand [J m <sup>-2</sup> ]
S:	selection function [-]
T:	Zeit [s]
W:	Energie [J]
X:	Einflussgröße
Y:	Zielgröße
α:	Mahldüsenanstellwinkel [°]
β, γ:	Regressionskoeffizienten
ε:	Dehnung [-]
$\bar{\lambda}$ :	mittlere freie Weglänge zwischen Partikeln [m]
ρ:	Dichte [kg m <sup>-3</sup> ]
μ:	Gutbeladung [-]
η:	dynamische Viskosität des Mahlgases [Pa s]
π:	dimensionslose Gruppen

---

$\chi$ :	Isentropenkoeffizient
$\sigma$ :	Normalspannung [ $\text{J m}^{-3}$ ]
$\delta$ :	Koeffizient des breakage rate parameter
$\Phi, \gamma, \kappa$ :	Koeffizienten des breakage distribution parameter
$\Psi$ :	Ausflussfunktion

**Indices:**

a:	außen
d:	Mahldüse
ein:	Einströmen
el:	elastisch
i, j:	Intervallangaben
in:	innen
inj:	Injektor
k:	Kammer
kin:	kinetisch
krit:	kritisch
m:	Mahlgas
max:	maximal
min:	minimal
r:	radiale Richtung
z:	zentrifugal
B:	Bruch
E:	Eindruck
F:	Feststoff
K:	Kerbe
M:	massenbezogen
P:	Partikel
R:	Riss
V:	volumenbezogen
0:	Anfang

## 1. Einleitung und Zielsetzung

Zerkleinern ist eine wichtige Grundoperation in der pharmazeutischen Industrie. Vor der Verarbeitung müssen Wirk- und Hilfsstoffe zerkleinert und auf vergleichbare Teilchengrößen gebracht werden, damit sie homogen gemischt werden können, gute Auflösungseigenschaften zeigen und, z. B. als Aerosol, optimal applizierbar sind.

Grundsätzlich wird zwischen Grob- und Feinzerkleinerung unterschieden. Bei der Grobzerkleinerung kommen Backen-, Walzen- und Prallbrecher zum Einsatz, wobei Mahlprodukte mit Partikelgrößen im Millimeterbereich erzielt werden. Feinzerkleinerung in der Größenordnung von Mikrometern ist mit Kugel-, Hammer- und Strahlmühlen möglich [1]. Strahlmühlen eignen sich zum Mikronisieren besonders gut, weil sie bei Betrieb unter stabilen Mahlbedingungen generell sehr feine Mahlprodukte mit enger Partikelgrößenverteilung liefern [2]. Die Vorteile der Luftstrahlmühle liegen zum einen darin, dass Erwärmungen des Mahlgutes, die bei der Zerkleinerung auftreten, durch den kühlenden Luftstrom verhindert werden. Die Kühlwirkung beruht auf dem Joule-Thomson-Effekt, dem Verdampfen eventuell flüssigen Wassers im Mahlgut und dem Energieverbrauch während der Mahlung [3, 4]. Zum anderen können durch Verwendung eines Inertgases als Mahlgas oxidationsempfindliche Stoffe vor Sauerstoff geschützt werden [9]. Verunreinigungen durch Metallabrieb sind nahezu ausgeschlossen, weil die Zerkleinerung ohne Mahlwerkzeuge, allein durch gegenseitige Zusammenstöße zwischen den Mahlgutpartikeln, abläuft.

Seit den fünfziger Jahren wurden umfangreiche Arbeiten zur Untersuchung des Zerkleinerungsprozesses in Strahlmühlen durchgeführt. Heute kann ein Bild davon gezeichnet werden, wie und wo die Zerkleinerung abläuft. Es hat sich gezeigt, dass bei Überladung der Mühle Instabilitäten während der Zerkleinerung auftreten, die zu einem unkontrollierten Produktaustrag mit erheblichem Grobanteil führen. Strahlmühlen können nur unter stabilen Mahlbedingungen betrieben werden. Diese müssen durch Auswahl optimaler Mühleneinstellungen, auf dem Weg über „trial and error“, für die jeweilige Substanz ermittelt werden. Das gleiche gilt für den Einfluss der Mühlenbetriebsparameter auf den Grad der Zerkleinerung in der Mühle.

Das Ziel dieser Arbeit besteht darin, den Einfluss der Betriebsparameter Mahldruck, Förderrate und Stellung des Tauchrohrs und den Einfluss der Materialeigenschaften auf die Zerkleinerung quantitativ zu erfassen. Die Versuche werden mit einer Mühle Fryma JMRS 80

durchgeführt, die soweit umgebaut ist, dass Instabilitäten detektiert werden können. Einflussfaktoren, die nach der Mahlung das Mahlergebnis verfälschen, wurden bewusst eliminiert.

Die Untersuchungen stellen eine erste Grundlage für ein Modell dar, das es ermöglicht, von vornherein geeignete Betriebsparameter an der Mühle für ein Mahlgut mit bekannten Stoffeigenschaften zu wählen, um ein Mahlprodukt bestimmter Teilchengröße zu erhalten.

## 2. Forschungsstand

### 2.1 Strömungszustand in der Spiralstrahlmühle

Luftstrahlmühlen bestehen aus einer flachen, zylindrischen Mahlkammer, in die über Mahldüsen Mahlgas tangential einströmt [5]. Das Mahlgut wird aus einem Trichter in den Injektor transportiert und dort mit dem Injektorgas zu einem Gas-Feststoff-Strom vermischelt und in die Mahlkammer beschleunigt. In Abbildung 2.1 ist eine Mahlkammer mit Mahldüsen und Injektor schematisch dargestellt.

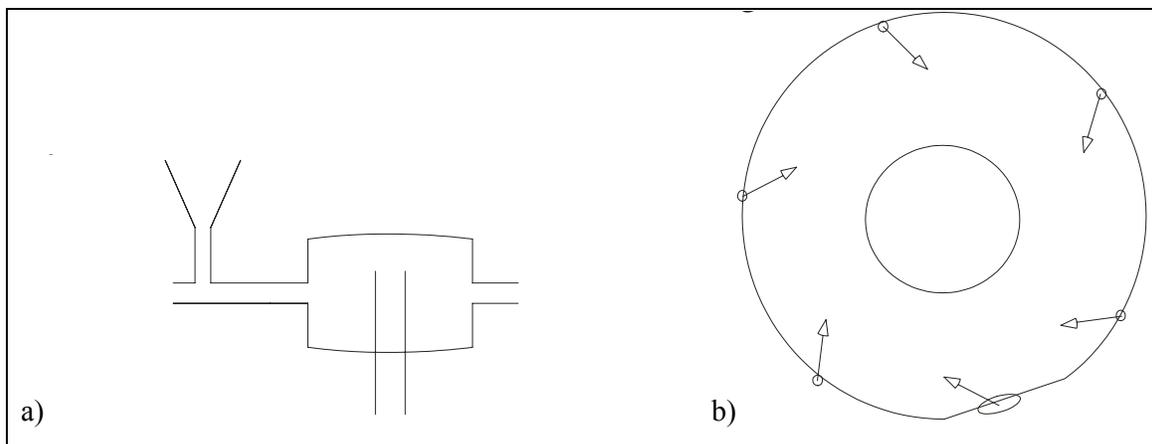


Abb. 2.1: Mahlkammer mit Mahldüsen und Injektor: a) Seitenansicht, b) Aufsicht. A: Fülltrichter; B: Injektorgas; C: Tauchrohr; D: Mahlkammer; E: Mahlgas

#### 2.1.1 Untersuchungen mit tribolumineszierenden Substanzen

Das Strömungsgeschehen in der Mahlkammer ist sehr komplex. Es überlagern sich Zerkleinerungs- und Sichtungsvorgänge. Durch Untersuchungen mit tribolumineszierenden Stoffen ist es Kürten und Rumpf gelungen, beide Vorgänge bestimmten Zonen in der Mahlkammer zuzuordnen [31, 32]. Tribolumineszierende Stoffe sind Materialien, die während der Zerkleinerung Licht aussenden. Diese Eigenschaft beruht auf elektrischen Vorgängen. Zur Lichtemission kommt es, wenn beim Bruch Ladungstrennung verursacht wird und sich die Bruchflächen gegeneinander aufladen. Treten Elektronen zum Ladungsausgleich von einer Bruchfläche zur anderen über, wird das Gas im Bruchspalt ionisiert und zur Lichtemission angeregt. Wird ein tribolumineszierender Stoff in einer Spiralstrahlmühle mit durchsichtigem Plexiglasdeckel vermahlen, kann ermittelt werden, in welchem Bereich der Mahlkammer Zerkleinerung stattfindet, weil dort Leuchterscheinungen

auftreten müssen. Da bei manganaktiviertem Zinksulfid und bei Zucker die Menge an ausgesandtem Licht direkt proportional zur neu erzeugten Bruchfläche ist, eignen sich diese Substanzen sogar zur quantitativen Abschätzung der Zerkleinerung an unterschiedlichen Stellen in der Mahlkammer.

### 2.1.2 Differenzierung zwischen Mahl- und Sichtzone

Die Untersuchungen von Kürten und Rumpf ergeben Folgendes: Die Mahlzone befindet sich an der Peripherie der Mahlkammer, die Sichtzone im Zentrum. Ist die Mahlgutkonzentration in der Mahlkammer während der Mahlversuche klein, kann die Mahlzone sogar genauer charakterisiert werden. Die Zerkleinerung findet bevorzugt an der Rückseite der Mahlstrahlen und in sehr geringem Maße an deren Vorderseite statt. Dies ist in der folgenden Abbildung 2.2 dargestellt.

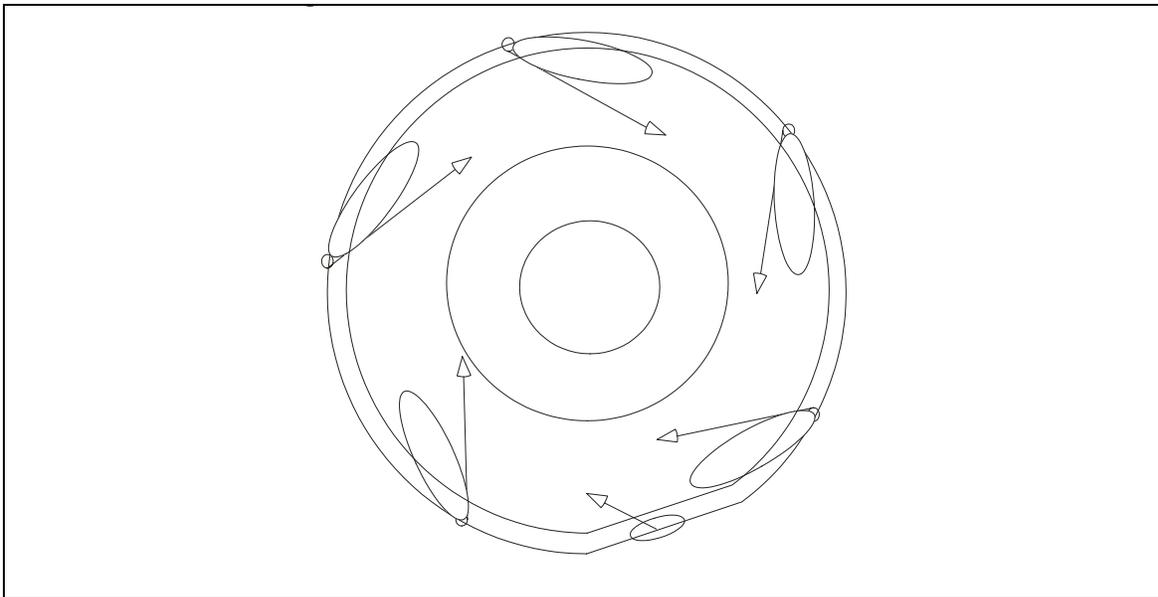


Abb. 2.2: Mahl- und Sichtungszone. A: Mahlzone an der Strahlrückseite; B: Mahlzone an der Wandung; C: Sichtungszone; I: Injektor

Dieses Phänomen lässt sich folgendermaßen erklären: In der Mahlkammer baut sich eine zirkuläre Grundströmung auf. Sie ist beladen mit Mahlgutpartikeln. Das Mahlgas, das in die Mahlkammer eingebracht wird, kreuzt die Grundströmung. Dadurch wird letztere abgebremst und die mahlgutbeladene Grundströmung staut sich an der Vorderseite der Mahlstrahlen. In der Folge baut sich dort Überdruck auf, während an der Strahlrückseite ein Unterdruckgebiet entsteht; die Mahlstrahlen verformen sich nierenförmig. Die Grundströmung wird um die

Mahlstrahlen herum abgelenkt. Im Unterdruckgebiet hinter den Mahlstrahlen wird Gas angesaugt und es bilden sich Wirbel aus [33]. Der Verlauf der Wirbelströmungen ist in Abbildung 2.3 verdeutlicht.

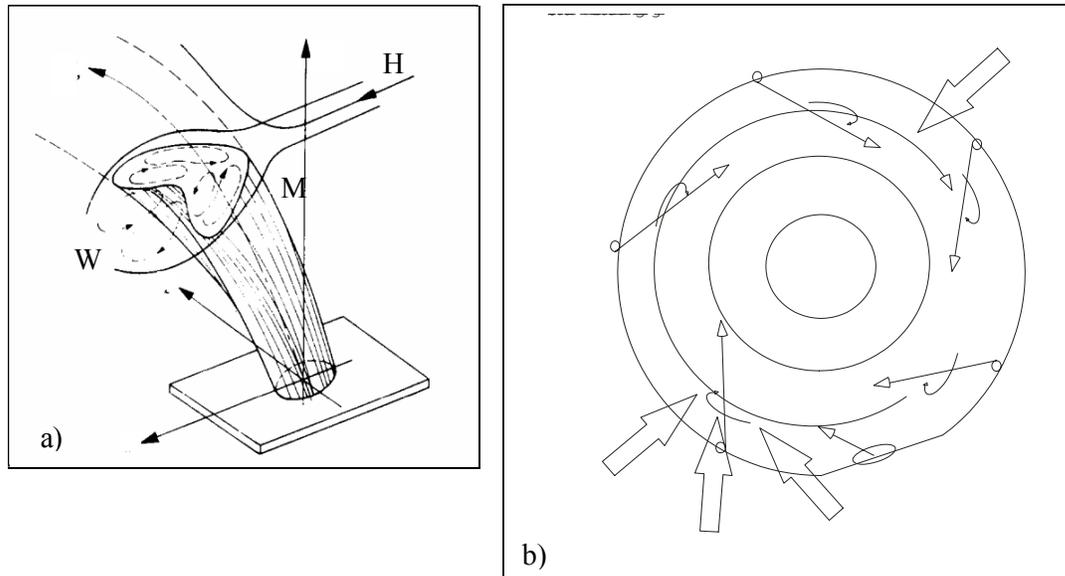


Abb. 2.3: Entstehung der Zerkleinerungszone durch Wirbelbildung.

- a) Strahlableitung nach Abramowitsch [33]. H: Grundströmung; M: Mahlstrahl; W: Wirbel  
 b) Wirbelbildung betrachtet in Mühlenaufsicht.

Unter dem Einfluss der Wirbel können sich die Feststoffpartikel, die von den Mahlstrahlen erfasst werden, auch quer zur Mahlstrahlrichtung bewegen, wobei sehr leicht Partikel aufeinander prallen. Je nachdem an welcher Stelle die Teilchen in die Mahlstrahlen eintreten, werden sie über eine unterschiedlich weite Strecke beschleunigt. Daraus resultieren große Relativgeschwindigkeiten zwischen den gerade in einen Mahlstrahl eintretenden und den in Strahlrichtung transportierten Partikeln. Die Wahrscheinlichkeit für Zusammenstöße an der Mahlstrahlrückseite wird sehr groß. An der Vorderseite der Mahlstrahlen kann geringfügige Zerkleinerung beobachtet werden, wenn die Geschwindigkeit der Partikel in der Grundströmung sehr hoch ist verglichen mit der Geschwindigkeit des Mahlgases im Mahlstrahl. Dann sind die Teilchen in der Lage, von vorne zwar nicht bis zum Strahlkern, aber doch eine kleine Strecke in die Mahlstrahlen einzudringen, und die Wahrscheinlichkeit für interpartikuläre Zusammenstöße steigt wie oben beschrieben.

### 2.1.3 Betrachtung der Strömung über den Querschnitt der Mahlkammer

Wird die Strömung in der Mahlkammer im Querschnitt, d.h. in Seitenansicht, betrachtet, sind zwei verschiedene Strömungsebenen erkennbar. Diese sind in der Abbildung 2.4 dargestellt.

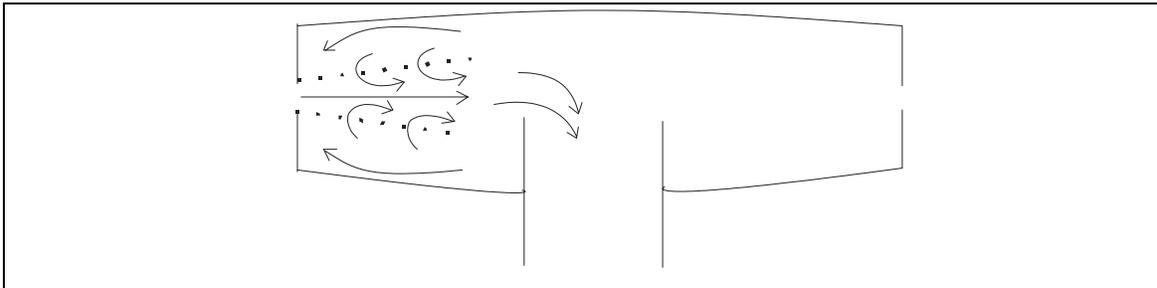


Abb. 2.4: Strömung in der Mahlkammer betrachtet über den Querschnitt der Mahlkammer.

Das Mahlgas strömt in der Treibstrahlebene 2 aus den Mahldüsen in die Mahlkammer ein. In der inneren Zone der Ebene 1 wird dabei Gas vom Rand der Mahlstrahlen aus in die Strömung mitgerissen. Dadurch entsteht in unmittelbarer Umgebung zu den Mahldüsen ein Unterdruckgebiet. Aus Kontinuitätsgründen strömt deshalb Gas in der äußeren Zone der Ebene 1 zurück zur Peripherie der Mahlkammer [31].

Der Strömungsverlauf der Ebene 2 wird hauptsächlich durch die Mahlstrahlen bestimmt. Die Mahlstrahlen werden, wie in Kapitel 2.1.2 ausgeführt, unter dem Einfluss der Grundströmung nierenförmig verformt und strömen spiralförmig nach innen. Gas, das im Wirbelbereich quer zur Mahlstrahlrichtung fließt, wird aus der Ebene 1 angesaugt. Unter welchem Winkel und mit welchem Druck das Mahlgas tangential in die Mahlkammer eingeblasen wird, bestimmt entscheidend den Verlauf der Strömung in den beiden Ebenen. Der optimale Anstellwinkel liegt nach Skelton [37] zwischen  $52^\circ$  und  $60^\circ$ . Ist der Winkel kleiner, ist die Wandreibung zu groß und das Mahlgut wird unzureichend beschleunigt. Wird der Winkel größer gewählt, verlässt auch grobes Gut die Mahlkammer über die Auslassöffnung. Im folgenden Kapitel wird auf die Zerkleinerungs- und Sichtungsvorgänge in der Luftstrahlmühle näher eingegangen. Die richtige Wahl der Mahldüsenanstellwinkel und der Gutbeladung sind entscheidend für einen optimalen Betrieb der Mühle.

## 2.2 Prallbeanspruchung und Sichtung in der Spiralstrahlmühle

### 2.2.1 Prallbeanspruchung in der Spiralstrahlmühle

Grundlage für die Zerkleinerung in der Luftstrahlmühle ist die Prallbeanspruchung nach der Beanspruchungsart 2. Zerkleinerung ist allerdings nur dann möglich, wenn zum einen überhaupt die Voraussetzungen für Zusammenstöße zwischen Partikeln vorhanden sind und wenn zum anderen die Geschwindigkeiten der zusammenstoßenden Teilchen groß genug sind [8, 34, 35].

#### 2.2.1.1 Die mittlere freie Weglänge zwischen Partikeln in der Mahlkammer

Damit Partikel aufeinander treffen können, muss die mittlere freie Weglänge zwischen den Teilchen kleiner sein als deren Flugweg, d.h. als der Abbremsweg der Partikel durch Luftreibung. Wird davon ausgegangen, dass die Geschwindigkeiten der Partikel in der Mahlzone räumlich gleichmäßig verteilt sind und somit eine Boltzmann-Maxwellsche-Geschwindigkeitsverteilung vorliegt, berechnet sich die mittlere freie Weglänge zwischen den Teilchen folgendermaßen [36]:

$$\bar{\lambda} \approx \frac{x}{10 * (1 - q)} \quad (2.1)$$

$\bar{\lambda}$ : mittlere freie Weglänge zwischen Partikeln [m]  
 x: Partikeldurchmesser [m]  
 q: Hohlraumvolumenanteil [-]

Unter dem Einfluss der Luftreibung beträgt die Flugstrecke einer Partikel [8]:

$$s_0 = \frac{x^2 * \rho_F * v_0}{18 * \eta} \quad (2.2)$$

$s_0$ : Flugstrecke [m]  
 x: Partikeldurchmesser [m]  
 $\rho_F$ : Feststoffdichte [ $\text{kg m}^{-3}$ ]  
 $v_0$ : Anfangsgeschwindigkeit der Partikel [ $\text{m s}^{-1}$ ]  
 $\eta$ : dynamische Viskosität des Mahlgases [ $\text{Pa s}$ ]

Damit es zum Zusammenstoß von Partikeln kommt, muss die mittlere freie Weglänge möglichst klein sein und die Flugstrecke möglichst groß. Das ist unter folgenden Bedingungen der Fall: Einerseits muss der Hohlraumvolumenanteil in der Mahlkammer gering sein. Andererseits ist es wichtig, dass die Partikel eine hohe Anfangsgeschwindigkeit und eine große Dichte aufweisen und das Mahlgas eine geringe Viskosität hat. Der Partikeldurchmesser geht in die Flugstrecke quadratisch und in die mittlere freie Weglänge nur linear ein. D.h. der Zusammenstoß ist bei größeren Partikeln eher gewährleistet als bei kleineren. In Abbildung 2.5 sind Flugstrecke bzw. mittlere Wegstrecke in Abhängigkeit vom Partikeldurchmesser bei unterschiedlicher Fluggeschwindigkeit bzw. unterschiedlicher Gutbeladung dargestellt.

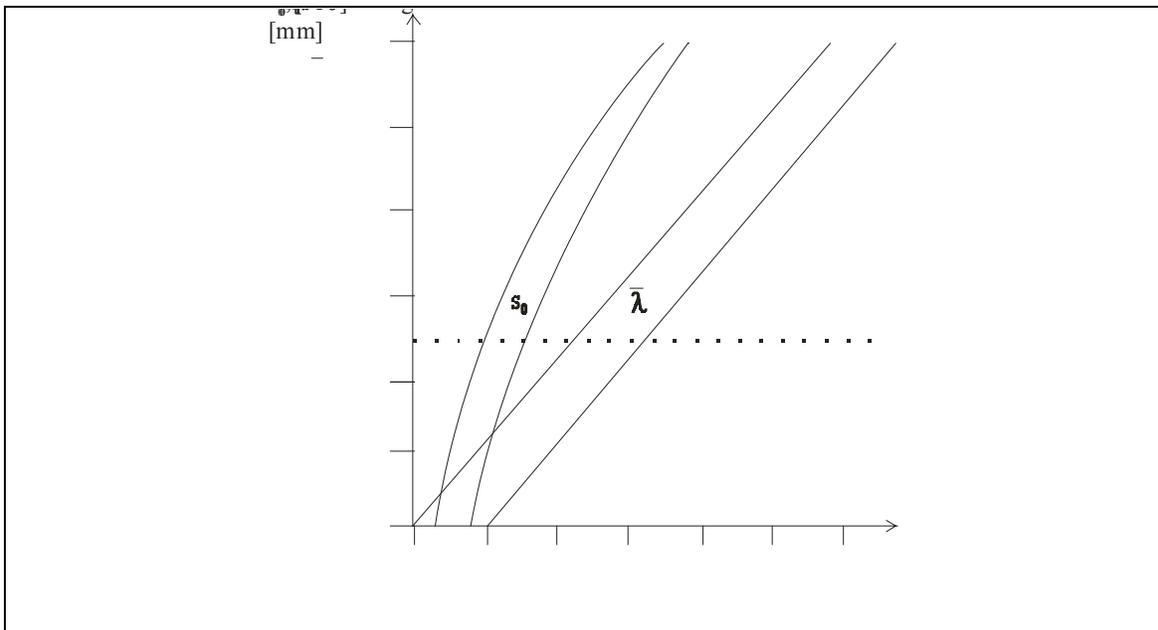


Abb. 2.5: Flugstrecke bzw. mittlere Wegstrecke in Abhängigkeit vom Partikeldurchmesser bei unterschiedlicher Fluggeschwindigkeit bzw. unterschiedlicher Gutbeladung nach Rumpf [8] aus Rief [40].  $s_0$ : Flugstrecke;  $\bar{\lambda}$ : mittlere freie Weglänge;  $q$ : Hohlraumvolumenanteil;  $x$ : Partikeldurchmesser;  $v_0$ : Anfangsgeschwindigkeit der Partikel

### 2.2.1.2 Die Geschwindigkeit der Partikel in der Mahlkammer

Bei der theoretischen Betrachtung der Prallbeanspruchung muss auch berücksichtigt werden, dass die angestrebte Zerkleinerung durch gegenseitigen Partikelstoß natürlich nur dann auftritt, wenn die Teilchen mit ausreichender Geschwindigkeit aufeinander treffen. Die Beschleunigungsstrecken der Partikel und die Kraft, die während der Beschleunigung wirkt, müssen groß genug sein.

Für die Praxis lassen sich folgende Konsequenzen ziehen:

- Die Gutbeladung der Mahlkammer muss groß genug sein, damit Partikel aufeinander stoßen können; sie darf jedoch auch nicht zu hoch sein, damit die Strömung, die für die Beschleunigung der Partikel verantwortlich ist, nicht zu sehr abgebremst wird.
- Der Mahldruck muss so groß gewählt werden, dass die Partikel mit ausreichender Kraft beschleunigt werden.
- Der Mahldüsenanstellwinkel muss richtig eingestellt werden. Ist er zu klein, werden die Beschleunigungsstrecken zu gering; bereits nach kurzen Wegstrecken treffen die Mahlstrahlen auf die Mahlkammerwandung. Zu große Mahldüsenanstellwinkel wirken sich negativ aus auf den Sichtungsprozess in der Mahlkammer, der im nächsten Kapitel erläutert wird.

### 2.2.2 Sichtung in der Spiralstrahlmühle

Bedingt durch die zirkuläre Strömung in der Mahlkammer findet in der Luftstrahlmühle nicht nur Zerkleinerung statt, sondern auch Sichtung. Auf die Partikel wirken Strömungs- und Zentrifugalkraft ein. Mit der Durchflussströmung werden die Teilchen zur Auslassöffnung in der Mitte der Mahlkammer getrieben. Die Zentrifugalkraft bewirkt, dass die Partikel in der Mahlkammerperipherie zurückgehalten werden. Während kleine Teilchen von der Strömung leicht mitgerissen werden, weil auf sie wegen ihrer geringen Masse nur eine geringe Zentrifugalkraft einwirkt, werden große Partikel mit entsprechend größerer Masse durch eine relativ große Zentrifugalkraft in der Mahlkammer zurückgehalten. Es lässt sich eine Grenzkorngröße ermitteln, bei der Zentrifugalkraft und Strömungskraft gerade im Gleichgewicht stehen. Bei dieser Korngröße gilt, dass gerade 50 % der Partikel dieser Größe abgeschieden werden [38, 39]. Um die Grenzkorngröße zu berechnen, müssen die um die Auftriebskraft reduzierte Zentrifugalkraft und der Strömungswiderstand nach Stokes, die beide auf eine Partikel auf der Umlaufbahn  $r_i$  in der Spiralstrahlmühle einwirken, gleichgesetzt werden. So ergibt sich für den Grenzkorndurchmesser  $x_{\text{grenz}}$  folgender Zusammenhang:

$$x_{grenz} = \sqrt{\frac{18 \cdot \eta \cdot v_r \cdot r_i}{(\rho_F - \rho_G) \cdot u_i^2}} \quad (2.3)$$

- $x_{grenz}$ : Grenzkorndurchmesser [m]  
 $\eta$ : dynamische Viskosität des Mahlgases [Pa s]  
 $v_r$ : Radialgeschwindigkeit [m s<sup>-1</sup>]  
 $r_i$ : Radius i [m]  
 $\rho_F$ : Feststoffdichte [kg m<sup>-3</sup>]  
 $\rho_G$ : Mahlgasdichte [kg m<sup>-3</sup>]  
 $u_i$ : Umfangsgeschwindigkeit auf dem Kreis mit Radius  $r_i$  [m s<sup>-1</sup>]

Der Sichtungsprozess bewirkt, dass noch unzureichend zerkleinertes Material in der Mahlkammer weiter beansprucht werden kann. Feingut wird dagegen abgeschieden. D.h. die Zerkleinerung in einer Luftstrahlmühle liefert ein Mahlprodukt mit enger Korngrößenverteilung. Der Grenzkorndurchmesser wird umso kleiner, je größer die Umfangsgeschwindigkeit und je kleiner die Radialgeschwindigkeit am Auslass mit Radius  $r_i$  ist. Große Umfangs- und kleine Radialgeschwindigkeiten werden erzielt, wenn die Mahldüsenanstellwinkel klein gewählt werden. Es muss ein Kompromiss gefunden werden zwischen großen Winkeln, die eine gute Beschleunigung der Mahlgutpartikel zur Folge haben, und kleinen Winkeln, die eine effektive Sichtung bewirken. Wie Skelton zeigt, liegt der optimale Mahldüsenanstellwinkel zwischen 52° und 60° [37]. Die Korngröße des abgeschiedenen Grenzkorns sinkt ebenso, wenn der Radius der Auslassöffnung, d.h. des Tauchrohres, gering gewählt wird. Die Abmessungen des Tauchrohres müssen allerdings noch groß genug sein, um ein ungestörtes Abfließen des Injektor- und Mahlgases zu ermöglichen.

### 2.3 Prozessüberwachung – Der Druck in der Mahlkammer

Die Strömungsvorgänge spiegeln sich sehr gut im Druck in der Mahlkammer wider. Muschelknautz [39] und Bauer [34] beschäftigen sich damit, den radialen Druckverlauf in der Mahlkammer zu berechnen und zu messen.

Für den Druckverlauf quer über der Mahlkammer ergibt sich folgender funktionaler Zusammenhang:

$$p = \rho_G * u(r)^2 * \ln r + C \quad (2.4)$$

- p: Druck [Pa]  
 r: Radius [m]  
 $\rho_G$ : Dichte des Mahlgases [ $\text{kg m}^{-3}$ ]  
 u: Umfangsgeschwindigkeit [ $\text{m s}^{-1}$ ]  
 C: Integrationskonstante [Pa]

Der Druck sinkt von der Peripherie hin zum Zentrum der Mahlkammer ab. In dieser Richtung nimmt die Umfangsgeschwindigkeit zu. Am Auslassradius ist der Druck beinahe auf Normaldruck abgesunken. Über dem Tauchrohr liegt eine Drucksenke. Dort herrscht Unterdruck. Durch diesen ist die Sogwirkung am Auslass bedingt, die dazu führt, dass das feine Mahlgut abgeschieden wird. In der folgenden Abbildung 2.6 ist der Druckverlauf in einer Mahlkammer dargestellt. Die steilste Kurve repräsentiert den Druckverlauf in einer Mahlkammer, die nicht mit Mahlgut beladen ist. Die anderen beiden Kurven sind bei unterschiedlichen Gutbeladungen aufgenommen.

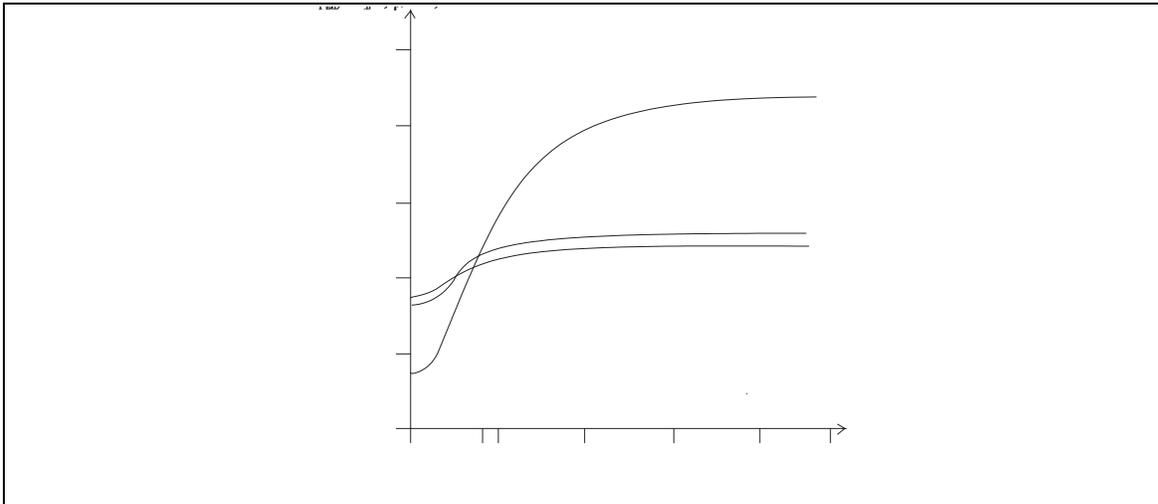


Abb. 2.6: Radialer Druckverlauf in der Mahlkammer bei unterschiedlichen Gutbeladungen nach Muschelknautz [39] aus Rief [40]. p: Kammerdruck; r: Radius;  $\alpha$ : Mahldüsenanstellwinkel;  $\mu$ : Gutbeladung

Bei Gutzufuhr ändert sich der Druckverlauf. Der gemessene Druck ist insgesamt niedriger als in unbeladenem Zustand, weil die Strömungsgeschwindigkeit in der Mahlkammer durch die Bremswirkung der Mahlgutpartikel sinkt. Aber auch wenn die Mahlkammer mit Mahlgut beladen ist, besteht im Bereich der Auslassöffnung Unterdruck. In der Zerkleinerungszone ist der Druck dann jedoch über den Radius hinweg nahezu konstant. Mit steigender Gutbeladung sinkt der Druck in der Mahlzone ab.

Das ist der Grund dafür, dass der an einer Stelle in der Mahlkammer gemessene Druck zur Inprozesskontrolle genutzt werden kann. Er macht eine Aussage über den Beladungszustand und damit letztlich darüber, inwieweit der Strömungszustand in der Mahlkammer stabil ist, und das Mahlgut fluidisiert werden kann [40].

## **2.4 Energetische Betrachtung des Zerkleinerungsprozesses in der Luftstrahlmühle**

Eine energetische Betrachtung des Zerkleinerungsprozesses in der Luftstrahlmühle wird vorgenommen, damit Aufwand und Ertrag eines Mahlvorgangs abgeschätzt werden können. Die Arbeiten von Rief [40] und Midoux [41] haben zum Ziel, mit Hilfe der Kenntnis der bei der Mahlung aufgewandten Energie Voraussagen für das Mahlergebnis zu treffen.

In der Luftstrahlmühle werden die Mahlgutpartikel durch Prall, d.h. nach der Beanspruchungsart 2, zerkleinert. Bei der Prallbeanspruchung liegen die Teilchengeschwindigkeiten über denen einer Druck- oder Schubbeanspruchung nach der Beanspruchungsart 1. Deshalb ist der Energieeintrag größer und das Mahlergebnis einer Luftstrahlmahlung feiner als das einer Kugelmahlung [2]. In diesem Zusammenhang wird vorausgesetzt, dass die Gutbeladung und der Kammerdruck, auf die im Folgenden noch näher eingegangen wird, in der richtigen Größenordnung gewählt werden [4].

### **2.4.1 Energieaufwand in der Luftstrahlmühle**

Im Kapitel 2.1 ist der Aufbau der Luftstrahlmühle bereits dargestellt. Über Mahldüsen wird das für den Energieeintrag zur Beschleunigung und letztendlich zur Zerkleinerung der Mahlgutpartikel notwendige Mahlgas in die Mahlkammer eingebracht.

Die Mahldüsen haben einen sehr geringen Durchmesser, und der angelegte Druck beträgt bei Luftstrahlmahlungen bis zu sieben bar. Unter diesen Bedingungen ist der Druck in der Druckluftleitung deutlich größer als der in der Mahlkammer, und der Quotient aus dem Druck in der Mahlkammer und dem Druck in der Druckluftleitung unterschreitet einen für das jeweilige Mahlgas bekannten kritischen Wert. Das bedeutet, das Mahlgas strömt überkritisch in die Mahlkammer ein, und der Mahlstrahl platzt auf (siehe Abbildung 2.7).

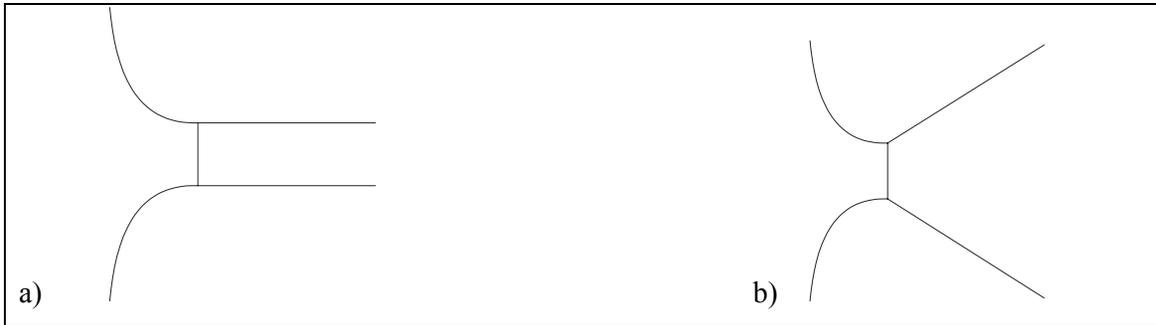


Abb. 2.7: Unterkritisches (a) und überkritisches (b) Ausströmen nach Bohl [6].

Bei Bohl [6] finden sich theoretische Ansätze, wie der Energieaufwand in einer Spiralstrahlmühle rechnerisch ermittelt werden kann.

Gas, das über enge Mahldüsen in die Mahlkammer einströmt, setzt beim Eintreten in die Mahlkammer Druck- und Wärmeenergie in kinetische Energie um. Die kinetische Energie, d.h. die eingesetzte Mahlenergie, lässt sich aus der Einströmgeschwindigkeit des Mahlgases in die Mahlkammer und dem Gasmassenstrom berechnen.

#### 2.4.1.1 Die Einströmgeschwindigkeit des Mahlgases

Geht man davon aus, dass der Einströmvorgang isentrop, d.h. ohne Wärmezu- und Wärmeabfuhr und ohne Reibung, verläuft, ergibt sich, dass die Einströmgeschwindigkeit des Mahlgases proportional ist zu der Enthalpiedifferenz zwischen dem Zustand in der Druckluftleitung und dem Zustand in der Mahlkammer.

$$v_{\text{ein}} = \sqrt{2 * \Delta H} \quad (2.5)$$

$v_{\text{ein}}$ : Einströmgeschwindigkeit des Gases [ $\text{m s}^{-1}$ ]

$\Delta H$ : Enthalpiedifferenz zwischen Druckluftleitung und Mahlkammer [ $\text{J kg}^{-1}$ ]

Die Enthalpiedifferenz zwischen Druckluftleitung und Mahlkammer ist eine Funktion der Drücke in der Druckluftleitung und in der Mahlkammer. So kann die Einströmgeschwindigkeit des Mahlgases über die Gleichung von Saint-Venant und Wantzel berechnet werden.

$$v_{ein} = \sqrt{2 * \frac{\chi}{\chi - 1} * \frac{p_{in}}{\rho_{in}} * \left[ 1 - \left( \frac{p_a}{p_{in}} \right)^{\frac{\chi-1}{\chi}} \right]} \quad (2.6)$$

- $v_{ein}$ : Einströmgeschwindigkeit des Gases in die Mahlkammer [ $\text{m s}^{-1}$ ]  
 $\chi$ : Isentropenkoeffizient  
 $\rho_{in}$ : Dichte des Gases innen, d.h. in der Druckluftleitung [ $\text{kg m}^{-3}$ ]  
 $p_{in}$ : Druck innen, d.h. in der Druckluftleitung [Pa]  
 $p_a$ : Druck außen, d.h. in der Mahlkammer [Pa]

#### 2.4.1.2 Der Gasmassenstrom

Der Gasmassenstrom, der an der Zerkleinerung des Mahlguts beteiligt ist, hängt ab von den Abmessungen der Mahldüsen, von der Dichte des Mahlgases und von der Strömungsgeschwindigkeit des Mahlgases in die Mahlkammer:

$$\dot{m} = A_d * \rho_a * v_{ein} \quad (2.7)$$

Unter Berücksichtigung der Gleichung von Saint-Venant und Wantzel und der Tatsache, dass Dichte und Druck von Gasen miteinander verknüpft sind, ergibt sich der Gasmassenstrom zu:

$$\dot{m} = A_d * \sqrt{2 * \rho_{in} * p_{in}} * \sqrt{\frac{\chi}{\chi - 1} * \left[ \left( \frac{p_a}{p_{in}} \right)^{\frac{2}{\chi}} - \left( \frac{p_a}{p_{in}} \right)^{\frac{\chi+1}{\chi}} \right]} \quad (2.8)$$

- $\dot{m}$ : Gasmassenstrom [ $\text{kg s}^{-1}$ ]  
 $A_d$ : Mahldüsenquerschnitt [ $\text{m}^2$ ]  
 $v_{ein}$ : Einströmgeschwindigkeit des Gases in die Mahlkammer [ $\text{m s}^{-1}$ ]  
 $\rho_{in}$ : Dichte des Mahlgases innen, d.h. in der Druckluftleitung [ $\text{kg m}^{-3}$ ]  
 $p_{in}$ : Druck innen, d.h. in der Druckluftleitung [Pa]  
 $\chi$ : Isentropenkoeffizient [-]  
 $p_a$ : Druck außen, d.h. in der Mahlkammer [Pa]  
 $\rho_a$ : Dichte des Mahlgases außen, d.h. in der Mahlkammer [ $\text{kg m}^{-3}$ ]

Der zweite Wurzelausdruck kann durch die Ausflussfunktion  $\Psi$  zusammengefasst werden.

$$\dot{m} = A_d * \Psi * \sqrt{2 * \rho_{in} * p_{in}} \quad (2.9)$$

Trägt man die Ausflussfunktion  $\Psi$  gegen das Druckverhältnis  $p_a/p_{in}$  auf, erhält man einen parabolischen Kurvenverlauf. Mit abnehmendem Druckverhältnis, d.h. wenn der Druck in der Druckluftleitung viel größer ist als der in der Mahlkammer, strebt die Ausflussfunktion einem Maximalwert  $\Psi_{max}$  zu. Dieser Wert wird erreicht, wenn das Verhältnis zwischen Mahldüsenvordruck und Druck in der Mahlkammer den Wert des kritischen Druckverhältnisses annimmt.

$$\left( \frac{p_a}{p_{in}} \right)_{krit} = \left( \frac{2}{\chi + 1} \right)^{\frac{\chi}{\chi - 1}} \quad (2.10)$$

Unterhalb des kritischen Druckverhältnisses ändert sich der Gasmassenstrom, wie in Abbildung 2.8 dargestellt, nicht mehr.

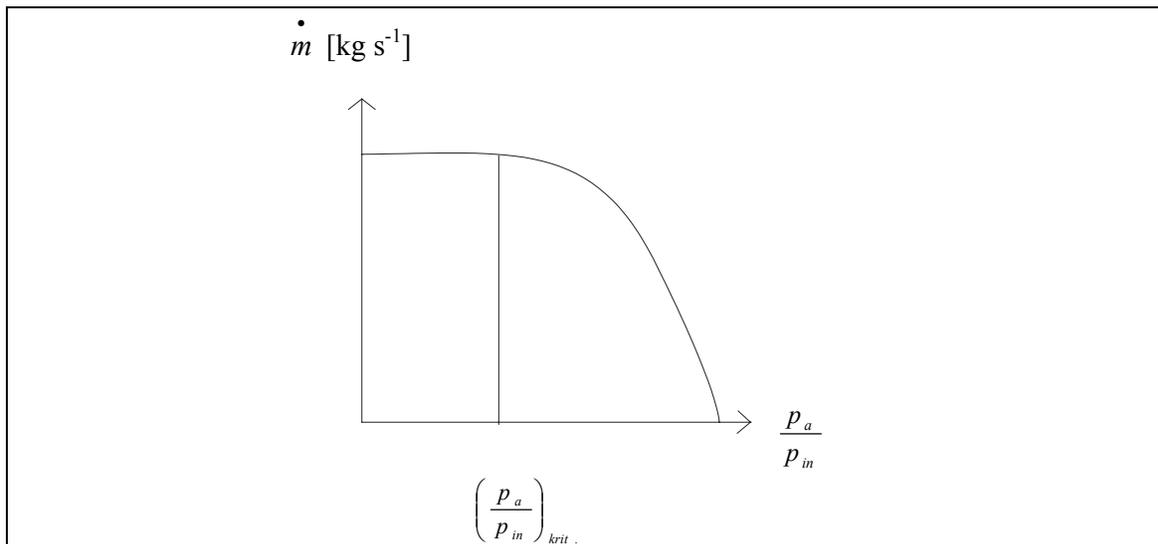


Abb. 2.8: Gasmassenstrom in Abhängigkeit vom Druckverhältnis nach Bohl [6].  $\dot{m}$ : Gasmassenstrom;  $\left( \frac{p_a}{p_{in}} \right)$ : Druckverhältnis

Luftstrahlmühlen werden stets unterhalb des kritischen Druckverhältnisses betrieben, so dass das Mahlgas überkritisch aus den Mahldüsen in die Mahlkammer einströmt. D.h. der Gasmassenstrom hängt nur noch vom gewählten Mahldruck und von der dabei vorliegenden Dichte des Mahlgases ab.

$$\dot{m} = A_d * \Psi_{\max} * \sqrt{2 * \rho_{in} * p_{in}} \quad (2.11)$$

- $\dot{m}$ : Gasmassenstrom [kg s<sup>-1</sup>]  
 $A_d$ : Mahldüsenquerschnitt [m<sup>2</sup>]  
 $\Psi_{\max}$ : Maximaler Wert der Ausflussfunktion [-]  
 $\rho_{in}$ : Dichte des Mahlgases innen, d.h. in der Druckluftleitung [kg m<sup>-3</sup>]  
 $p_{in}$ : Druck innen, d.h. in der Druckluftleitung [Pa]

### 2.4.1.3 Die Mahlenergie

Aus der Anströmgeschwindigkeit und dem Gasmassenstrom lässt sich die Energiemenge berechnen, die pro Zeiteinheit über die Mahldüsen eingebracht wird. Diese Energie führt zur Beschleunigung der Mahlgutpartikel, so dass diese mit hohen Geschwindigkeiten aufeinander prallen und sich gegenseitig zerkleinern.

$$\frac{dW}{dt} = \frac{1}{2} * \dot{m} * v_{ein}^2 = A_d * \Psi_{\max} * \sqrt{2 * \rho_{in} * p_{in}} * \frac{\chi}{\chi - 1} * \frac{p_{in}}{\rho_{in}} * \left[ 1 - \left( \frac{p_a}{p_{in}} \right)^{\frac{\chi-1}{\chi}} \right] \quad (2.12)$$

- $\frac{dW}{dt}$ : Energieeintrag pro Zeiteinheit [J s<sup>-1</sup>]  
 $\dot{m}$ : Gasmassenstrom [kg s<sup>-1</sup>]  
 $v_{ein}$ : Einströmgeschwindigkeit des Gases in die Mahlkammer [m s<sup>-1</sup>]  
 $\Psi_{\max}$ : Maximaler Wert der Ausflussfunktion [-]  
 $A_d$ : Mahldüsenquerschnitt [m<sup>2</sup>]  
 $\rho_{in}$ : Dichte des Mahlgases innen, d.h. in der Druckluftleitung [kg m<sup>-3</sup>]  
 $p_{in}$ : Druck innen, d.h. in der Druckluftleitung [Pa]  
 $\chi$ : Isentropenkoeffizient [-]  
 $p_a$ : Druck außen, d.h. in der Mahlkammer [Pa]

### 2.4.2 Energieverbrauch bei der Zerkleinerung

Bei der Zerkleinerung von Grobgütern zu Partikeln feinerer Korngrößen wird neue Oberfläche geschaffen. Dieser Oberflächenzuwachs ist verbunden mit einer Zunahme der Oberflächenenergie. Es liegt die Vermutung nahe, dass der zur Zerkleinerung nötige Energieaufwand mit dem Zuwachs an Oberflächenenergie korreliert [7].

Bei der Beanspruchung von Partikeln bauen sich Spannungen an der Partikeloberfläche und im Partikel selbst auf. Zur Auslösung eines Bruchs ist eine Spannungsüberhöhung notwendig, vergleichbar mit der Aktivierungsenergie bei chemischen Reaktionen. Deshalb ist der Energiebedarf zur Zerkleinerung von Mahlgütern größer als die eigentlich geschaffene zusätzliche Oberflächenenergie. Überschüssige Energie wird letztlich in Form von Wärme und kinetischer Energie der Bruchstücke freigesetzt [8]. Das Vermahlen von Stoffen ist eine sehr ineffektive Grundoperation mit einem Wirkungsgrad von 0,05 bis 2 % [9]. Im folgenden Abschnitt wird aufgezeigt, welche Prozesse in einer Partikel bei Beanspruchung ablaufen.

#### **2.4.2.1 Spannungsfelder in Materialien mit elastischem bzw. inelastischem Bruchverhalten**

Wird eine Partikel durch Kontaktkräfte beansprucht, kommt es zu elastischen und inelastischen Verformungen. Es resultiert ein Spannungsfeld, das von Zahl und Richtung der einwirkenden Kräfte, der Belastungsgeschwindigkeit und von dem Verformungsverhalten und der Form der beanspruchten Partikel abhängt. Die größten Spannungen bauen sich dabei im Bereich der Kontaktkräfte auf; die maximale Zugspannung wird am Rand der Kontaktfläche gemessen.

Bei der Prallbeanspruchung tritt nur eine Kontaktkraft auf; die Gegenkraft ist über einen größeren Oberflächenbereich auf der gegenüberliegenden Partikelseite verteilt. Unterhalb der Kontaktfläche entstehen große Schubspannungen, die bei elastischen Materialien zur Bildung eines Feingutkegels führen. Bei inelastischen Materialien wird unterhalb der Kontaktfläche ein Kegel in die Partikel hineingedrückt, wodurch tangentielle Zugspannungen auftreten. Die beanspruchte Partikel wird zerstört und der kegelförmige Bereich bleibt erhalten [10]. Letzteres Bruchverhalten spielt bei der Prallbeanspruchung eine wichtige Rolle, weil hohe Beanspruchungsgeschwindigkeiten, wie bei der Luftstrahlmahlung üblich, generell zu einer Versprödung des Mahlguts führen und inelastisches Materialverhalten induzieren [11, 12]. In der folgenden Abbildung 2.9 sind elastisches und inelastisches Bruchverhalten gegenübergestellt.

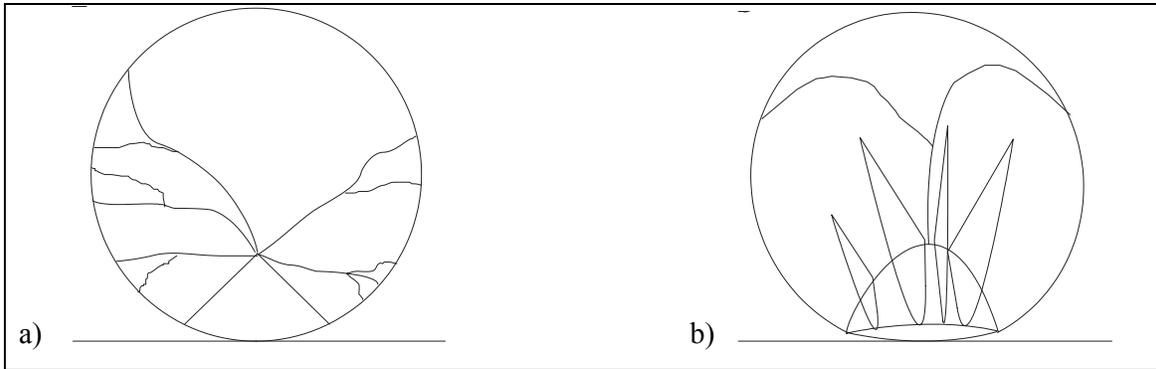


Abb. 2.9: Elastisches (a) und inelastisches (b) Bruchverhalten. A: Feingutkegel; B: unzerkleinertes Restkegel; C: abgeplatteter, unzerkleinertes Restkegel; D: Meridianbrüche

Im Falle einer Prallbeanspruchung mit großer Geschwindigkeit haben zusätzlich Druckwellen, die die Partikel durchlaufen, entscheidenden Einfluss auf das Bruchgeschehen. Die Druckwellen werden an der Partikeloberfläche reflektiert und es entstehen Zugwellen, die sich in die Partikel fortpflanzen. Kommt es zu einer konstruktiven Wellenüberlagerung, treten kurzfristig sehr große Zugspannungen gegenüber der Kontaktfläche auf, die zur Bruchauslösung führen können [10, 13].

#### 2.4.2.2 Die Brucharbeit

Die Energie, die zum Durchtrennen eines Körpers aufgebracht werden muss, entspricht der Fläche unter der Spannungs-Dehnungskurve, die bei Belastung eines Körpers aufgezeichnet wird. Der Energiebetrag, der sich dabei ergibt, berücksichtigt nicht nur die Energie, die zur Schaffung der neuen Oberfläche aufgewandt werden muss, sondern auch die Energie, die in Form von Wärme oder kinetischer Energie der Bruchstücke verloren geht.

$$W_{BV} = \int_0^{\varepsilon_B} \sigma(\varepsilon) d\varepsilon = \frac{1}{e} \int_0^{\sigma_B} \sigma(\varepsilon) d\sigma = \frac{\sigma^2}{2 * e} \quad (2.13)$$

- $W_{BV}$ : volumenbezogene Brucharbeit [ $\text{J m}^{-3}$ ]
- $e$ : Elastizitätsmodul [ $\text{J m}^{-3}$ ]
- $\sigma$ : Normalspannung [ $\text{J m}^{-3}$ ]
- $\sigma_B$ : Bruchspannung [ $\text{J m}^{-3}$ ]
- $\varepsilon$ : Dehnung [-]
- $\varepsilon_B$ : Dehnung am Bruchpunkt [-]

Der Zerkleinerungsvorgang läuft in zwei Schritten ab. Zuerst kommt es zur Bruchauslösung und im zweiten Schritt zur Bruchausbreitung. Ein Bruch wird an einem Mikroanriss oder an

einer Fehlstelle ausgelöst, an denen zum einen geringere Bindungskräfte wirken und zum anderen lokale Spannungsüberhöhungen auftreten können [7]. Nach der Kerbspannungstheorie ergibt sich für die Spannungsüberhöhung an der Rissspitze folgender Zusammenhang:

$$\frac{\sigma_{\max}}{\sigma} = 1 + 2 * \sqrt{\frac{l_R}{2 * r_K}} \quad (2.14)$$

$\sigma_{\max}$ : Maximalspannung an der Rissspitze [ $\text{J m}^{-2}$ ]  
 $\sigma$ : Normalspannung, mit der die Partikel belastet wird [ $\text{J m}^{-2}$ ]  
 $l_R$ : Länge des Anrisses [m]  
 $r_K$ : Kerbradius [m]

Die Vermahlbarkeit eines Pulvers verbessert sich erheblich, wenn es mit Druckwellen vorbehandelt ist. Druckwellen führen zu minimalen Anrissen, an denen Brüche leicht ausgelöst werden können [13].

#### 2.4.2.3 Die differentielle und die integrale Bruchenergiebedingung

Übersteigt die aufgebaute Zugspannung die molekulare Zerreißfestigkeit innerhalb der Partikel, kann sich ein Bruch ausbreiten. Voraussetzung ist jedoch, dass gleichzeitig die differentielle und die integrale Bruchenergiebedingung erfüllt sind [8]. Die differentielle Bruchenergiebedingung besagt, dass sich ein Anriss nur ausbreiten kann, wenn die zur Bruchflächenvergrößerung notwendige Energie aus der in der unmittelbaren Umgebung gespeicherten elastischen Energie freigesetzt werden kann.

$$G = \frac{-dW_{el}}{dA_B} \geq RW \quad (2.15)$$

$G$ : Energiefreisetzungsrate [ $\text{J m}^{-2}$ ]  
 $W_{el}$ : aus dem Spannungsfeld freigesetzte elastische Energie [J]  
 $A_B$ : Bruchfläche bzw. Partikelquerschnitt [ $\text{m}^2$ ]  
 $RW$ : Risswiderstand [ $\text{J m}^{-2}$ ]

Die integrale Bruchenergiebedingung ist erfüllt, wenn der in der beanspruchten Partikel elastisch gespeicherte Energievorrat ausreicht, um einen Bruch vollständig durch das Korn durchlaufen zu lassen. Daraus lässt sich ableiten, dass Partikel nur bis zu einer

Grenzkorngröße zerkleinert werden können. Zu zerkleinernde Partikel müssen eine Mindestgröße aufweisen, damit in ihnen die für einen Bruch nötige Energie gespeichert werden kann [14, 15, 16, 17].

$$L \geq \frac{RW}{W_{BV}} = \frac{2 * e * RW}{\sigma_B^2} \quad (2.16)$$

L: Partikellänge [m]  
 RW: Risswiderstand [ $\text{J m}^{-2}$ ]  
 $W_{BV}$ : volumenbezogene Brucharbeit [ $\text{J m}^{-3}$ ]  
 e: Elastizitätsmodul [ $\text{J m}^{-3}$ ]  
 $\sigma_B$ : Bruchspannung [ $\text{J m}^{-3}$ ]

#### 2.4.2.4 Schwierigkeiten bei der Quantifizierung des Energieverbrauchs bei der Zerkleinerung

Der Energiebedarf zur Zerkleinerung zu einer bestimmten Produktfeinheit ist viel schwerer korrekt zu quantifizieren als der Energieeinsatz über die Mahldüsen. Die Brucharbeit kann nur bei Kenntnis der zur Zerkleinerung nötigen Bruchspannung ermittelt werden. Letztere hängt allerdings von vielen Faktoren, wie z.B. dem Elastizitätsmodul, der Härte und dem Ausmaß von Anrissen im Material ab. Diese Tatsache erlaubt nur nach Durchführung von Vorversuchen an den zu zerkleinernden Partikeln die Abschätzung der erfolgreich umgesetzten Zerkleinerungsenergie. Die zu zerkleinernden Partikeln ändern sich jedoch permanent, da sie immer weiter zerkleinert werden. So ist auch nach Vorversuchen eine befriedigende Abschätzung der tatsächlich nötigen Mahlarbeit nicht möglich. Da die Zerkleinerungsarbeit für einen Mahlvorgang nicht exakt bestimmt werden kann, gibt es keine genauen Angaben über den Wirkungsgrad von Luftstrahlmühlen. In der Folge kann auch nicht ein bestimmtes Mahlergebnis bei Kenntnis des Energieeintrages angegeben werden. Deshalb wurde vielfach versucht, den Zerkleinerungsprozess nicht mit Hilfe energetischer Berechnungen sondern mit Hilfe statistischer Methoden zu untersuchen.

### 2.4.3 Statistische Betrachtung des Zerkleinerungsprozesses

Statistischen Methoden liegt die Wahrscheinlichkeitsrechnung zu Grunde. Der zu analysierende Prozess wird in zahlreichen Experimenten untersucht. Daraus kann die Wahrscheinlichkeit für das Eintreten eines bestimmten Mahlerfolges unter der Voraussetzung eines bestimmten Energieeintrages abgeschätzt werden. Der Mahlvorgang läuft in mehreren Schritten ab. Es wird von einem Markov-Ketten-Modell ausgegangen, d.h. jeder Zerkleinerungsschritt wird als unabhängiges Ereignis angesehen, das nicht von vorangegangenen Zerkleinerungsschritten oder von anderen möglichen Zerkleinerungsereignissen beeinflusst wird [19, 71]. Die Wahrscheinlichkeit, dass es an einer Stelle in der Partikel zum Bruch kommt, kann mit der Weibull-Statistik beschrieben werden. Die Weibull-Statistik basiert auf der exponentiellen Abnahme der Bruchereignisse während der Mahlung. Exponentielle Abhängigkeiten finden sich in vielen Bereichen der Naturwissenschaften; die Weibull-Statistik kann sehr weit angewandt werden [7, 28, 30].

Grundsätzlich ist es sinnvoll, den Zerkleinerungsprozess als Summe von elementaren Bruchereignissen zu betrachten. Es ist jedoch schwierig, die einzelnen Bruchereignisse als unabhängige Ereignisse zu betrachten. Denn mit der Beanspruchungsdauer ändern sich die mechanischen Eigenschaften der Mahlgutpartikel und damit auch die Wahrscheinlichkeit für das Eintreten von Zerkleinerungsschritten. In der Praxis können die im Folgenden aufgeführten Modellansätze nicht unbedingt auf einen kontinuierlichen Mahlvorgang in einer Sprialstrahlmühle übertragen werden.

#### 2.4.3.1 Beschreibung von Zerkleinerungsprozessen über Zerkleinerungsfunktionen

Bei der statistischen Betrachtung wird grundsätzlich zwischen zwei Zerkleinerungsfunktionen unterschieden, der selection function und der breakage function. Die selection function beschreibt die Wahrscheinlichkeit, dass an einer Partikel mit der Anfangskorngröße  $x_0$  ein Bruch stattfindet. Mit der breakage function wird ausgedrückt, wie die Korngrößenverteilung nach dem Bruchereignis aussieht. Beide Zerkleinerungsfunktionen überlagern sich und geben letztlich darüber Auskunft, wie sich die Korngrößenverteilung des Mahlguts während der Mahlung ändert [19, 20].

$$\frac{dm(x)}{dt} = \sum_{i=1}^n \frac{dm(x_i)}{dt} = \sum_{i=1}^n \frac{-k(x_i) * m_0(x_i) + \sum_{j=i+1}^n k(x_j) * m_0(x_j) * B(x_i; x_j)}{dt} \quad (2.17)$$

$m(x_i)$ : Massenanteil der Korngröße  $x_i$  im Mahlprodukt

$m_0(x_i)$ : Massenanteil der Korngröße  $x_i$  im Aufgabegut

$B(x_i; x_j)$ : Bruchfunktion; Massenanteil der Korngröße  $x_i$  im Mahlprodukt entstanden durch Primärbruch aus Partikeln der Ursprungskorngröße  $x_j$

$k(x_i)$ : Bruchrate von Partikeln der Größe  $x_i$

Die Terme  $k(x_i) * m_0(x_i)$  und  $k(x_j) * m_0(x_j)$  beschreiben die selection function von Partikeln der Korngröße  $x_i$  bzw.  $x_j$ ; der Ausdruck  $B(x_i; x_j)$  beschreibt die breakage function, d.h. das aus Partikeln der Anfangskorngröße  $x_j$  durch Primärbruch geschaffene Mahlprodukt [20]. Um erfassen zu können, wie sich eine Korngrößenfraktion mit der Mahldauer ändert, muß es möglich sein, Zwischenprodukte von Mahlungen mittels Siebturm zu fraktionieren. Nur so ist die Beanspruchung einzelner Fraktionen über mehrere Zeitintervalle möglich. Da jedoch beim stabilen Betrieb einer Spiralstrahlmühle sehr viel Energie eingesetzt werden muß, werden auch nach kurzer Mahldauer bereits sehr feine Mahlzwise nprodukte erhalten. Diese mit Hilfe eines Siebturmes zu fraktionieren ist mit großen Schwierigkeiten verbunden. Aufgrund des hohen Energieeinsatzes ist es außerdem problematisch, das Zeitintervall klein genug zu wählen, dass von wenigen Bruchereignissen pro Partikel ausgegangen werden kann. Der beschriebene Ansatz ist, wie bei Berthiaux geschehen, eher auf eine Rührwerksmühle anwendbar, die zur Ermittlung der breakage und der selection function leicht diskontinuierlich betrieben werden kann. Diese Betrachtungsweise setzt genau definierte Mahlbedingungen voraus. Es gehen nur die Mahldauer und die Mahlguteigenschaften ein. Um zu bestimmen, wie sich die Korngrößenverteilung des Aufgabeguts ändert, werden mit einzelnen Korngrößenfraktionen Mahlversuche kurzer Mahldauer durchgeführt. Durch Fraktionierung der einzelnen Mahlprodukte lassen sich Änderungen der Korngrößenfraktionen nach Beanspruchung erfassen.

#### 2.4.3.1.1 Ansatz von Nair

Nair versucht in seinen Arbeiten die breakage function und die selection function für die Spiralstrahlmühle zu berechnen. Beide Funktionen ändern sich, wenn die Mahlbedingungen variiert werden. Nair untersucht den Einfluss des Mahldrucks, der Mahldüsenabmessungen und der Gutaufgabe pro Zeiteinheit auf die breakage und die selection function [21, 22]. Zum

Einsatz kommt dabei eine Spiralstrahlmühle mit getrennten Zerkleinerungs- und Sichtungskammern. Mit dieser Mühle ist es möglich, Partikel nach einem einzigen Umlauf durch die Mahlkammer abzutrennen. Nair bezeichnet eine Mahlkammerpassage als ein Bruchereignis einer Markov-Kette. Durch Korngrößenanalyse der Mahlprodukte nach einzelnen Mahlkammerpassagen kann die Änderung der Partikelgrößenverteilung des Aufgabeguts mit der Zeit bestimmt werden. Ob in der Praxis einzelne Mahlkammerpassagen tatsächlich umsetzbar sind und ob nach einer Passage wirklich nur geringfügige Beanspruchung stattgefunden hat, so dass von wenigen Bruchereignissen pro Partikel nach dem Markov-Ketten-Modell gesprochen werden kann, ist jedoch fraglich.

Nair definiert breakage distribution parameters, um die breakage function zu beschreiben, und breakage rate parameters, um die selection function zu beschreiben. Die Parameter lassen sich aus der Korngrößenverteilung des Aufgabeguts berechnen und sind abhängig von den gewählten Mahlbedingungen, definiert über Mahldüsengröße, Mahldruck und Förderrate. Mit steigendem Energieeintrag, d.h. mit steigendem Mahldruck, größer werdenden Mahldüsen und zunehmender Gutaufgabe pro Zeiteinheit, werden der breakage distribution und der breakage rate parameter zunehmend größer. Diese bedingen Mahlprodukte, deren Partikelgrößenverteilungen hin zu feinen Korngrößen verschoben sind.

$$\frac{dR_i(T)}{dT} = -K_i R_i(T) + \sum_{j=1}^{i-1} (K_{j+1} B_{i,j+1} - K_j B_{i,j}) R_j(T) \quad (2.18)$$

$$\text{mit: } K_i = \text{const} * \left( \frac{x_i}{x_j} \right)^\alpha \quad (2.19) \quad \text{und} \quad B_{i,j} = \phi \left( \frac{x_{i-1}}{x_j} \right)^\gamma + (1-\phi) * \left( \frac{x_{i-1}}{x_j} \right)^\kappa \quad (2.20)$$

R:	Rückstandssumme
T:	Zeit [s]
K:	breakage rate parameter
$\alpha$ :	Koeffizient des breakage rate parameter
x:	Korngröße [m]
$B_{i,j}$ :	breakage distribution parameter
$\Phi, \gamma, \kappa$ :	Koeffizienten des breakage distribution parameter
const:	Konstante

Breakage rate und breakage distribution parameters ändern sich mit der Korngröße des Aufgabeguts und mit den Koeffizienten der jeweiligen Parameter. Auf diese Weise ist gewährleistet, dass die Änderung der Rückstandssumme variiert mit den Mahlbedingungen in der Spiralstrahlmühle.

#### 2.4.3.1.2 Ansatz von Dodds

Dodds wählt den Ansatz, die breakage und die selection function durch sogenannte Kapur-Terme anzupassen. Mit Hilfe dieser Terme setzt er den Anteil, der auch nach der Mahlung noch größer als eine bestimmte Korngröße ist, ins Verhältnis zu dem Anteil, der vor der Beanspruchung größer als diese Korngröße war. Er stellt fest, dass sich das Bruchverhalten mit der Mahlgutkonzentration in der Mahlkammer und mit dem gewählten Mahldruck verändert. Letzteres hat Einfluss auf den Bruchmechanismus, d.h. ob Abrieb, Partikelanriss oder Partikelspaltung auftritt [23].

$$\frac{R(x;T)}{R(x;0)} = \exp\left(\sum_{k=1}^p K^{(k)}(x) \frac{T^k}{k!}\right) \quad (2.21)$$

$R(x;T)$ : Korngrößenanteil größer als  $x$  zum Zeitpunkt  $T$

$K^{(k)}(x) \frac{t^k}{k!}$ : Kapur-Term

Dodds betreibt die Spiralstrahlmühle diskontinuierlich. Nach Befüllung der Mahlkammer werden die Gaszufuhr und damit die Mahlung gestartet. Die Korngrößenverteilung des Gutes in der Mahlkammer wird nach unterschiedlichen Beanspruchungszeiten bestimmt. Bei Betrieb einer Spiralstrahlmühle unter stabilen Betriebsbedingungen wird permanent Mahlgut in die Mahlkammer gefördert und aus der Mahlkammer ausgetragen. So ist eine konstante Feststoffkonzentration in der Mühle gegeben. Bei kontinuierlichem und bei diskontinuierlichem Betrieb der Spiralstrahlmühle sind die Mahlbedingungen in der Mahlkammer unterschiedlich. Insofern kann der Ansatz von Dodds nicht direkt bei der Abschätzung von Zerkleinerungsereignissen im kontinuierlichen Mühlenbetrieb angewandt werden.

### 2.4.3.1.3 Ansatz von Gommeren

Gommeren [24] zielt darauf ab, die selection function in Abhängigkeit von der Mahlgutkonzentration zu simulieren. Da die Mahlgutkonzentration in der Mahlkammer bestimmt wird von dem angelegten Mahldruck und der gewählten Förderrate, wird auf diese Weise deren Einfluss auf die selection function berücksichtigt. Die Masse an Mahlgut, die in der Mahlkammer verweilt, wird von Gommeren rechnerisch aus den operativen Parametern und der on-line ermittelten Partikelgrößenverteilung des bei dem jeweiligen Mahlvorgang ausgetragenen Mahlprodukts ermittelt. Diese theoretisch bestimmte Größe in die Berechnung von Zerkleinerungsfunktionen einzubeziehen kann jedoch mit größeren Fehlern verbunden sein, da sie selber bereits fehlerbehaftet ist.

### 2.4.3.1.4 Ansatz von Peukert

Am weitesten führen die Untersuchungen von Peukert [28, 29]. Ausgangspunkt ist wieder die Annahme einer selection und einer breakage function. Beide Funktionen werden von ihm in Abhängigkeit von Materialkonstanten, von der im Partikel gespeicherten Energie und von der Anzahl an Belastungsstößen dargestellt. Die eingeführten Materialkonstanten berücksichtigen, wie viel Energie überhaupt pro Volumeneinheit in dem untersuchten Material gespeichert werden kann und wie sich der Stoff unter Belastung verhält. Um die entsprechenden Stoffkonstanten zu ermitteln, werden Einzelpartikelbeanspruchungen durchgeführt.

$$S, B = Fkt \{ f_{mat} * (W_{V,j} * x_j, W_{V,i} * l_i), k \} \quad (2.22)$$

- S: selection function
- B: breakage function
- $f_{mat}$ : Materialkonstante
- $x_j$ : Korngröße [m]
- $W_{V,j}$ : volumenbezogene in der Partikel gespeicherte Energie [ $J m^{-3}$ ]
- $W_{V,i}$ : volumenbezogene in der Partikel zu speichernde Energie zur Rissausbreitung [ $J m^{-3}$ ]
- $l_i$ : Anrisslänge [m]
- k: Anzahl der ausgeführten Prallbeanspruchungen

Die Wahrscheinlichkeit, dass es an einer Partikel zu einem Bruch kommt, d.h. die selection function, ist exponentiell abhängig von der massenbezogenen, in der Partikel gespeicherten

Energie, abzüglich einer gewissen Mindestenergie, von der Korngröße und von einer Materialkonstante, die das Verhalten des Stoffes bei Beanspruchung einbezieht.

$$S = 1 - \exp\{-f_{mat} * x_j * k * (W_{m,kin} - W_{m,min})\} \quad (2.23)$$

S:	selection function
$f_{mat}$ :	Materialkonstante
$x_j$ :	Korngröße [m]
k:	Anzahl der Prallbeanspruchungen
$W_{m,kin} - W_{m,min}$ :	massenbezogene in der Partikel gespeicherte Nettoenergie [ $J \text{ kg}^{-1}$ ]

Peukert ist es möglich, die durch Prallbeanspruchung einzelner Partikel gewonnenen Funktionen anhand von Mahlversuchen in einer Hammermühle zu bestätigen. Dadurch ist der Übergang von der Einzelpartikelbetrachtung zum Partikelkollektiv umgesetzt. Die Untersuchungen werden an verschiedenen Polymethylmethacrylaten und an verschiedenen Polystyrolen durchgeführt. Die Übertragung seiner Ergebnisse auf die Spiralstrahlmühle ist jedoch problematisch, da er zum einen bei seinen Untersuchungen stets von einzelnen Prallbeanspruchungen der Partikel ausgeht. In einer Spiralstrahlmühle sind jedoch die Zeitintervalle zwischen den einzelnen Prallbeanspruchungen minimal, so dass sie nur schwer als einzelne Zusammenstöße aufgelöst werden können. Zum anderen setzt er Werkzeugflächen ein, an denen die Partikel auf andere Weise belastet werden als beim gegenseitigen Stoß miteinander.

#### **2.4.3.2 Beschreibung von Zerkleinerungsprozessen direkt über die Korngrößenverteilungen der Mahlprodukte**

Ein Teil der statistischen Arbeiten befasst sich nicht damit, Zerkleinerungsfunktionen für verschiedene Mahlbedingungen in der Luftstrahlmühle zu berechnen, sondern den Einfluss abzuschätzen, den gewählte Mahlbedingungen direkt auf den mittleren Korndurchmesser und auf die Breite der Mahlproduktverteilung haben. Dieser Weg eignet sich am besten, um einen direkten Zusammenhang zwischen Mühleneinstellungen und Eigenschaften des Mahlprodukts herzustellen. Da der Mahlvorgang dabei aber als ein Gesamtprozess betrachtet wird und nicht zwischen dem sicher unterschiedlichen Bruchverhalten verschiedener Teilchengrößenfraktionen des Aufgabeguts differenziert wird, können keine Aussagen gemacht werden über die Physik des Zerkleinerungsvorgangs im Einzelpartikel bei

unterschiedlichen Mahlbedingungen. Dies ist nur mit Hilfe von Untersuchungen wie z.B. bei Peukert möglich.

#### 2.4.3.2.1 Ansatz von Benz

Benz [25] korreliert dazu die Spinzahl, das heißt das Verhältnis zwischen Umfangs- und Zentrifugalgeschwindigkeit, mit der Korngrößenverteilung des Mahlprodukts. Die Korngrößenverteilungen werden bei ihm charakterisiert entweder mit Hilfe des RRSB-Netzes nach Rosin, Rammler, Sperling und Bennett über den Lageparameter und den Gleichmäßigkeitskoeffizienten oder mit Hilfe des Medianwertes und der Differenz zwischen der Korngröße mit 90 % und der mit 10 % Durchgang bezogen auf den Medianwert. Die Spinzahl wird durch den Mahldruck und die Drehgeschwindigkeit des Deflektorrades in der Mitte der Mahlkammer beeinflusst. Hohe Spinzahlen führen zu feinen, eng verteilten Mahlprodukten, niedrige Spinzahlen zu groben Mahlprodukten mit breiter Korngrößenverteilung. Diese Modellrechnung enthält allerdings einen Fehler von 15 %, wenn ein Vergleich zwischen geschätztem und tatsächlichem Mahlergebnis angestellt wird.

$$d_{50} = K_1 * \left( \frac{u}{v_z} \right)^{K_2} \quad (2.24)$$

$d_{50}$ : Median [m]

$u$ : Umfangsgeschwindigkeit [ $\text{m s}^{-1}$ ]

$v_z$ : Zentrifugalgeschwindigkeit [ $\text{m s}^{-1}$ ]

$K_1, K_2$ : Parameter zur mathematischen Abschätzung

#### 2.4.3.2.2 Ansätze von Tuunila, Nyström und Midoux

Auch die Arbeiten von Tuunila bzw. Nyström [26] und die von Midoux [27] beschäftigen sich mit dem direkten Einfluss von Mahlbedingungen auf die Produktfeinheit. Bei ersteren werden in Mahlversuchen zusätzlich zu Mahldruck und Förderrate auch der Mahldüsenanstellwinkel, der Injektordruck und der Abstand zwischen Tauchrohr und Mahlkammerdeckel variiert. Der Mahlspalt zwischen Deckel und Tauchrohr erweist sich als weiterer entscheidender Faktor für das Mahlergebnis. In dem von Tuunila und Nyström untersuchten Arbeitsbereich steht ein größer werdender Mahlspalt mit gröberen Mahlprodukten in Zusammenhang. Midoux bezieht in seinen Untersuchungen neben dem

Mahlruck und der Förderrate auch Abmessungen der Mahlkammer und die Art des verwendeten Mahlgases mit ein, weil diese Größen die eingebrachte Mahlenergie beeinflussen. Da drei verschiedene Mahlgüter vermahlen werden, werden auch Unterschiede in der Vermahlbarkeit der einzelnen Stoffe miterfasst. Beide Arbeiten streben jedoch keine direkte Modellberechnung an. Dies wäre jedoch möglich, wenn durch Ausführung weiterer Mahlversuche ein breiterer Datensatz aufgestellt würde. Die Partikelgrößen der Mahlprodukte könnten dann statistisch mit den operativen Parameteren der Spiralstrahlmühle verknüpft werden. Insofern stellen die Ergebnisse von Tuunila, Nyström und Midoux eine Ausgangsbasis dar für weiterführende Untersuchungen.

### 3. Arbeitshypothese

Die Luftstrahlmühle ist ein Zerkleinerungsgerät der Beanspruchungsart 2. Der Zerkleinerungseffekt basiert auf interpartikulärem Zusammenstoß. Die Besonderheit der Spiralstrahlmühle im Vergleich mit anderen Mühlentypen besteht darin, dass Sichtungsprozesse in der Mühle integriert sind. In der Luftstrahlmühle wird einerseits zerkleinert und andererseits separiert. Grobgut, das noch gröber als die Trennkorngröße ist, verbleibt in der Mahlzone der Mühle. Die Trennkorngröße selbst wird bestimmt durch die Mahlbedingungen und die Geräteabmessungen. Damit sowohl die Zerkleinerung als auch die Sichtung erfolgreich abläuft, muss das Mahlgut in der Mahlkammer fluidisiert sein. Unter diesen Bedingungen ist die Strömung in der Luftstrahlmühle stabil. Vollständige Fluidisierung des Mahlguts ist jedoch nur möglich, wenn die Gutbeladung der Mahlkammer nicht zu groß ist. Eine zu geringe Beladung der Mahlkammer wirkt sich zwar nicht negativ auf den Fluidisierungszustand aus, aber sie ist ineffektiv. Die eingebrachte Energie kann nicht vollständig genutzt werden, weil die Feststoffkonzentration in der Mahlkammer zu niedrig ist, als dass die beschleunigten Partikel auf genügend Stoßpartner treffen könnten. Durch Messung des Mahlkammerdruckes kann der Strömungszustand in der Luftstrahlmühle erfasst werden. Dieser macht eine Aussage über den Fluidisierungsgrad des Mahlgutes und über die Feststoffkonzentration in der Mahlkammer. Bei Kenntnis des Mahlkammerdruckes für unterschiedliche Einstellungen der Förderrate, des Mahldrucks und der Tauchrohrposition sollte es möglich sein, den optimalen Arbeitsbereich für die Vermahlung eines Stoffes abzugrenzen. Außerdem sollte, unter Berücksichtigung der gewählten Mahlbedingungen, der gemessene Druck eine erste Abschätzung der Vermahlbarkeit des untersuchten Stoffes erlauben. Diese Abschätzung müsste quantifizierbar sein, indem für definierte Mühleneinstellungen im vorher festgelegten Arbeitsbereich Partikelgrößenverteilungen der Mahlprodukte bestimmt werden. Liegt eine statistisch ausreichende Anzahl von Messdaten vor, sollte es möglich sein, für ein bestimmtes Mahlgut ein mathematisches Modell aufzustellen, das die Vorhersage von Mühleneinstellungen für ein vorher festgelegtes Mahlergebnis erlaubt. Unter Einbeziehung der Unterschiede in den Materialeigenschaften der untersuchten Mahlgüter müssten die einzelnen stoffspezifischen Modelle zu einem Gesamtmodell verknüpft werden können.

## 4. Material und Methoden

### 4.1 Material

Folgende Substanzen wurden in dieser Arbeit bezüglich ihrer Vermahlbarkeit in der Luftstrahlmühle experimentell untersucht:

- Ascorbinsäure (F. Hoffmann - La Roche AG, Basel, Schweiz)
- Lactose (Primalac 40, Meggle GmbH, Wasserburg, Deutschland)
- Natriumascorbat (F. Hoffmann - La Roche AG, Basel, Schweiz)
- Natriumchlorid (Akzo Nobel Salz GmbH, Stade, Deutschland)

Für Messergebnisse aus Mahlversuchen mit Calciumcarbonat (Criscarb V130, Kalk-, Terrazzo- und Steinmahlwerke; Eduard Merkle GmbH & Co., Blaubeuren) konnte auf die Dissertation von F. Rief [40] zurückgegriffen werden.

Die ausgewählten Mahlgüter unterscheiden sich hinsichtlich ihrer Materialeigenschaften zum Teil erheblich. Die Auswahl wurde bewusst getroffen, um Unterschiede im Bruchverhalten leichter detektieren zu können. Während Natriumchlorid ein sehr weiches Mineral ist, zeichnet sich Calciumcarbonat durch besonders große Härte aus. Ascorbinsäure, Natriumascorbat und Lactose liegen mit ihrer Härte zwischen diesen beiden Extremen. Anhand ihres elastisch-plastischen Verhaltens charakterisiert, fallen die Stoffe Lactose und Calciumcarbonat aus dem Rahmen. Lactose ist ein sehr elastisches, Calciumcarbonat ein sehr sprödes Material. Die übrigen Substanzen verhalten sich plastischer als Lactose, aber zugleich auch weniger spröde als Calciumcarbonat [43]. Hinsichtlich der Stoffdichte weisen die Materialien ebenfalls Unterschiede auf. Die anorganischen Mineralien Calciumcarbonat und Natriumchlorid haben ein größeres spezifisches Gewicht als die organischen Substanzen. Alle fünf Mahlgüter sind bezüglich ihrer Korngrößenverteilungen vergleichbarer Größenordnung. Die vorhandenen Unterschiede in den Korngrößen der Aufgabegüter wirken sich laut Ramanujam [42] unter stabilen Arbeitsbedingungen nicht auf das Mahlergebnis aus. Das Zerkleinerungsverhalten einer Substanz ändert sich nur, wenn sehr feine Korngrößen als Aufgabegut verwendet werden. In der folgenden Tabelle 4.1 sind die Materialeigenschaften der vermahlenden Substanzen zusammengefasst.

Substanz	d <sub>10</sub> [μm]	d <sub>50</sub> [μm]	d <sub>90</sub> [μm]	E-Modul [G Pa]	Härte [G Pa]	Dichte [g cm <sup>-3</sup> ]
Ascorbinsäure	149 +/- 2	359 +/- 6	660 +/- 8	40	1,4	1,65
Calciumcarbonat (nach Rief [40])	16 +/- 2	242 +/- 10	574 +/- 8	85	3,0	2,70
Lactose	140 +/- 21	410 +/- 30	650 +/- 35	21	1,3	1,54
Natriumascorbat	94 +/- 9	280 +/- 5	562 +/- 3	42	1,8	1,78
Natriumchlorid	250 +/- 26	430 +/- 15	620 +/- 13	48	0,5	2,17

*Tabelle 4.1: Materialeigenschaften der vermahlenden Substanzen. Die Angaben zu E-Modul und Härte sind der Dissertation von Zügner [43] entnommen, die Angaben zur Dichte dem Handbook of Pharmaceutical Excipients [57].*

Um die Mahlprodukte bezüglich ihrer Partikelgrößenverteilung zu charakterisieren, werden sie in einem flüssigen Dispersionsmittel suspendiert und anschließend mit einem Laserbeugungsgerät vermessen. Die angewandte Methode wird im Kapitel 4.2.2 näher erläutert. Hier sollen nur die verwendeten Lösungsmittel genannt werden. Die zu analysierenden Stoffe müssen im gewählten Dispersionsmittel einerseits unlöslich und andererseits gut benetzbar sein. Informationen hierzu finden sich im Pharmazeutischen Wörterbuch Hunnius, im Merck Index, im DAC und im Ph Eur [58, 59, 60, 61]. In Tabelle 4.2 sind die verwendeten Suspendierungsmittel aufgelistet.

Substanzen	Dispersionsmittel
Ascorbinsäure	n-Heptan mit 1%(m/m) Span 80
Calciumcarbonat (nach Rief [40])	Wasser
Lactose	Isopropanol
Natriumascorbat	Isopropanol
Natriumchlorid	Isopropanol

*Tabelle 4.2: Eingesetzte Dispersionsmittel.*

## 4.2 Methoden

Das bei einer Luftstrahlmahlung erzielte Mahlergebnis wird bestimmt durch die Wahl der Arbeitsbedingungen. Um qualitative und quantitative Aussagen über das Zerkleinerungsverhalten von Stoffen machen zu können, müssen die Beanspruchungsbedingungen während der Mahlung und das Verfahren bei der Analyse der Mahlprodukte genau angegeben werden. Der Betriebszustand einer Spiralstrahlmühle wird durch die Wahl der geometrischen und operativen Parameter bestimmt. Unter den geometrischen Parametern versteht man Faktoren, die durch die Abmessungen der Mühle bereits festgelegt sind. Dazu zählen Mahlkammerdurchmesser und -höhe, Tauchrohrdurchmesser, Durchmesser der Injektordüse und Anzahl, Durchmesser und Anstellwinkel der Mahldüsen. Operative Parameter sind Faktoren, die bei jeder Mahlung individuell reguliert werden können. Größe des Mahlspalts zwischen Mahlkammerdeckel und Tauchrohr, Mahldruck, Injektordruck und Gutaufgabe pro Zeiteinheit sind die operativen Parameter einer Spiralstrahlmühle [27].

In diesem Kapitel werden die verwendete Luftstrahlmühle und das zur Partikelgrößenanalyse eingesetzte Gerät genau charakterisiert. Anschließend wird auf die Versuchsdurchführung und auf das Verfahren bei der Auswertung der gewonnenen Ergebnisse näher eingegangen.

### 4.2.1 Charakterisierung der Luftstrahlmühle

Für die experimentellen Untersuchungen wurde die von Rief [40] umgebaute Spiralstrahlmühle Fryma JMRS 80 eingesetzt. Nur kleine Veränderungen hinsichtlich des Dosiersystems und des Kollektors für das Mahlprodukt wurden vorgenommen.

Die Mühle setzt sich zusammen aus einer Dosiereinheit, einer Zerkleinerungseinheit und einer Sammeleinheit für das Mahlprodukt. Um einen Überblick über die verwendete Spiralstrahlmühle zu verschaffen, ist die Apparatur in Abbildung 4.1 schematisch dargestellt. Konstruktion, Funktionsweise und Bedeutung der einzelnen eingezeichneten Bestandteile werden in den folgenden Abschnitten diskutiert.

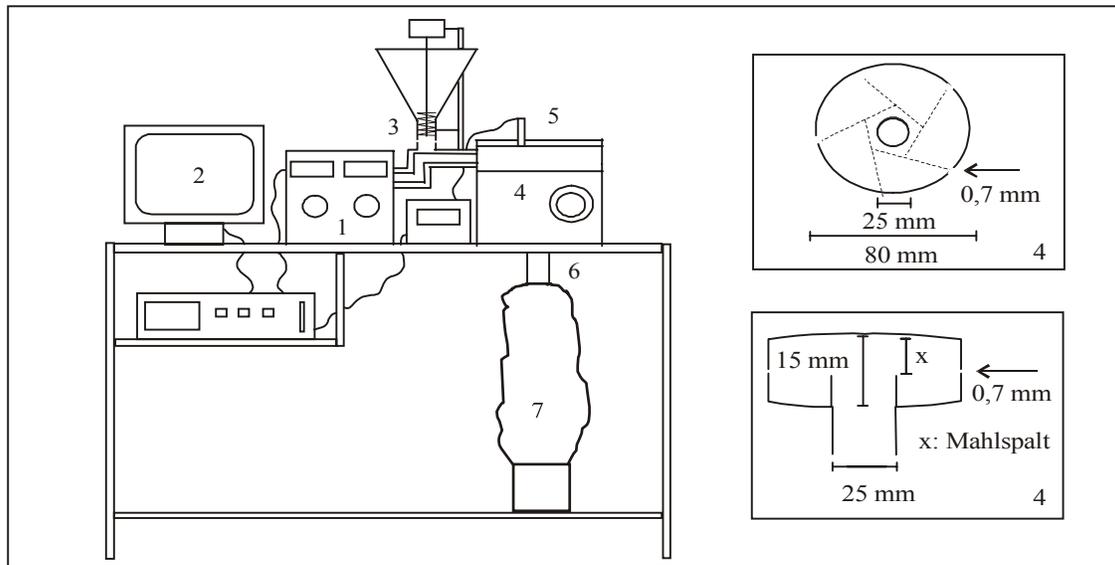


Abb. 4.1: Umgebaute Fryma JMRS 80. ①: Druckminderer und Manometer zur Einstellung von Mahl- und Injektordruck; ②: Rechner; ③: Dosiersystem und Injektor; ④: Mahlkammer; ⑤: Drucksensor; ⑥: Tauchrohr; ⑦: Staubsack und Produktbehälter

#### 4.2.1.1 Das Dosiersystem

Da die Gutzufuhr pro Zeiteinheit ganz wesentlich die Mahlgutkonzentration und damit auch die Mahlgutbeanspruchung in der Mahlkammer bestimmt, muss diese in den Experimenten genau reguliert werden können. Damit die Mahlbedingungen während der kompletten Versuchsdauer gleich bleiben, ist es wichtig, dass die Förderrate in dieser Zeit konstant gehalten werden kann. Dafür bedarf es eines kontinuierlich fördernden Dosiersystems.

Das Dosiersystem besteht zum einen aus einem Trichter mit Rührer und Förderschnecke bzw. -bürste und zum anderen aus einem Injektor. Mit Hilfe der Förderschnecke bzw. -bürste wird das Mahlgut aus dem Vorratstrichter in die Fangdüse des Injektors transportiert. Vom Injektor aus wird es durch den Injektorgasstrom in die Mahlkammer beschleunigt. Damit auch kohäsive Mahlgüter, die leicht Feststoffbrücken ausbilden, kontinuierlich aus dem Trichter zur Förderschnecke bzw. -bürste nachrieseln, wird das Aufgabegut permanent mit Rührwerkzeugen bewegt.

Der verwendete Trichter ist aus Edelstahl gefertigt und hat einen Öffnungswinkel von  $120^\circ$ . Um Feststoffbrücken im Vorratsgefäß zerstören zu können, wird ein Stabrührer eingesetzt. An einer Längsachse sind sechs Querbalken angebracht, die zum Teil  $90^\circ$ - und zum Teil  $45^\circ$ -Winkel mit der Vertikalachse einschließen. Durch diese Anordnung können nicht nur horizontale sondern auch vertikale Feststoffbrücken im Aufgabegut gelöst werden. Die Länge

der Querbalken ist so gewählt, dass deren Enden direkt an der Trichterwandung entlang laufen. Über ein Feingewinde ist an das untere Ende des Rührwerkzeugs die Förderschnecke bzw. -bürste angeschraubt. Lactose lässt sich - experimentell beobachtet - am besten mit einer gekürzten Waffenreinigungsbürste (Durchmesser 14 mm, Länge 35 mm, Naturborsten; Frankonia Jagd, Würzburg) fördern. Für die übrigen Stoffe werden aus Kupfer gefertigte Förderschnecken (Durchmesser 14 mm, Länge 35 mm) verwendet. Die Spindeln unterscheiden sich in Neigungswinkel und Tiefe der Rinnen, damit ein breites Spektrum von Förderraten abgedeckt werden kann. Rührer und Schnecke bzw. Bürste werden angetrieben durch einen Schrittmotor (Hybrid-Schrittmotor 1,8°, 110 N cm; Isel-Automation KG, Eiterfeld), dessen Drehgeschwindigkeit über Kondensator- und Potentiometerwiderstände und über die Wahl zwischen Halb- und Ganzschrittbetrieb genau reguliert werden kann [48]. Die Umdrehungsgeschwindigkeit der Schnecke bzw. Bürste bestimmt, wie viel Mahlgut pro Zeiteinheit gefördert wird. Im Anhang 9.1 ist genau aufgelistet, welche Einstellungen bei den einzelnen Substanzen zu welchen Förderraten führen.

Über die Förderschnecke bzw. -bürste rieselt das Mahlgut richtig dosiert aus dem Trichter. Unterhalb dieser Fördereinheit befindet sich der Gutaufgabeinjektor. Der Gutaufgabeinjektor gliedert sich in drei Bereiche: Fangdüse, Mischstrecke und Diffusor [44]. In Abbildung 4.2 ist das komplette Dosiersystem mit Gutaufgabeinjektor schematisch dargestellt.

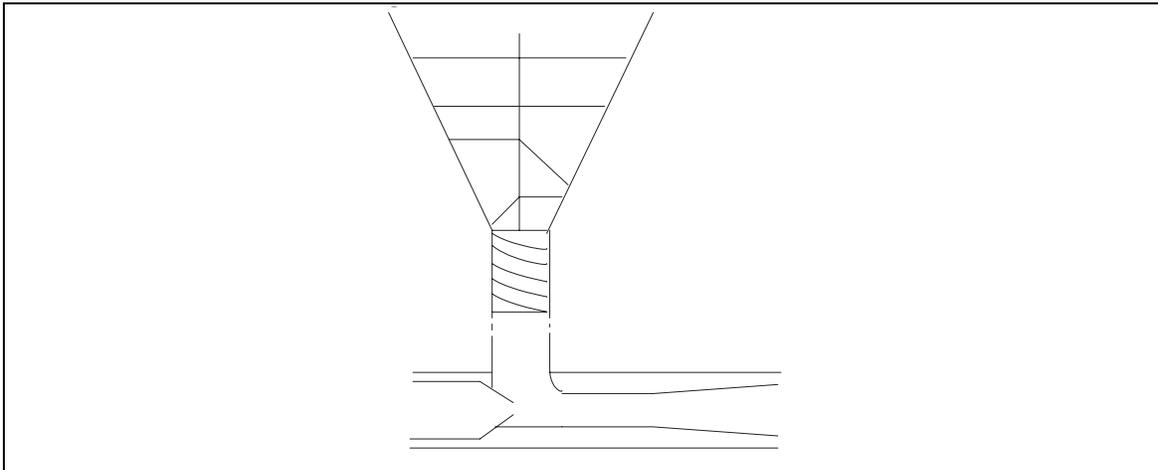


Abb. 4.2: Dosiersystem mit Gutaufgabeinjektor. A: Injektordüse; B: Fangdüse; C: Mischrohr; D: Diffusor

Aus der Injektordüse strömt Gas mit hoher Geschwindigkeit in die Fangdüse des Injektors, wobei die potentielle Energie des Gases in kinetische Energie umgewandelt wird. Dort wird Fördergut und Luft, die durch Schlitze unterhalb der Förderschnecke bzw. -bürste aus der Umgebung angesaugt werden kann, vom Gasstrahl erfasst und mitgerissen. Die

Mahlgutpartikel dringen in die Randzone des Injektorstrahles ein und werden beschleunigt. Im Mischrohr wird die Strömung verzögert und geht in eine Rohrströmung über. Dabei wird kinetische Energie wieder in potentielle Energie des Drucks umgewandelt, da die Wandreibung der Gasströmung meist viel größer ist als der Reibungsanteil der Teilchen. Der Impulsaustausch mit den Feststoffpartikeln vermindert den Druckanstieg, weil dadurch ein Teil der kinetischen Energie des Gases zur Durchmischung des Gas-Feststoffstrahls und zur Mahlgutbeschleunigung verbraucht wird [45]. Im anschließenden Diffusor steigt der Druck weiter an, weil durch Vergrößerung des Rohrquerschnitts nach Bernoulli die Gasgeschwindigkeit abnimmt. Grobes Fördergut wird dabei zusätzlich beschleunigt [46]. Damit das zu zerkleinernde Mahlgut auf sehr hohe Geschwindigkeiten gebracht wird, strömt das Injektorgas mit Überschallgeschwindigkeit in die Fangdüse ein. Außerdem werden Misch- und Diffusorstrecke in optimaler Länge gewählt, so dass einerseits die Partikel über einen möglichst langen Weg beschleunigt werden und andererseits die Strömung nicht durch Wandreibung zu sehr abgebremst wird [45].

Bei der Dimensionierung des Injektors und der Wahl des Injektordruckes muss jedoch auch berücksichtigt werden, dass der Druck der Feststoff-beladenen Injektorströmung immer größer sein muss als der Druck in der Mahlkammer. Andernfalls besteht die Gefahr, dass der Injektor zurückschlägt und ungemahlene Mahlgut ausgetragen wird. Wird der Injektordruck allerdings zu hoch eingestellt, wird zuviel Falschluf durch die Schlitze oberhalb der Fangdüse angesaugt und die Spiralströmung in der Mahlkammer wird stark abgebremst. Das Mahlergebnis verschlechtert sich.

Die Abmessungen des eingesetzten Injektors sind in Tabelle 4.3 zusammengefasst.

Durchmesser (Injektordüse)	2 mm
Durchmesser (Mischrohr)	4,5 mm
Länge (Mischrohr)	2,1 mm
Durchmesser (Diffusorende)	8 mm
Länge (Diffusor)	2,1 mm

*Tabelle 4.3: Abmessungen des Injektors.*

#### **4.2.1.2 Die Mahlkammer mit Tauchrohr**

Um den Strömungszustand und das Zerkleinerungs- und Sichtungsprinzip in der Spiralstrahlmühle besser beschreiben zu können, wurde bereits in den Kapiteln 2.1 und 2.2

der Aufbau einer Mahlkammer mit Tauchrohr dargestellt. An dieser Stelle werden nur noch die genauen Abmessungen der verwendeten Mahlkammer angegeben. Außerdem dienen die Ausführungen dieses Kapitels dazu, konstruktive Besonderheiten des eingesetzten Geräts darzulegen. Das sind die besondere Positionierung des Tauchrohrs, die permanente Messung des Druckes in der Mahlkammer über einen in den Mahlkammerdeckel eingebauten Drucksensor und die genaue Regulierbarkeit von Mahl- und Injektordruck.

Die genauen geometrischen Parameter der verwendeten Mahlkammer und des Tauchrohres sind in der folgenden Tabelle 4.4 aufgeführt.

Mahlkammerdurchmesser	80 mm
Mahlkammerhöhe (Rand, Mitte)	12 mm, 20 mm
Mahldüsenanzahl	5
Mahldüsendurchmesser	0,7 mm
Mahldüsenanstellwinkel	54°
Tauchrohrdurchmesser	25 mm

*Tabelle 4.4: Geometrische Parameter der Mahlkammer und des Tauchrohres.*

Das Tauchrohr ist so konstruiert, dass es über ein Zahnrad höhenverstellt werden kann. Dadurch besteht die Möglichkeit, die Größe des Mahlspalts zwischen Mahlkammerdeckel und Tauchrohr zu variieren. Auf diese Weise kann die Sogkraft, mit der das Mahlprodukt aus der Mahlkammer gesogen wird, verstärkt bzw. abgeschwächt werden. Ein enger Mahlspalt zieht hohe Sogkraft nach sich, ein breiter Mahlspalt geringe Sogkraft.

Der Drucksensor wurde in den Mahlkammerdeckel eingebaut, um den Mahl- und Sichtungprozess während der Mahlung überwachen zu können. Eine solche Inprozesskontrolle ist von fundamentaler Bedeutung, damit der Mahlvorgang bei instabilen Strömungszuständen rechtzeitig abgebrochen und korrigiert werden kann. Der Mahlkammerdruck ist ein sehr empfindlicher Parameter und eignet sich deshalb gut zur Inprozesskontrolle [40, 34]. In Kapitel 2.3 wurde bereits ausgeführt, wie sich der Druck in der Mahlkammer ändert, wenn die Gutbeladung in der Kammer variiert wird. Daraus leitet sich ab, warum die Druckmessung zur Inprozesskontrolle dienen kann.

In den Mahlkammerdeckel integriert wurde der Drucksensor XT – 190M – 1,7BARVG der Firma Kulite Semiconductor. Dieser Sensor gehört zu der Gruppe der piezoresistiven

Druckaufnehmer. Hinter einer Membran befindet sich ein Si-Chip, der mit einer Gleichspannung versorgt wird. Unter Druck kommt es zu einer Verformung der Membran, die auf den Si-Chip übertragen wird. Dabei ändert sich der Widerstand im Si-Chip. Diese Widerstandsänderung ist über eine Brückenschaltung als Spannungssignal messbar, das durch geeignete Verstärker verstärkt werden kann. Der auf die Membran einwirkende Überdruck ist proportional zum gemessenen Spannungssignal [49, 50].

Der Drucksensor wird hinter eine Druckbohrung im Mahlkommerdeckel von 0,9 mm Durchmesser geschraubt. Ein frontbündiger Einbau wurde vermieden, um die Membran vor einer Beschädigung durch aufprallende Feststoffpartikel zu schützen. Da der Druckausgleich in der Bohrung so schnell vor sich geht, dass die Messgenauigkeit des Systems nicht negativ beeinflusst wird, ist die Druckmessung über diese Konstruktion möglich [47].

Bei der Zerkleinerung in der Luftstrahlmühle entstehen sehr feine Partikel im  $\mu\text{m}$ -Bereich. Diese sind in der Lage die Druckbohrung durch Adhäsion zu verstopfen. Um dies zu verhindern, wird die Druckbohrung im Intervall von 20 Sekunden durch einen kurzen Luftstrom (Vordruck: 1,4 bar) freigeblasen. Das Ventil, das für das Ausblasen der Kapillare verantwortlich ist, wird über ein Programm (Quellcode siehe Anhang 9.2) gesteuert, damit Intervall und Dauer des Luftstroms immer konstant sind [51].

Rief [40] konnte in ihren Versuchen zeigen, dass die Messung des Druckes am Mahlkammerrand, im Abstand von 35,5 mm vom Mahlkammermittelpunkt, am günstigsten ist. Denn an dieser Stelle wird die Strömung in der Mahlkammer am geringsten negativ beeinflusst von dem Luftstrom, der zum Ausblasen der Druckbohrung benötigt wird [40]. Daher wurde in den Mahlversuchen dieser Arbeit immer an dieser Stelle im Mahlkammerdeckel der Kammerdruck gemessen. Der Deckel der Mahlkammer mit integriertem Drucksensor ist so positioniert, dass der Druck gerade hinter einem Mahlstrahl, d.h. direkt in der Zerkleinerungszone, gemessen wird.

In Abbildung 4.3a ist die Anordnung des Drucksensors im Mahlkammerdeckel schematisch dargestellt. Die genaue Position des Drucksensors ist in Abbildung 4.3b widergegeben.

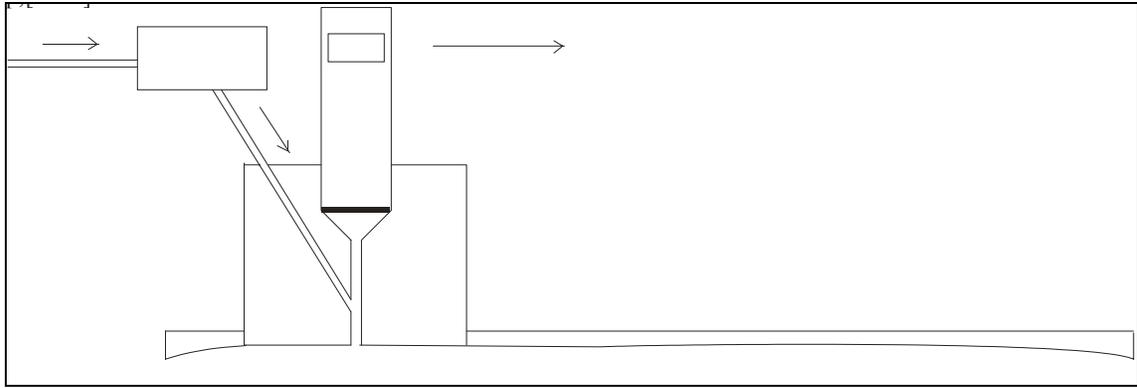


Abb. 4.3a: Drucksensor mit Vorrichtung zum Freiblasen der Druckbohrung im Mahlhammerdeckel nach Rief [40]. A: Mahlhammerdeckel; B: Druckbohrung; C: Drucksensor; D: Kapillare zum Freiblasen der Druckbohrung; E: Ventil

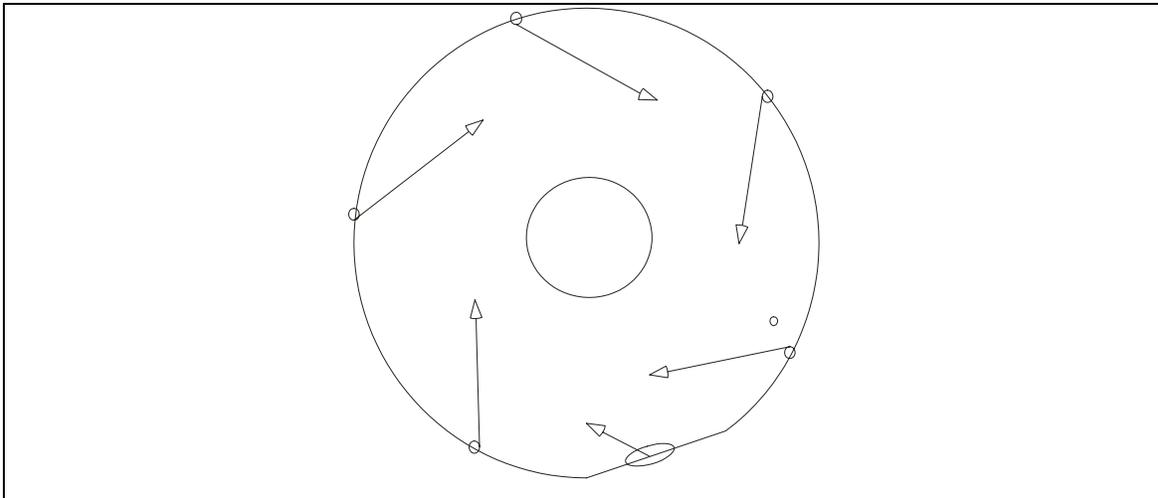


Abb. 4.3b: Position des Drucksensors. F: Stelle im Mahlhammerdeckel, an der der Druck in der Mahlhammer gemessen wird

Auf die während der Mahlungen gemessenen Druckverläufe wird im Ergebnisteil näher eingegangen. An dieser Stelle sei nur erwähnt, dass durch das Programm gesteuert, die Messwerterfassung zum Zeitpunkt des Freiblasens der Druckbohrung immer unterbrochen wird. Auf diese Weise werden künstliche Spitzen im Druckverlauf vermieden, die durch den zusätzlichen Luftstrom verursacht sind.

Die Vorschaltung von Druckminderern in die Zufuhrleitung von Mahl- und Injektorgas ermöglicht die genaue Einstellung von Mahl- und Injektordruck. Über digitale piezoresistive Manometer kann der Druck in der Druckluftleitung vor den Mahldüsen und vor der Injektordüse auf zwei Nachkommastellen genau einreguliert werden [52].

### 4.2.1.3 Der Kollektor für das Mahlprodukt

Das Mahlprodukt wird über das Tauchrohr aus der Mahlkammer ausgeschieden und in einem Edelstahlgefäß aufgefangen. Um den Verlust feinsten Partikel zu verhindern, ist ein Staubsack aus dichtem Filtermaterial zwischen Tauchrohr und Edelstahlgefäß gespannt. Das Material kann Feingutpartikel zurückhalten, ist jedoch durchlässig für Gase. Das bedeutet, dass Mahl- und Injektorgas ungehindert entweichen können und ein Rückstau in die Mahlkammer vermieden wird. Darüber hinaus zieht die Durchlässigkeit für Gase selbstverständlich auch nach sich, dass Luftfeuchte aus der Umgebung zum Mahlprodukt gelangen kann. In Vorversuchen zeigte sich, dass diese Luftfeuchte Partikelwachstum im Edelstahlgefäß fördert und die Feinheit des gewonnenen Mahlprodukts mitbestimmt. Wie in Tabelle 4.5 dargestellt, ist das bei konstanten Mahlbedingungen in der Mühle erhaltene Mahlprodukt umso gröber, je höher die Luftfeuchte ist.

	Median [ $\mu\text{m}$ ]	mittlerer Median [ $\mu\text{m}$ ]	Raumfeuchte [%]
1. Mahlung	5,975 5,910 5,914 5,892 5,699	5,878	30
2. Mahlung	6,099 5,785 5,857 5,747 5,972	5,892	43
3. Mahlung	6,071 6,326 5,984 6,440 5,935	6,151	57

*Tabelle 4.5: Abhängigkeit der Partikelgröße von der Raumfeuchte; alle Mahlungen wurden bei der gleichen Parametereinstellung durchgeführt: Mahldruck: 3 bar; Injektordruck: 3.5 bar; Mahlpalt: 7 mm; Förderrate: 7 g/min; Material: Natriumascorbat*

Dieses Phänomen lässt sich folgendermaßen erklären: Die zerkleinerten Partikel sind in einem aktivierten Zustand. In den Kristallen liegen große ungeordnete Bereiche mit vielen Gitterfehlstellen vor. Diese energetische Aktivierung wird abgebaut, indem die Teilchen rekristallisieren und dabei wachsen [53]. Aktivierte Partikel sind hygroskopischer als Partikel mit einem hohen Ordnungsgrad; sie binden leichter Wasser [54]. Das oberflächlich gebundene Wasser erleichtert die Rekristallisation der Teilchen. Bei hoher Luftfeuchte wird letztlich der Prozess des Partikelwachstums erleichtert.

Um den Einflussfaktor Luftfeuchte auszuschließen, wurde das zur Partikelgrößenbestimmung jeweils ausgewählte Dispersionsmittel im Edelstahlgefäß vorgelegt. In den Tabellen 4.6, 4.7 und 4.8 sind Mahlversuche zusammengefasst, die belegen, dass durch vorgelegtes Dispersionsmittel gleiche Bedingungen im Auffanggefäß geschaffen werden wie beim Auffangen ohne Dispersionsmittel bei niedriger Luftfeuchte. Verfälschungen des Mahlergebnisses durch Partikelwachstum werden vermieden.

	Median [ $\mu\text{m}$ ]	mittlerer Median [ $\mu\text{m}$ ]
1. Mahlung	2,819	2,845
	2,854	
	2,862	
2. Mahlung	3,014	3,021
	3,020	
	3,029	
3. Mahlung	2,894	2,891
	2,884	
	2,896	

*Tabelle 4.6: Raumfeuchte 53%, Suspension mit vorgelegtem Dispersionsmittel; Material: Natriumascorbat*

	Median [ $\mu\text{m}$ ]	mittlerer Median [ $\mu\text{m}$ ]
1. Mahlung	6,044	5,897
	5,689	
	5,959	
2. Mahlung	5,661	5,640
	5,817	
	5,443	
3. Mahlung	5,614	5,102
	5,145	
	4,546	

*Tabelle 4.7: Raumfeuchte 53%, Mahlprodukt ohne vorgelegtes Dispersionsmittel aufgefangen und 3.5 min im Turbulamischer gemischt; drei Stichproben davon jeweils im Dispersionsmittel suspendiert; Material: Natriumascorbat*

	Median [ $\mu\text{m}$ ]	mittlerer Median [ $\mu\text{m}$ ]
1. Mahlung	2,907	2,903
	2,884	
	2,919	
2. Mahlung	2,752	2,765
	2,768	
	2,775	

*Tabelle 4.8: Raumfeuchte 32%, Mahlprodukt ohne vorgelegtes Dispersionsmittel aufgefangen und 3.5 min im Turbulamischer gemischt; drei Stichproben davon jeweils im Dispersionsmittel suspendiert; Material: Natriumascorbat*

Um immer konstante Arbeitsbedingungen zu haben, werden alle vermahlene Stoffe mit der beschriebenen Vorrichtung aufgefangen, unabhängig davon, wie groß ihre Neigung zu Partikelwachstum ist.

## **4.2.2 Durchführung der Mahlversuche**

Bei der Luftstrahlmahlung unterscheidet man grundsätzlich zwischen zwei Typen von Einflussfaktoren auf das Mahlergebnis. Auf der einen Seite stehen die geometrischen, auf der anderen die operativen Parameter. In den Tabellen 4.3 und 4.4 sind die geometrischen Parameter der verwendeten Luftstrahlmühle bereits aufgeführt. Die operativen Parameter werden in den einzelnen Mahlversuchen verändert. Welcher Effekt dabei erzielt werden soll und in welchem Rahmen sie variiert werden, wird im Folgenden einzeln dargestellt.

### **4.2.2.1 Variation des Mahldrucks**

Der Mahldruck bestimmt den Gasmassenstrom und die Gasgeschwindigkeit und damit den Energieeintrag während der Mahlung. Ist dieser groß, kann ein Mahlprodukt hoher Feinheit erzielt werden [56]. Der Rahmen, innerhalb dessen der Mahldruck variiert werden kann, wird in den Mahlversuchen dieser Arbeit nach oben begrenzt durch die Leistungsfähigkeit des Kompressors, der die Druckluftleitung versorgt. Bis zu einem Druck von 6 bar kann ein konstanter Vordruck an den Mahldüsen aufgebaut werden. Höhere Drücke sind mit erheblichen Druckschwankungen verbunden, so dass kein konstanter Betriebszustand gewährleistet werden kann. Der Einsatz von Druckluft aus Gasflaschen wurde vermieden, da deren Kapazität begrenzt ist. Bei der Verwendung von Druckluft aus Gasflaschen müsste permanent kontrolliert werden, ob die Gasmenge in der Flasche für eine weitere Mahlung ausreicht. Dieser Aufwand konnte umgangen werden, da sich alle ausgewählten Stoffe im Leistungsbereich des Kompressors gut zerkleinern lassen. Nach unten wird der eingestellte Mahldruck eingeschränkt auf 3 bar. Niedrigere Drücke liefern einen so geringen Energieeintrag, dass sie in der Praxis nicht sinnvoll sein können.

In der Tabelle 4.9 sind die angelegten Mahldrücke aufgeführt.

Substanz	Mahldrücke [bar]				
Ascorbinsäure			5	4	3
Calciumcarbonat (nach Rief [40])	7	6	5	4	
Lactose		6	5	4	3
Natriumascorbat			5	4	3
Natriumchlorid		6	5	4	

*Tabelle 4.9: Angelegte Mahldrücke bei den Experimenten.*

#### 4.2.2.2 Variation des Injektordrucks

Der Injektordruck ist verantwortlich für die Beschleunigung der Mahlgutpartikel in die Mahlkammer. Die Teilchen müssen mit so hoher Geschwindigkeit in die Mahlkammer eingebracht werden, dass sie in der Strömung fluidisiert sind. Wie in Kapitel 4.2.1.1 dargelegt, muss der Injektordruck grundsätzlich immer höher sein als der angelegte Mahldruck, damit die Mühle nicht zurückschlägt. Er darf jedoch auch nicht viel höher sein als der Mahldruck, da ansonsten zuviel Falschluff angesaugt wird und die Strömung insgesamt abgebremst wird. Zudem kann es bei zu hohem Injektordruck auch zu störenden Turbulenzen kommen. Nach Midoux [41] und nach persönlichen Informationen von Turra (Firma Hoffmann La Roche) [55] sollte der Injektordruck optimalerweise 0,5 bar bis 1 bar oberhalb des Mahldruckes liegen. Aufgrund dieser Informationen wurde in den Experimenten dieser Arbeit der Injektordruck stets 0,5 bar höher als der Mahldruck eingestellt.

#### 4.2.2.3 Variation des Mahlspalts

Die Größe des Mahlspalts hat den Haupteinfluss auf den Sichtungsprozess. Die Versuche von Rief [40] zeigen, dass mit größer werdendem Mahlspalt die Feinheit des Mahlprodukts zunächst zunimmt. Ab einer bestimmten Tauchrohrposition kehrt sich dieser Effekt um. Das Mahlergebnis wird mit weiter zunehmendem Mahlspalt schlechter. Dieses Phänomen lässt sich nach Rief [40] folgendermaßen erklären: Mit größer werdendem Mahlspalt nimmt die Sogkraft hin zum Tauchrohr ab, da der Unterdruck über dem Auslass sinkt. In der Konsequenz verbleiben die Mahlgutpartikel länger in der Mahlkammer und werden dort über einen größeren Zeitraum hinweg beansprucht. Das Mahlprodukt wird feiner. Ist die Tauchrohrposition jedoch so niedrig, dass das Mahlgut kaum noch auf einer ringförmigen Zone geführt wird und nahezu ungehindert in das Tauchrohr übertreten kann, wird ein

erheblicher Grobpartikelanteil abgeschieden. Daher verschlechtert sich das Mahlergebnis bei sehr großen Mahlspalten.

In Abbildung 4.4 ist die Abhängigkeit zwischen Mahlspalt und Korngröße des Mahlprodukts nach Rief [40] dargestellt.

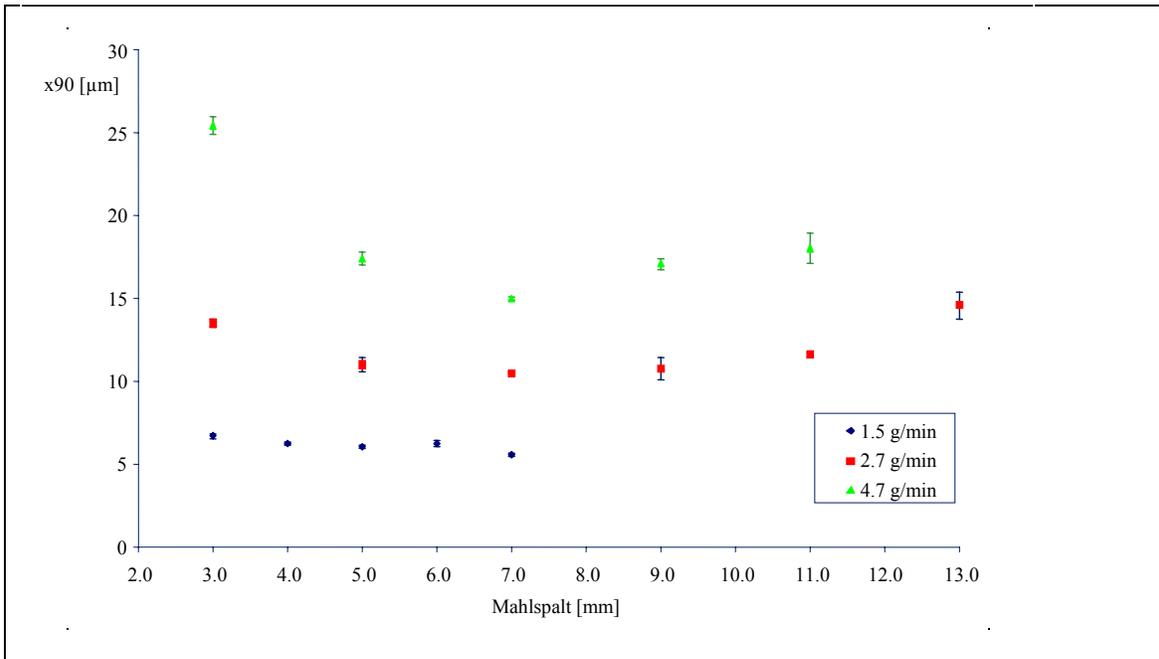


Abb. 4.4: nach Rief [40]: Abhängigkeit der Korngröße ( $x_{90}$ ) des Mahlprodukts von der Tauchrohrstellung bei folgenden Parametereinstellungen: Mahldruck: 6 bar; Injektordruck: 6.5 bar; Förderrate: 1.5, 2.8, 4.7 g/min; Messwertintervall: 0.2 s; Criscarb V130

In den Experimenten dieser Arbeit wird in dem Bereich gearbeitet, der sich durch feinere Mahlprodukte bei größer werdendem Mahlspalt auszeichnet. Alle Substanzen wurden bei den Mahlspaltgrößen 3 mm, 5 mm und 7 mm vermahlen.

#### 4.2.2.4 Variation der Gutaufgabe pro Zeiteinheit

Die Gutaufgabe pro Zeiteinheit bestimmt entscheidend die Gutkonzentration in der Mahlkammer. Je höher die Förderrate gewählt wird, desto mehr Teilchen befinden sich in der Mahlkammer. Damit Zerkleinerung überhaupt möglich ist, muss eine ausreichende Teilchenzahl in der Mühle vorliegen, weil sich die Partikel erst durch Zusammenprall gegenseitig zerkleinern. Wie in Kapitel 2.2.1 erläutert, muss die mittlere Wegstrecke zwischen den Teilchen kleiner sein als die Flugstrecke, die ein Teilchen, das mit der Strömung beschleunigt wird, zurücklegen kann. In der Praxis wird diese Grenzkonzentration an Teilchen in der Mahlkammer schon bei sehr geringen Förderraten erreicht. Sie ist eher der

limitierende Faktor, wenn es darum geht, sehr kleine Teilchen in der Größenordnung von Mikrometern weiter zu zerkleinern, weil solche Teilchen nur schlecht beschleunigt werden können [8]. Bei weiterer Steigerung der Gutzufuhr wird die Strömungsgeschwindigkeit in der Mahlkammer immer mehr reduziert, weil die Strömung durch die zunehmende Anzahl von Partikeln abgebremst wird. Dadurch werden Zerkleinerung und Sichtung verschlechtert. Da die Feststoffkonzentration bei hoher Förderrate in der Zerkleinerungszone sehr hoch ist, kann unzureichend zerkleinertes Gut kaum dem Mahlvorgang erneut zugeführt werden. Das Gut wird schneller ausgetragen, obwohl der Unterdruck über dem Tauchrohr und damit der Sog aus der Mahlkammer nur gering ist. Das Mahlergebnis ist schlechter [21, 22].

Der Bereich, in dem die Gutaufgabe pro Zeiteinheit variiert wird, lässt sich in Vorversuchen ermitteln. Um einerseits die maximal mögliche Förderrate zu bestimmen, wird ein minimaler Mahldruck und ein maximaler Mahlspace festgelegt und eine Probemahlung bei möglichst hoher Gutzufuhr pro Zeiteinheit durchgeführt. Ist der über den Drucksensor im Mahlkammerdeckel gemessene Strömungsverlauf in der Mahlkammer während der gesamten Mahldauer von zehn Minuten gerade noch stabil, kann die eingestellte Förderrate als Obergrenze definiert werden. Zur Bestimmung der Untergrenze der Förderrate wird andererseits ein maximaler Druck und ein minimaler Mahlspace festgelegt und eine Probemahlung mit möglichst geringer Gutaufgabe pro Zeiteinheit durchgeführt. Unter diesen Bedingungen ist die Strömung in der Mahlkammer sicher stabil. Es können jedoch große Druckspitzen auftreten, wenn die Gutaufgabe pro Zeiteinheit so gering ist, dass die Mahlkammer zwischendurch „leer läuft“. Dieser Zustand deutet ineffektive Mahlbedingungen an. Der Energieeintrag ist zu groß und kann nicht befriedigend für die Zerkleinerung eingesetzt werden. Sind keine großen Drucküberhöhungen messbar, ist die minimale Förderrate ermittelt.

In Tabelle 4.10 sind die Förderraten aufgelistet, mit denen die einzelnen Substanzen in die Mahlkammer gefördert wurden.

Substanz	Förderraten [g/min]		
Ascorbinsäure	9,9	6,5	4,3
Calciumcarbonat (nach Rief [40])	4,7	2,8	1,5
Lactose	5,5	3,4	2,0
Natriumascorbat	10,1	8,0	5,0
Natriumchlorid	10,1	7,4	3,8

*Tabelle 4.10: Förderraten der Mahlgüter bei den Experimenten.*

#### 4.2.2.5 Variation der Mahlgüter

Unterschiedliche Mahlgüter bringen unterschiedliche Materialeigenschaften mit sich. Anhand der Parameter Härte, E-Modul und Dichte lassen sie sich charakterisieren. Harte Mahlgüter lassen sich schlecht zerkleinern; die Kräfte zwischen den Kristallbausteinen sind groß. Zeigt ein Stoff sehr elastisches Verhalten, muss er sehr stark gedehnt werden, bis es zu einem Bruch kommt. Das bedeutet, dass sich Materialien mit abnehmendem E-Modul zunehmend schlechter zerkleinern lassen. Die Dichte von zu zerkleinernden Substanzen beeinflusst deren Vermahlbarkeit, da sie die Ausbreitungsgeschwindigkeit von einwirkenden Druckwellen bestimmt. Je größer die Dichte ist, desto langsamer wandern Druckwellen durch eine Mahlgutpartikel. In der Folge ist der Spannungsaufbau, der Bedingung für einen Bruch ist, erschwert. Die Substanz lässt sich mit steigender Dichte schlechter zerkleinern.

Härte, E-Modul und Dichte schwanken bei den für die Mahlversuche ausgewählten Stoffen. Die genauen Materialkonstanten sind der Tabelle 4.1 in Kapitel 4.1 zu entnehmen.

#### 4.2.2.6 Versuchsdesign

Alle Mahlversuche mit den einzelnen Substanzen werden nach einem 3<sup>3</sup>-factorial-design durchgeführt. Das heißt, bei jedem Stoff werden die drei Faktoren Mahldruck, Mahlpalt und Gutaufgabe pro Zeiteinheit jeweils auf drei Niveaus eingestellt. Dazu sind 27 Experimente notwendig, da alle Faktoren auf jedem Niveau gegeneinander variiert werden. Um statistische Schwankungen innerhalb einer Mahleinstellung zu erfassen, wird jeder Mahlversuch dreimal wiederholt [62, 63].

Die Mahldauer eines Experiments ist auf zehn Minuten festgelegt. Zu jedem Mahlversuch wird der Druckverlauf in der Mahlkammer über die Mahldauer aufgezeichnet. Auf die Erkenntnisse, die aus diesen Diagrammen gezogen werden können, wird im Ergebnisteil dieser Arbeit näher eingegangen. Das Mahlprodukt wird, wie unter Kapitel 4.2.1.3 beschrieben, in einem Edelstahlgefäß aufgefangen, in dem das für den jeweiligen Stoff ausgewählte Dispersionsmittel vorgelegt ist.

Eine Fraktionierung in ein Produkt aus der Mühlenanlaufphase und in ein Produkt aus der Zerkleinerungshauptphase, in der sich konstante Strömungsbedingungen in der Mahlkammer eingestellt haben, ist nicht nötig. Denn der konstante Strömungszustand stellt sich bereits innerhalb von 30 s ein, so dass der in diesem Zeitraum produzierte Produktanteil sehr gering ist und das Mahlergebnis laut Rief [40] nicht verfälscht wird.

Vor der Partikelgrößenanalyse müssen in der Mahlproduktsuspension vorhandene Agglomerate zunächst zerstört werden. Nur so ist die Vermessung von Einzelteilchen möglich. Daher werden die Suspensionen jeweils zehn Minuten lang im Ultraschallbad beansprucht. Im Fall von Ascorbinsäure wurde die Ultraschallbehandlung vermieden und die Suspension stattdessen mit einem Magnetrührer zehn Minuten lang gerührt. Auf diese Weise ist eine Belegung der Ascorbinsäurepartikel mit dem im Lösungsmittel vorhandenen Tensid besser möglich. Nur bei vollständiger Benetzung der Teilchen können Einzelpartikel erzeugt werden. In Vorversuchen werden die Suspensionen der einzelnen Mahlgüter unter dem Mikroskop bei 1000-facher Vergrößerung betrachtet und das Vorliegen von Einzelteilchen überprüft.

Die Durchführung der Partikelgrößenanalysen und das Funktionsprinzip des dafür verwendeten Messgeräts werden im folgenden Kapitel erläutert.

#### 4.2.3 Partikelgrößenanalyse mittels Coulter LS 230

Funktionsprinzip des Coulter LS 230 ist die Laserbeugung. Wird eine Kugel bzw. ein Kollektiv von Kugeln gleicher Größe mit parallelem, monochromatischem Licht bestrahlt, ergibt sich ein für die untersuchte Partikelgröße charakteristisches Fraunhofer'sches Beugungsspektrum. Bei der Bestrahlung verschieden großer Kugeln mit parallelem, monochromatischem Licht überlagern sich die Beugungsspektren der einzelnen Kugelgrößen zu einem gemeinsamen Beugungsmuster. Als Lichtquelle wird ein Laserstrahl verwendet.

In Abbildung 4.5 ist eine Laserbeugungseinheit schematisch dargestellt [64, 65].

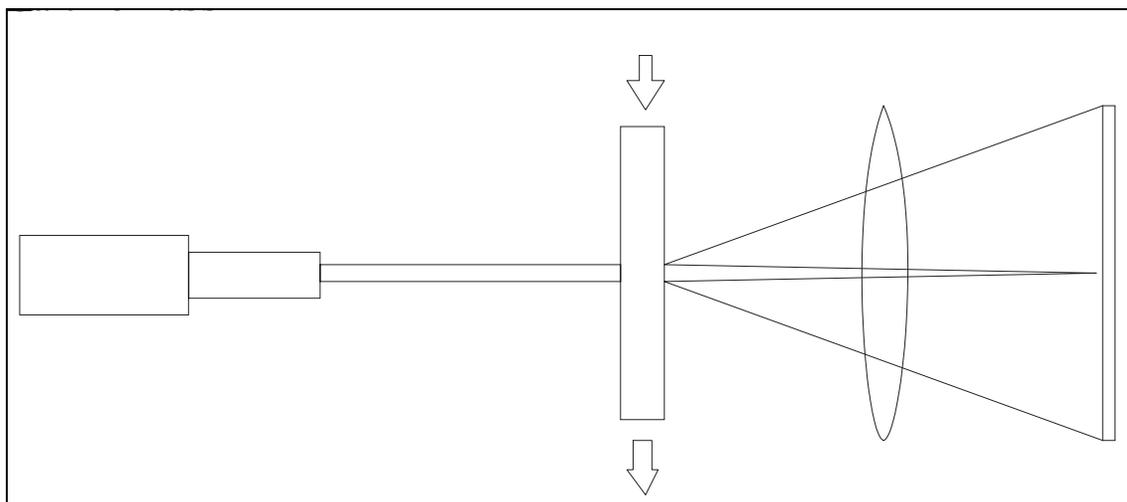


Abb. 4.5: Schematische Darstellung einer Laserbeugungseinheit nach Mahrenholtz [64]. A: Laser; B: Strahlaufweitung; C: Messzelle; D: Linse; E: Detektor

Die Mahlprodukte werden als Suspension vermessen. Zur Messung wird das Suspensionsmittel mit den dispergierten Probepartikeln durch die Beugungsmesszelle gepumpt. Ein gebündelter Laserstrahl (750 nm) wird senkrecht zur Messzelle eingestrahlt und an den Teilchen gebeugt oder gestreut. Mit Fourier-Linsen wird das Licht, das von Partikeln gleicher Korngröße in der Beugungsmesszelle abgelenkt wird, jeweils in einen einzigen Ring in der Detektor-Ebene fokussiert. Große Partikel führen zu Ringen mit kleinem Durchmesser, kleine Partikel zu Ringen mit großem Durchmesser. Im Gerät liegen drei Detektoranordnungen für unterschiedliche Streuwinkelbereiche vor. Durch die PIDS-Anordnung im Coulter LS 230 lassen sich auch Partikelgrößen bis zu 0,04  $\mu\text{m}$  auflösen. Dazu wird zusätzlich die unterschiedliche Streuung von vertikal und horizontal polarisiertem Licht unterschiedlicher Wellenlänge gemessen [66].

Die Messung an sich wird folgendermaßen durchgeführt: In die Messzelle wird Dispersionsmittel eingefüllt. Durch Umwälzen des Dispersionsmittels mit unterschiedlichen Geschwindigkeiten werden eventuell vorhandene Luftblasen, die als Teilchen detektiert werden könnten, aus dem System entfernt. Wenn der Laserstrahl justiert ist, wird der Hintergrund in der mit Suspensionsmittel befüllten Messzelle vermessen. Anschließend wird bereits dispergierte Probe eingespritzt. Dabei wird die Transmission des Laserstrahles gemessen. Liegt die Obscuration, d.h. die Abschwächung des Laserstrahls, zwischen 45 % und 55 % der anfänglichen Intensität ohne Feststoffbeladung, wird die Probeninjektion abgeschlossen. Die Laserbeugungsanalyse wird gestartet. Die Obscuration darf nicht wesentlich außerhalb der angegebenen Grenzen liegen, da sonst das Messergebnis hin zu kleineren Teilchengrößen verfälscht wird [66]. Während der Messung wird das Suspensionsmittel, in dem die Probe dispergiert ist, permanent umgewälzt, damit alle Partikel vom Laserstrahl erfasst werden können. Als Ergebnis gibt die Software eine Partikelgrößenverteilung im Bereich von 0,04  $\mu\text{m}$  und 2000  $\mu\text{m}$  an. Auf die beschriebene Weise wird von jedem Mahlprodukt jeweils fünfmal die Korngrößenverteilung bestimmt. Die weitere Auswertung der Messdaten wird im folgenden Kapitel erläutert.

#### **4.2.4 Auswertung der Partikelgrößenverteilungen**

##### **4.2.4.1 Charakterisierung der Korngrößenverteilungen mittels RRSB-Netz**

Bei einer Partikelgrößenanalyse mit dem Coulter LS 230 werden sehr viele Messpunkte aufgenommen. Ein sehr großer Datensatz eignet sich jedoch nicht zur weiteren Auswertung.

Um die gewonnene Korngrößenverteilung auf wenige charakteristische Parameter zu reduzieren, wird die Summenverteilung in eine RRSB-Gerade umgerechnet. Die Darstellung von annähernd gaußförmigen Teilchengrößenverteilungen als Gerade geht zurück auf Rosin, Rammler, Sperling und Benett. Danach lassen sich die Verteilungssummenwerte durch folgende Funktion approximieren:

$$D(x) = 1 - \exp\left[-\left(\frac{x}{d}\right)^n\right] \quad (4.1)$$

- D: Durchgangssumme [-]  
 x: Partikeldurchmesser [m]  
 d: Lageparameter [m]  
 n: Gleichmäßigkeitskoeffizient [-]

Der Lageparameter ist definiert als der Partikeldurchmesser, bei dem die Verteilungssumme gerade 0,632 beträgt. Durch doppeltes Logarithmieren kann die Gleichung linearisiert werden. Die Steigung der Geraden entspricht dem Gleichmäßigkeitskoeffizienten, die Korngröße mit der Durchgangssumme 0,632 dem Lageparameter. Mit Hilfe dieser beiden Parameter können die Korngrößenverteilungen der Mahlprodukte vollständig charakterisiert werden. Bedingung ist allerdings, dass sich die Verteilungen gut mit der RRSB-Funktion beschreiben lassen und die Korrelationskoeffizienten der erhaltenen Geraden nahe bei eins liegen. Der Gleichmäßigkeitskoeffizient macht eine Aussage über die Breite der Verteilung und gibt an, ob die Einzelwerte in einem weiten Bereich um den Mittelwert schwanken. Anhand des Lageparameters kann abgelesen werden, wie fein bzw. grob das Mahlprodukt ist. Je größer der Wert des Gleichmäßigkeitskoeffizienten ist, desto enger verteilt ist das Mahlprodukt. Über den Lageparameter lässt sich die Feinheit des Mahlprodukts abschätzen [16].

Die Umrechnung der Korngrößenverteilungen in RRSB-Geraden wird mit Hilfe des Programms PMP© compact durchgeführt [68]. Nach Import der Einzeldaten der Verteilungen können die Kenngrößen Lageparameter und Gleichmäßigkeitskoeffizient dem Programm entnommen werden.

Um statistische Schwankungen der Mahlprodukte gleicher Mahlbedingungen zu erfassen, werden die bei einer Mahleinstellung erhaltenen Lageparameter und Gleichmäßigkeitskoeffizienten gemittelt. Für jeden untersuchten Satz operativer Parameter werden die Mittelwerte aus 15 Korngrößenverteilungen gebildet, da bei jeder Mühleneinstellung dreimal gemahlen wird und jedes erhaltenen Mahlprodukt fünfmal am

Laserbeugungsgerät analysiert wird. Diese Mittelwerte werden für die weiteren Berechnungen herangezogen.

#### 4.2.4.2 Prozessbeschreibung durch statistische Modelle

Mit Hilfe statistischer Modelle ist es möglich, auch ohne Kenntnis der physikalischen Zusammenhänge den Einfluss mehrerer Parameter auf eine Zielgröße quantitativ zu erfassen. Im ersten Schritt werden eine Zielgröße und ein Satz von Einflussfaktoren definiert. Im zweiten Schritt wird der gesamte Datensatz mittels Regression an eine Modellfunktion angepasst. Dabei wird jedem Wert, den die Zielgröße annimmt, ein Satz von Werten, den die Einflussfaktoren gleichzeitig annehmen, zugeordnet. Nach der Maximum-Likelihood-Methode werden Regressionskoeffizienten und ein Achsenabschnitt geschätzt [63].

Bei den Mahlversuchen werden Lage und Breite der Mahlproduktverteilungen erfasst. D.h. diese beiden Größen ergeben zunächst die Zielgrößen der Modelle. Von praktischem Interesse ist jedoch die Vorhersage von Mahlbedingungen, weil meistens eine bestimmte Produktfeinheit angestrebt wird, und für diese Fragestellung Mahleinstellungen an der Mühle gesucht sind.

Die Mahlbedingungen werden durch mehrere operative Parameter bestimmt. Daher muss zu Beginn der Berechnungen ein beliebiger operativer Parameter für das zu berechnende Modell als Zielgröße festgelegt werden. Im Rahmen dieser Arbeit wird als Zielgröße zum einen die Gutaufgabe pro Zeiteinheit und zum anderen der Mahldruck gewählt. Diese Parameter lassen sich leicht einstellen und sind deshalb für die Praxis als Modellzielgrößen gut geeignet.

Auf die Wahl der Einflussgrößen wird im Ergebnisteil detailliert eingegangen.

Für die Berechnungen wird ein Modell zweiter Ordnung vorgegeben:

$$Y = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \dots + \beta_n X_n + \beta_{11} X_1^2 + \beta_{22} X_2^2 + \dots + \beta_{nn} X_n^2 + \beta_{12} X_1 X_2 + \beta_{13} X_1 X_3 + \dots + \beta_{(n-1)n} X_{n-1} X_n \quad (4.2)$$

Y:	Zielgröße
X <sub>1</sub> ...X <sub>n</sub> :	Einflussgrößen
β:	Regressionsparameter

Alle Rechnungen werden mit dem Programm SAS Version 8e, Procedure GLM und REG, ausgeführt [69, 70].

## **5. Ergebnisse**

### **5.1 Erkenntnisse aus den Druckkurven**

Über den in den Mahlkammerdeckel integrierten Drucksensor wird während der Mahlung der Kammerdruck in der Mahlkammer aufgezeichnet. Wie im Kapitel 4.2.1.2 beschrieben, dient der Drucksensor einerseits als Instrument der Inprozesskontrolle. Der gemessene Kammerdruck macht eine Aussage über die Stabilität der Strömung. Andererseits ist es auch möglich, mit Hilfe der durch den Drucksensor gewonnenen Messwerte die Vermahlbarkeit der untersuchten Stoffe abzuschätzen.

Im Kapitel 5.1.1 soll in der Folge der prinzipielle Verlauf der aufgenommenen Druckkurven dargelegt werden. Anhand dessen wird erläutert, wie sich stabile von instabilen Strömungsbedingungen abgrenzen lassen.

Um Aussagen über das Zerkleinerungsverhalten verschiedener Materialien treffen zu können, wird in Kapitel 5.1.2 ein Vergleich der Kammerdrücke bei unterschiedlichen operativen Parametervorgaben vorgenommen.

#### **5.1.1 Prinzipieller Verlauf der Druckkurven**

Der bereits von Rief [40] gemessene Druckverlauf kann in den Mahlversuchen dieser Arbeit bestätigt werden. In der folgenden Abbildung 5.1 ist der Kammerdruck gegen die Mahldauer aufgetragen. Kurve 1 repräsentiert stabile Mahlbedingungen, Kurve 2 instabile. Kurve 3 stellt den Mahlkammerdruckverlauf bei zu hohem Energieeintrag dar.

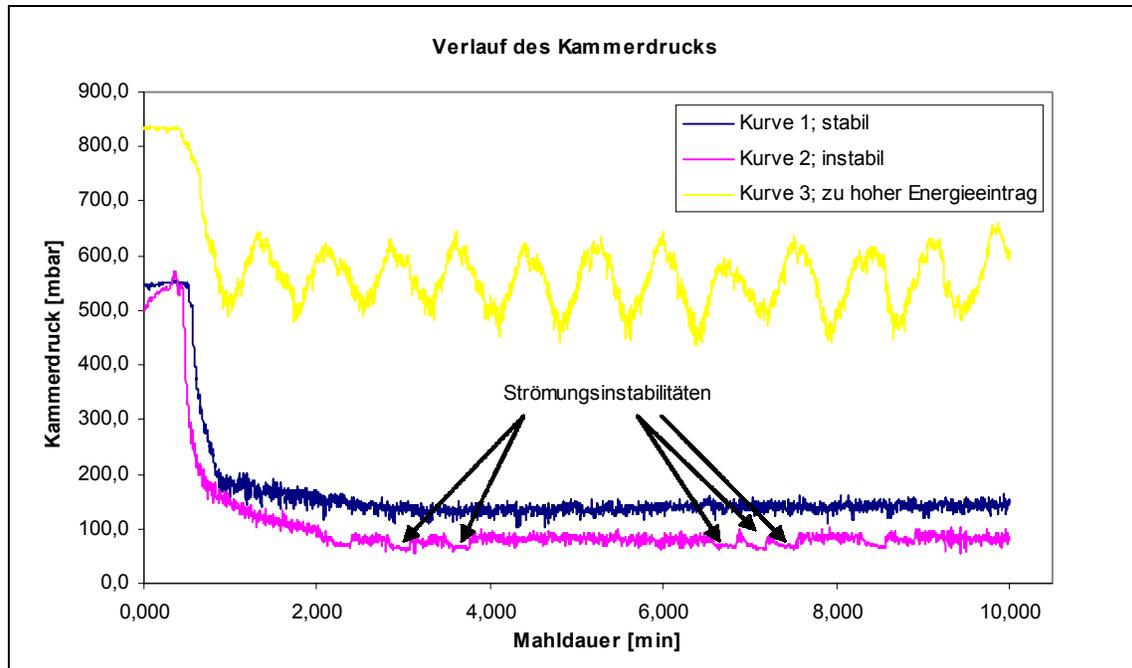


Abbildung 5.1: Druckverläufe in Abhängigkeit von der Mahldauer. Substanz: Primalac 40; Mahleinstellung zu Kurve 1: Förderrate 3.4 g/min, Mahldruck 4 bar, Injektordruck 4.5 bar, Mahlspalt 5 mm; Mahleinstellung zu Kurve 2: Förderrate 6.6 g/min, Mahldruck 4 bar, Injektordruck 4.5 bar, Mahlspalt 7 mm; Mahleinstellung zu Kurve 3: Förderrate 2.0 g/min, Mahldruck 6 bar, Injektordruck 6.5 bar, Mahlspalt 3 mm

30 Sekunden nach Einschalten der Mahl- und Injektorgasströme wird die Mahlgutzufuhr in die Mahlkammer gestartet. Infolgedessen wird die Strömung in der Mahlkammer abgebremst und der Kammerdruck sinkt. Unter stabilen Mahlbedingungen, siehe Druckkurve 1 in Abbildung 5.1, stellt sich im Verlauf der Mahlung ein konstanter Mahlkammerdruck ein; der gemessene Druck schwankt nur geringfügig um einen konstanten Wert. Die Streuungen treten auf, weil das Mahlgut nicht ganz kontinuierlich in die Mahlkammer dosiert werden kann bzw. aus der Mahlkammer ausgetragen werden kann. Die damit verbundenen Schwankungen der Mahlgutkonzentration in der Mahlkammer führen zu leichten Kammerdruckstreuungen.

Sehr große Druckschwankungen treten nur dann auf, wenn für die Mahlung ein zu hoher Energieeintrag gewählt wird. Unter diesen Bedingungen ist es möglich, dass sich die Mahlkammer zwischendurch nahezu vollständig entleert. Wie in Kurve 3 in Abbildung 5.1 dargestellt, sind dann erhebliche Druckschwankungen messbar.

Liegen instabile Mahlbedingungen vor, unter denen die Strömung in der Mahlkammer immer wieder zusammenbricht und das Mahlgut nicht mehr fluidisiert ist, beobachtet man häufig plötzliche Druckabfälle. Solche Strömungsinstabilitäten sind in der instabilen Druckkurve 2 in Abbildung 5.1 markiert. Wenn der Kammerdruck absinkt, ist die Mahlkammer kurzfristig deutlich überladen. Erst wenn eine größere Gutmenge plötzlich auf einmal ausgetragen wird,

steigt der Druck wieder an. Dieser Gutaustrag ist verbunden mit dem Ausscheiden von unzureichend zerkleinertem Grobkorn. Unter instabilen Mahlbedingungen hergestellte Mahlprodukte sind relativ grob und haben eine breite Korngrößenverteilung. Außerdem sind sie nicht gut reproduzierbar. Wiederholungen ergeben nicht vergleichbare Mahlprodukte. Dieses Phänomen, das bereits von Rief [40] beobachtet wurde, kann in den Versuchen dieser Arbeit bestätigt werden. In Tabelle 5.1 sind die Mahlprodukte charakterisiert, die unter den stabilen bzw. instabilen Mahlbedingungen gewonnen wurden, deren dazugehörige Druckkurven in Abbildung 5.1 dargestellt sind. Die fünfmal bestimmten Lageparameter und Gleichmäßigkeitskoeffizienten aus jeweils drei Wiederholungsmahlungen sind in der Tabelle 5.1 aufgeführt.

	Stabil: f: 3,4 g min <sup>-1</sup> , p <sub>m</sub> : 4 bar, p <sub>inj</sub> : 4,5 bar, t: 7 mm			Instabil: f: 6,6 g min <sup>-1</sup> , p <sub>m</sub> : 4 bar, p <sub>inj</sub> : 4,5 bar, t: 7 mm	
	d [μm]	n		d [μm]	n
1. Mahlung	4,00	2,24		5,3	1,7
	3,97	2,25		5,4	1,7
	3,98	2,23		5,4	1,7
	3,98	2,25		5,4	1,7
	3,97	2,24		5,4	1,7
2. Mahlung	4,05	2,25		6,1	1,5
	3,98	2,22		6,0	1,5
	3,97	2,24		6,0	1,6
	3,95	2,24		6,0	1,6
	3,95	2,24		5,9	1,6
3. Mahlung	4,06	2,27		5,3	1,8
	4,00	2,28		5,2	1,8
	4,00	2,28		5,2	1,8
	3,99	2,28		5,2	1,8
	3,99	2,25		5,1	1,8
				5,2	1,8
	3,99	2,25	Mittelwert [μm]	5,5	1,7
	0,030	0,019	sdv [μm]	0,361	0,118
	0,75	0,85	relsdv [%]	6,58	6,95

*Tabelle 5.1: Gegenüberstellung der Korngrößenverteilungen von Mahlprodukten, die unter stabilen bzw. instabilen Mahlbedingungen erhalten werden. f: Förderrate; p<sub>m</sub>: Mahldruck; p<sub>inj</sub>: Injektordruck; t: Mahlpalt; sdv: Standardabweichung; relsdv: relative Standardabweichung; d: Lageparameter; n: Gleichmäßigkeitskoeffizient*

Eine Streuung der Lageparameter und Gleichmäßigkeitskoeffizienten um knapp 7 % ist nicht akzeptabel. Daher werden im Rahmen dieser Arbeit nur Mahlungen unter stabilen Strömungsbedingungen durchgeführt, die letztendlich auch in Modellrechnungen einbezogen werden können.

### **5.1.2 Vergleich der Kammerdrücke bei unterschiedlichen operativen Parametervorgaben**

Es ist sinnvoll, die konstanten Kammerdrücke, die sich im Verlauf der Mahlungen einstellen, in Abhängigkeit von der Wahl der operativen Parameter zu vergleichen. Ein Vergleich ermöglicht es, die mit der Variation der operativen Parameter verbundenen Änderungen der Strömungsbedingungen in der Mahlkammer abzuschätzen. Sind Unterschiede im Kammerdruck messbar, wenn bei konstanten Mühleneinstellungen nur das Mahlgut verändert wird, deutet dies auf unterschiedliches Zerkleinerungsverhalten der untersuchten Stoffe hin. Je nach Wahl des Mahlguts kann die Strömung verschieden stark abgebremst werden.

Als konstanter Kammerdruck wird der Druck festgelegt, der sich während der Mahlung im Mittel einstellt. Um diesen Wert schwankt der Druck mit einer je nach Mahlbedingung charakteristischen Streuung. Zur Bestimmung des Mittelwerts werden die Kammerdrücke, die 1,5 min nach Einschalten der Gaszufuhr bzw. 1 min nach Einschalten der Gutzufuhr bis zum Ende der Mahlung gemessen werden, aufaddiert und durch die Anzahl der Messwerte dividiert. In dem angegebenen Zeitraum ist die Anlaufphase der Mahlung bereits abgeschlossen und die Strömungsbedingungen sind stabil.

In den folgenden vier Tabellen 5.2, 5.3, 5.4 und 5.5 sind die Kammerdrücke in Abhängigkeit von der Mühleneinstellung dargestellt. Für jedes Mahlgut ist eine eigene Tabelle angefertigt. Die angegebenen Werte sind Mittelwerte aus jeweils drei Mahlungen. Alle Einzelwerte sind im Anhang 9.3 aufgelistet.

Förderrate [g min <sup>-1</sup> ]	Mahl Druck [mbar]	Mahlspalt [mm]	Kammerdruck [mbar]	sdv (Kammerdruck) [mbar]
4,3	3000	3	190	12,3
4,3	3000	5	140	10,3
4,3	3000	7	122	9,0
4,3	4000	3	300	16,9
4,3	4000	5	230	15,6
4,3	4000	7	200	11,5
4,3	5000	3	450	24,6
4,3	5000	5	360	14,7
4,3	5000	7	320	20,8
6,5	3000	3	130	11,5
6,5	3000	5	79	6,8
6,5	3000	7	82	6,7
6,5	4000	3	210	10,3
6,5	4000	5	170	8,9
6,5	4000	7	142	9,3
6,5	5000	3	300	13,3
6,5	5000	5	220	13,0
6,5	5000	7	200	14,6
9,9	3000	3	93	8,0
9,9	3000	5	73	7,4
9,9	3000	7	60	6,5
9,9	4000	3	180	11,9
9,9	4000	5	129	8,7
9,9	4000	7	110	10,8
9,9	5000	3	260	15,6
9,9	5000	5	180	12,1
9,9	5000	7	160	12,7

*Tabelle 5.2: Kammerdruck in der Mahlkammer bei unterschiedlichen Mahleinstellungen. sdv: Standardabweichung; Substanz: Ascorbinsäure*

Förderrate [g min <sup>-1</sup> ]	Mahlruck [mbar]	Mahlspalt [mm]	Kammerdruck [mbar]	sdv (Kammerdruck) [mbar]
5	3000	3	180	12,4
5	3000	5	133	5,6
5	3000	7	115	4,6
5	4000	3	310	17,7
5	4000	5	220	12,8
5	4000	7	200	12,9
5	5000	3	390	18,6
5	5000	5	270	15,0
5	5000	7	270	15,6
8	3000	3	117	7,8
8	3000	5	93	7,1
8	3000	7	79	7,2
8	4000	3	190	11,0
8	4000	5	138	7,1
8	4000	7	124	6,9
8	5000	3	300	18,0
8	5000	5	210	13,9
8	5000	7	180	11,6
10,1	3000	3	112	8,1
10,1	3000	5	77	7,6
10,1	3000	7	63	6,7
10,1	4000	3	163	9,3
10,1	4000	5	120	10,9
10,1	4000	7	105	9,8
10,1	5000	3	250	16,8
10,1	5000	5	190	16,4
10,1	5000	7	170	14,9

*Tabelle 5.3: Kammerdruck in der Mahlkammer bei unterschiedlichen Mahleinstellungen. sdv: Standardabweichung; Substanz: Natriumascorbat*

Förderrate [g min <sup>-1</sup> ]	Mahldruck [mbar]	Mahlspalt [mm]	Kammerdruck [mbar]	sdv (Kammerdruck) [mbar]
3,8	4000	3	197	7,2
3,8	4000	5	143	6,9
3,8	4000	7	127	6,4
3,8	5000	3	300	10,9
3,8	5000	5	217	7,9
3,8	5000	7	191	8,0
3,8	6000	3	420	14,2
3,8	6000	5	310	10,3
3,8	6000	7	280	7,5
7,4	4000	3	139	9,8
7,4	4000	5	100	10,4
7,4	4000	7	85	9,9
7,4	5000	3	190	11,5
7,4	5000	5	140	10,4
7,4	5000	7	129	9,6
7,4	6000	3	300	13,5
7,4	6000	5	210	10,4
7,4	6000	7	190	10,2
10,1	4000	3	112	9,3
10,1	4000	5	74	8,6
10,1	4000	7	63	7,6
10,1	5000	3	160	12,5
10,1	5000	5	120	11,8
10,1	5000	7	100	13,9
10,1	6000	3	220	11,9
10,1	6000	5	170	12,2
10,1	6000	7	140	11,0

*Tabelle 5.4: Kammerdruck in der Mahlkammer bei unterschiedlichen Mahleinstellungen. sdv: Standardabweichung; Substanz: Natriumchlorid*

Förderrate [g min <sup>-1</sup> ]	Mahlruck [mbar]	Mahlspalt [mm]	Kammerdruck [mbar]	sdv (Kammerdruck) [mbar]
2	3000	3	250	29,2
2	3000	5	180	14,0
2	3000	7	140	10,5
2	4000	3	370	46,7
2	4000	5	310	24,5
2	4000	7	240	15,3
2	5000	3	590	47,4
2	5000	5	330	19,7
2	5000	7	380	24,8
3,4	4000	3	210	14,7
3,4	4000	5	160	12,5
3,4	4000	7	132	9,5
3,4	5000	3	330	25,0
3,4	5000	5	250	13,6
3,4	5000	7	210	15,5
3,4	6000	3	340	40,5
3,4	6000	5	350	14,0
3,4	6000	7	270	20,4
5,5	4000	3	170	13,7
5,5	4000	5	126	9,6
5,5	4000	7	89	9,0
5,5	5000	3	250	18,4
5,5	5000	5	190	13,4
5,5	5000	7	160	11,8
5,5	6000	3	340	18,5
5,5	6000	5	270	14,7
5,5	6000	7	200	13,3

*Tabelle 5.5: Kammerdruck in der Mahlkammer bei unterschiedlichen Mahleinstellungen. sdv: Standardabweichung; Substanz: Lactose*

Grundsätzlich lassen sich folgende Schlussfolgerungen aus den vier vorangegangenen Tabellen ziehen: Der Einfluss der Mühleneinstellungen auf den Kammerdruck ist bei jeder Substanz qualitativ gleich. Mit steigender Gutzufuhr pro Zeiteinheit sinkt der Druck in der Mahlkammer. Wird der angelegte Mahldruck und damit auch gleichzeitig der angelegte Injektordruck erhöht, steigt der Kammerdruck während der Mahlung. Bei größer werdendem Mahlpalt sinkt der gemessene Kammerdruck.

Die Beobachtungen lassen sich folgendermaßen interpretieren: Eine hohe Förderrate ist verbunden mit hoher Feststoffkonzentration in der Mahlkammer. Dadurch wird die Strömung stark abgebremst; der Kammerdruck sinkt. Hohe Mahl- und Injektordrücke bewirken hohe Gasgeschwindigkeiten und damit gleichzeitig hohe Kammerdrücke. Ein großer Mahlpalt hat zur Folge, dass die Strömung relativ ungehindert aus der Mahlkammer entweichen kann. Das Gas wird beim Verlassen der Mahlkammer nur wenig beschleunigt. So ergibt sich nur ein geringer Unterdruck über dem Tauchrohr. Unter diesen Bedingungen verweilen die Mahlgutpartikel lange in der Mahlkammer. D.h. die Feststoffkonzentration in der Mahlkammer ist hoch, und der Kammerdruck ist niedrig.

Der Vergleich der Kammerdrücke verschiedener Substanzen bei gleichen Mahleinstellungen ergibt offensichtliche Unterschiede zwischen den vermahlenden Stoffen.

Bei Ascorbinsäure und Natriumascorbat liegen die gemessenen Kammerdrücke deutlich über denen von Lactose und Natriumchlorid. Das bedeutet, dass die Strömung durch die letztgenannten Materialien wesentlich stärker abgebremst wird als durch die beiden erstgenannten. Bei der Vermahlung von Lactose und Natriumchlorid wird offensichtlich mehr Energie zur Beschleunigung der Mahlgutpartikel verbraucht als bei der Vermahlung von Ascorbinsäure und Natriumascorbat. Diese Energie lässt sich berechnen als Produkt aus Beschleunigungskraft und Beschleunigungsweg. Die aufzuwendende Kraft hängt ab vom Widerstandsbeiwert der Partikel, von deren Dichte, deren Querschnittsfläche und von dem Quadrat der Partikelgeschwindigkeiten. Betrachtet man die Korngrößenverteilungen der vier verschiedenen Aufgabegüter, wird deutlich, dass die Mahlgüter Lactose und Natriumchlorid gröber sind als die Mahlgüter Ascorbinsäure und Natriumascorbat. D.h. die Partikelquerschnittsflächen der erstgenannten Güter sind größer, so dass mehr Kraft und mehr Energie zu deren Beschleunigung nötig sind. Die hohe Dichte von Natriumchlorid hat zusätzlich einen hohen Energiebedarf zur Partikelbeschleunigung zur Folge. Aus den Unterschieden in den Kammerdrücken während der stabilen Zerkleinerungsphase kann jedoch auch auf unterschiedliche Vermahlbarkeit der untersuchten Substanzen geschlossen werden. Lässt sich ein Stoff schon bei geringer Beanspruchung zerkleinern, ist die

Feststoffkonzentration in der Mahlkammer während des Mahlvorgangs relativ klein, da das Mahlgut nur geringer Verweilzeiten in der Mahlkammer bedarf, um auf kleine Partikelgrößen gebracht zu werden und ausgetragen werden zu können. Ist die Feststoffkonzentration in der Mahlkammer jedoch gering, muss relativ wenig Gut beschleunigt werden. Die Summe der Partikelquerschnittsflächen ist dann relativ klein, und damit sind auch der Kraft- und Energieaufwand verhältnismäßig niedrig. In diesem Fall resultiert ein höherer Druck in der Mahlkammer als bei schwer zerkleinerbaren Materialien.

Innerhalb der Gruppe Ascorbinsäure/Natriumascorbat lassen sich jedoch an den Druckkurven keine Unterschiede bezüglich des Energieaufwandes bei der Beschleunigung und bezüglich der Vermahlbarkeit der beiden Stoffe ablesen. Das gleiche gilt für die Gruppe Lactose/Natriumchlorid. Nur die Tatsache, dass beim Vermahlen von Lactose relativ niedrige Förderraten gewählt werden müssen, um stabile Strömungsbedingungen in der Mahlkammer zu erhalten, deutet auf ein ungünstigeres Zerkleinerungsverhalten von Lactose verglichen mit Natriumchlorid hin.

Bei den Streuungen lässt sich kein eindeutiger Trend ablesen. Die relativen Standardabweichungen des Kammerdrucks liegen alle im Bereich zwischen knapp 4 % und knapp 14 %.

Um genauere Aussagen über den Einfluss der operativen Parameter auf das Mahlergebnis treffen zu können, müssen die Korngrößenverteilungen der Mahlprodukte näher untersucht werden, die sich bei Variation der Mühleneinstellungen und der Mahlgüter ergeben. Diese Betrachtungen werden im Kapitel 5.2 vorgenommen.

## **5.2 Erkenntnisse aus den Partikelgrößenverteilungen**

In diesem Kapitel wird der Einfluss der operativen Parameter auf die Korngrößenverteilung des Mahlprodukts untersucht. Wie in Abschnitt 4.2.4.1 erläutert, werden die Korngrößenverteilungen über die Lageparameter und Gleichmäßigkeitskoeffizienten aus dem RRSB-Netz charakterisiert. Je größer der Lageparameter und je kleiner der Gleichmäßigkeitskoeffizient ist, desto gröber und breiter verteilt ist das Mahlprodukt. Feine, eng verteilte Mahlprodukte werden durch kleine Lageparameter und große Gleichmäßigkeitskoeffizienten beschrieben.

Im Folgenden werden die Parameter Gutaufgabe pro Zeiteinheit, Mahldruck und Mahlspalt einzeln bezüglich ihres Einflusses auf das Mahlergebnis betrachtet. Die an den Substanzen

Ascorbinsäure, Natriumascorbat, Lactose und Natriumchlorid durchgeführten Experimente dieser Arbeit bestätigen alle von Rief [40] gewonnenen Erkenntnisse.

### 5.2.1 Einfluss der Förderrate auf das Mahlergebnis

Um den Einfluss der Förderrate auf das Mahlergebnis alleine sichtbar zu machen, werden die übrigen Parameter konstant gehalten. In den Abbildungen 5.2 und 5.3 wird für alle vier untersuchten Substanzen ein konstantes Mahldruck-Mahlspalt-Paar herausgegriffen und an diesem Beispiel der Lageparameter (d-Wert) bzw. der Gleichmäßigkeitskoeffizient (n-Wert) in Abhängigkeit von der Gutaufgabe pro Zeiteinheit dargestellt.

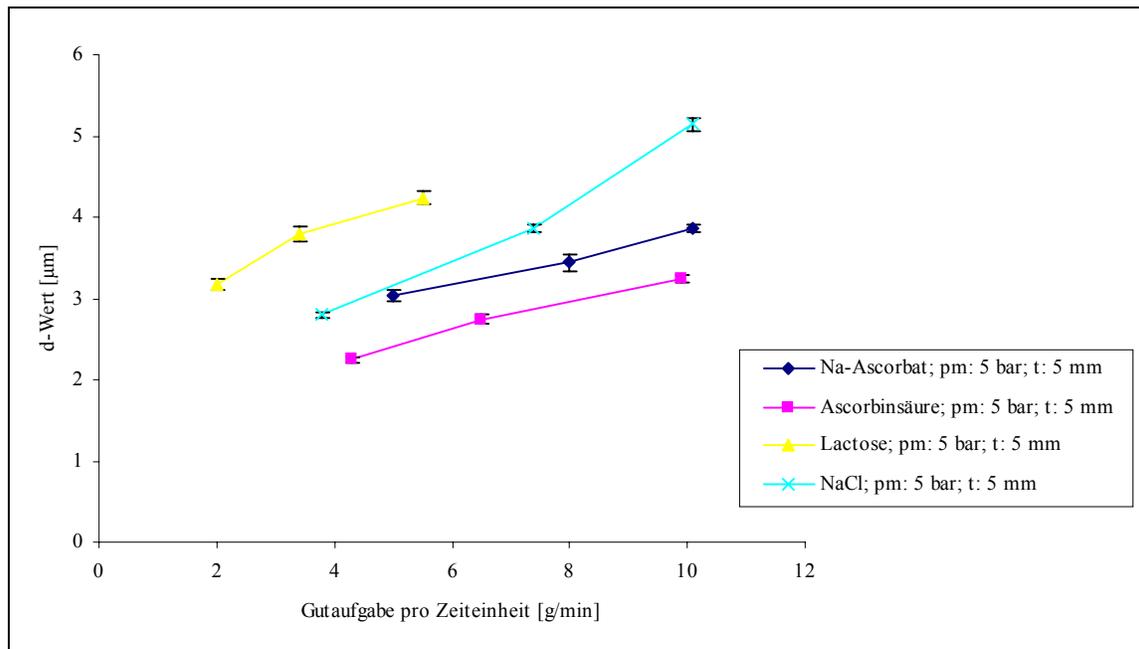


Abb. 5.2: Einfluss der Gutaufgabe pro Zeiteinheit auf den Lageparameter (d-Wert) des Mahlprodukts.

pm: Mahldruck; t: Mahlspalt

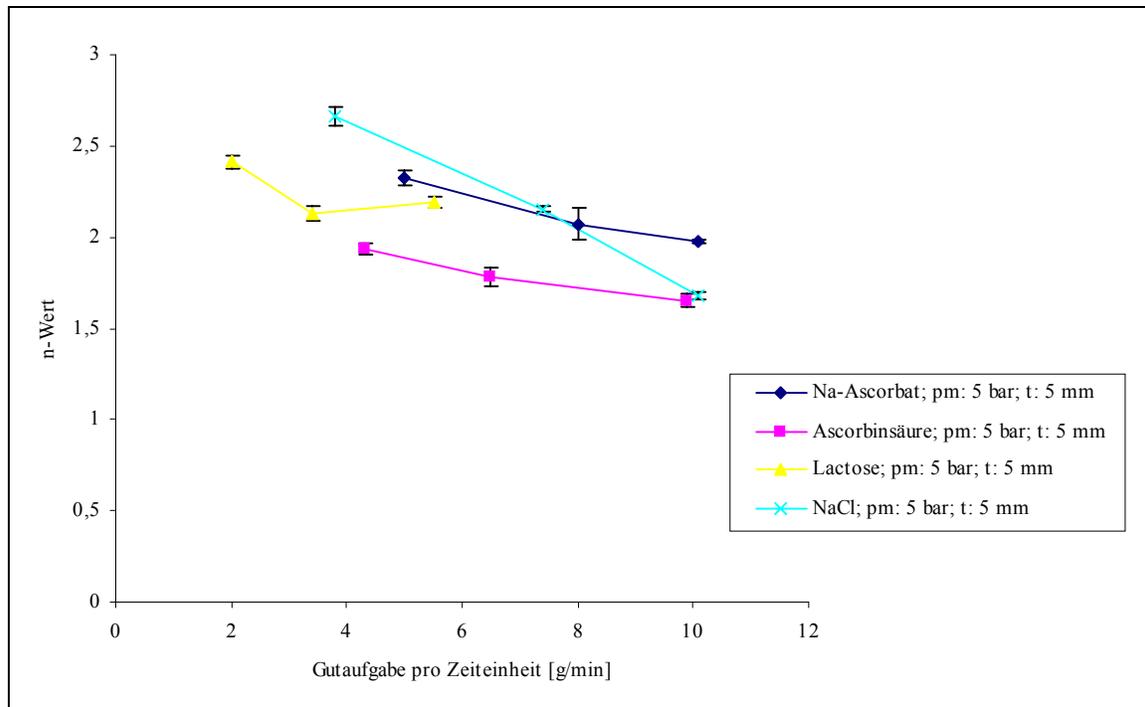


Abb. 5.3: Einfluss der Gutaufgabe pro Zeiteinheit auf den Gleichmäßigkeitskoeffizienten (n-Wert) des Mahlprodukts.

pm: Mahldruck; t: Mahlspalt

Aus den Abbildungen 5.2 und 5.3 kann abgelesen werden, dass bei gegebenem Mahldruck und Mahlspalt mit steigender Gutzufuhr pro Zeiteinheit die Korngrößenverteilungen der Mahlprodukte breiter werden und hin zu größeren Partikelgrößen verschoben werden. Außerdem unterscheiden sich die vier untersuchten Substanzen offensichtlich hinsichtlich ihres Zerkleinerungsverhaltens. Bei gleichen Mahleinstellungen liefert Ascorbinsäure das feinste Mahlprodukt, gefolgt von Natriumascorbat, Natriumchlorid und Lactose. Die Korngrößenverteilungen der Mahlprodukte von Ascorbinsäure sind etwas breiter als die der anderen Substanzen.

### 5.2.2 Einfluss des Mahldrucks auf das Mahlergebnis

Damit es möglich ist, den Einfluss des Mahldrucks getrennt von den anderen Parametern zu bewerten, müssen die Faktoren Gutaufgabe pro Zeiteinheit und Größe des Mahlspalts konstant gehalten werden. In den folgenden Abbildungen 5.4 und 5.5 ist der Lageparameter (d-Wert) bzw. der Gleichmäßigkeitskoeffizient (n-Wert) in Abhängigkeit von dem Mahldruck dargestellt. Für jede untersuchte Substanz ist der Zusammenhang zwischen den genannten

Parametern einzeln aufgetragen, wobei jeweils ein konstantes Förderrate-Mahlspalt-Paar herausgegriffen wird.

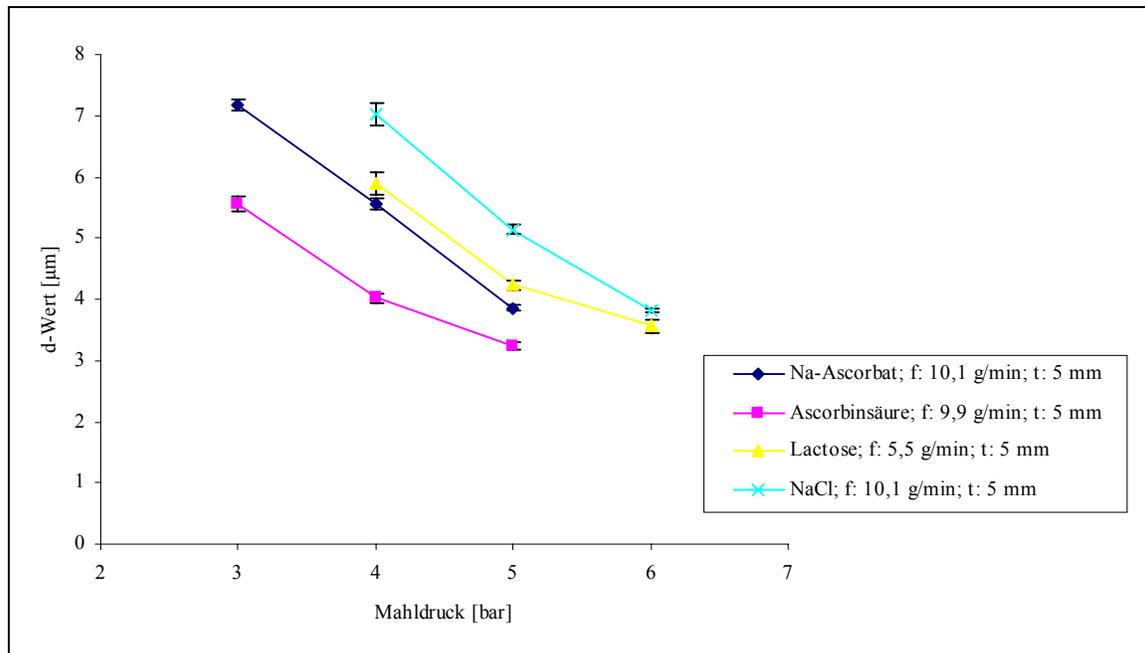


Abb. 5.4: Einfluss des Mahldrucks auf den Lageparameter (*d*-Wert) des Mahlprodukts.  
Hinweis: Die in der Abbildung dargestellte Förderrate der Lactose ist deutlich geringer als die der übrigen drei Mahlgüter! *f*: Förderrate; *t*: Mahlspalt

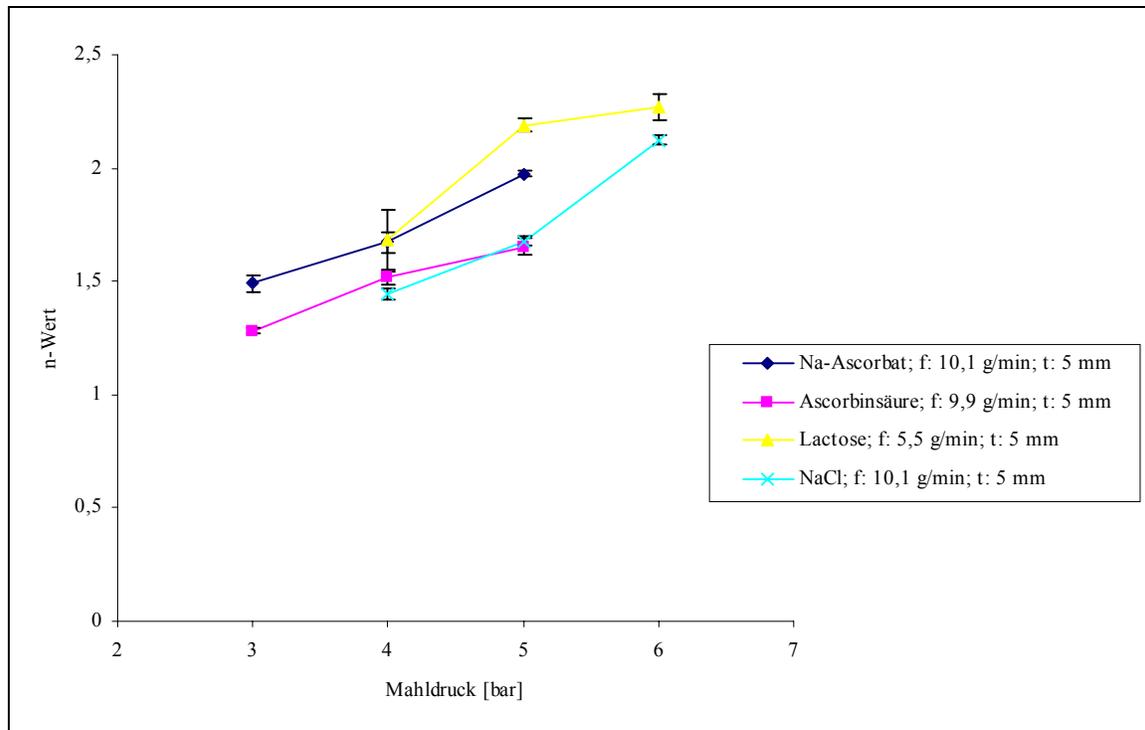


Abb. 5.5: Einfluss des Mahldrucks auf den Gleichmäßigkeitskoeffizienten (n-Wert) des Mahlprodukts.

Hinweis: Die in der Abbildung dargestellte Förderrate der Lactose ist deutlich geringer als die der übrigen drei Mahlgüter! f: Förderrate; t: Mahlspalt

Anhand der beiden Abbildungen 5.4 und 5.5 wird deutlich, dass mit zunehmendem Mahl Druck die Korngrößenverteilungen aller untersuchten Mahlprodukte enger und feiner werden. Bei der Darstellung des Lageparameters in Abhängigkeit vom Mahl Druck ist der gleiche Trend innerhalb der verschiedenen Substanzen erkennbar wie bei der Darstellung des Lageparameters in Abhängigkeit von der Gutaufgabe pro Zeiteinheit. Für die Stoffe Ascorbinsäure, Natriumascorbat und Natriumchlorid sind vergleichbare Förderrate-Mahlspalt-Wertepaare gewählt. Bei gleichem Mahl Druck liefert Ascorbinsäure das feinste Mahlprodukt und Natriumchlorid das größte. Die Feinheit von Natriumascorbat liegt zwischen den beiden Extremen. Wird Lactose in den Vergleich mit einbezogen, muss berücksichtigt werden, dass die dargestellte maximal förderbare Gutaufgabe pro Zeiteinheit von Lactose nur etwa halb so groß ist wie die der anderen Materialien. Da jedoch Lactose bei konstantem Mahl Druck zu einem größeren Mahlprodukt vermahlen wird als Ascorbinsäure und Natriumascorbat und nur zu einem wenig feineren als Natriumchlorid, weist sie wohl das schlechteste Zerkleinerungsverhalten der vier untersuchten Substanzen auf. Bezüglich der Breite der Mahlproduktverteilungen kann nur ein leichter Trend festgestellt werden: Ascorbinsäure und Natriumchlorid bilden etwas enger verteilte Mahlprodukte als Lactose und Natriumascorbat.

Hinsichtlich der Vermahlbarkeit der verschiedenen Stoffe können folglich die gleichen Schlussfolgerungen wie in Kapitel 5.2.1 gezogen werden.

### 5.2.3 Einfluss des Mahlspalts auf das Mahlergebnis

Zur Analyse des Einflusses des Mahlspalts auf das Mahlergebnis wird analog zu den Kapiteln 5.2.1 und 5.2.2 verfahren. In den Abbildungen 5.6 und 5.7 werden für jede Substanz Förderrate und Mahldruck auf einem Level konstant gehalten und unter diesen Bedingungen der Zusammenhang zwischen dem Lageparameter ( $d$ -Wert) bzw. dem Gleichmäßigkeitskoeffizienten ( $n$ -Wert) des Mahlprodukts und Größe des Mahlspalts aufgetragen.

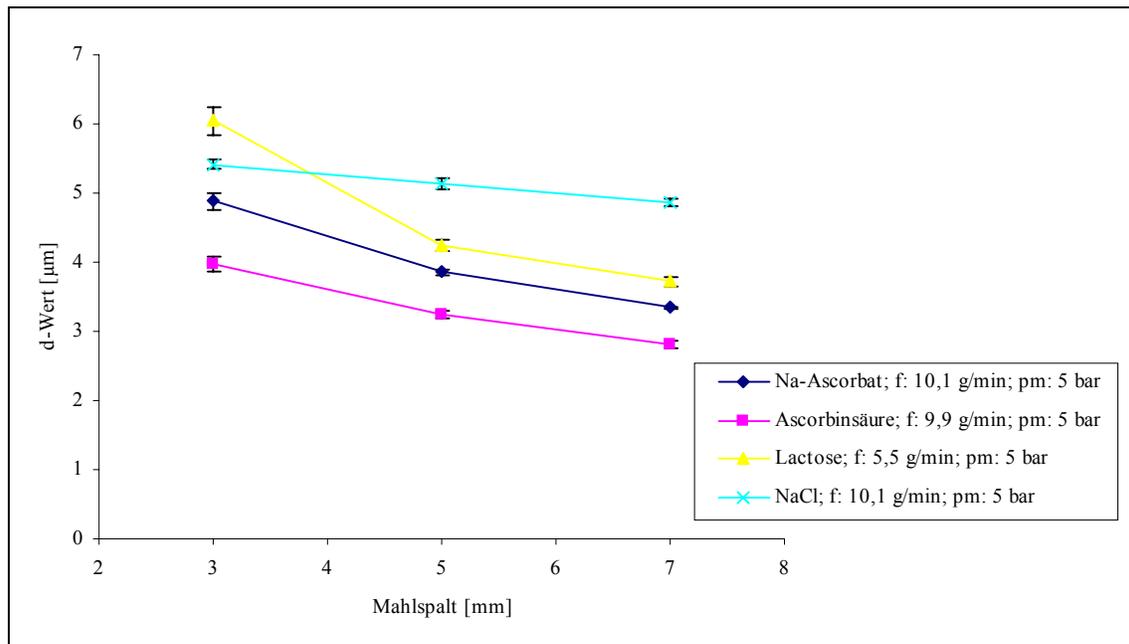


Abb. 5.6: Einfluss des Mahlspalts auf den Lageparameter ( $d$ -Wert) des Mahlprodukts.  
Hinweis: Die in der Abbildung dargestellte Förderrate der Lactose ist deutlich geringer als die der übrigen drei Mahlgüter!  $f$ : Förderrate;  $pm$ : Mahldruck

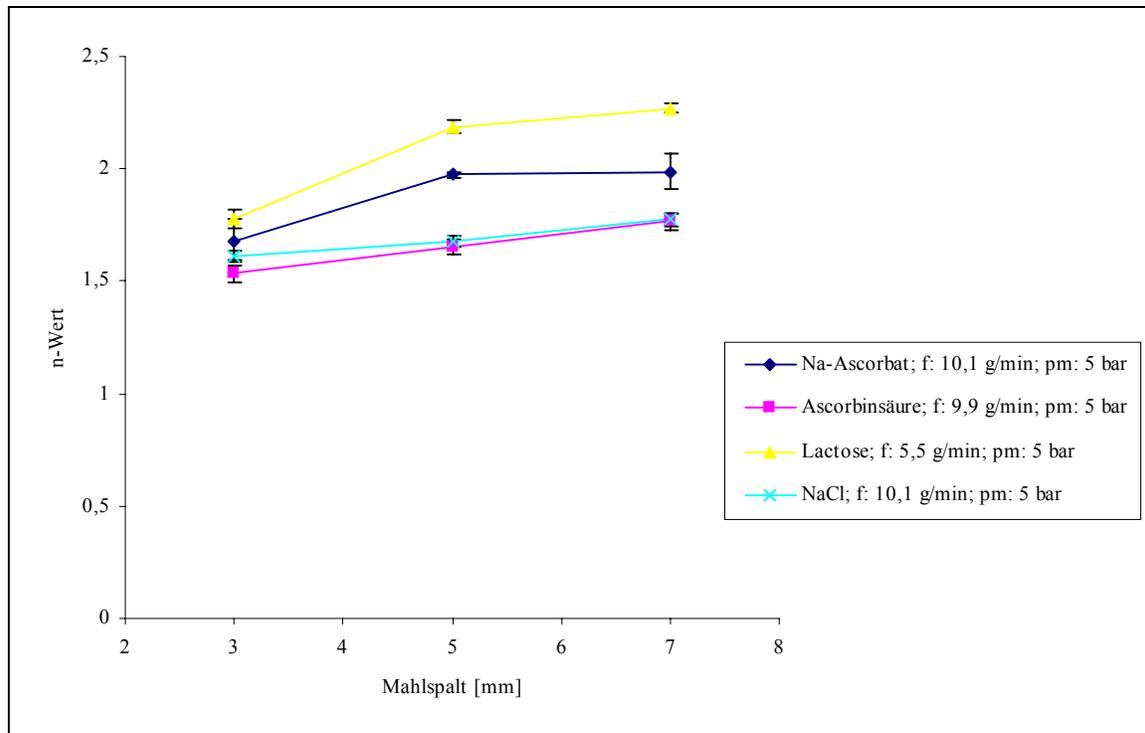


Abb. 5.7: Einfluss des Mahlspalts auf den Gleichmäßigkeitskoeffizienten ( $n$ -Wert) des Mahlprodukts.

Hinweis: Die in der Abbildung dargestellte Förderrate der Lactose ist deutlich geringer als die der übrigen drei Mahlgüter!  $f$ : Förderrate;  $pm$ : Mahldruck

Im betrachteten Arbeitsbereich werden alle Mahlprodukte mit größer werdendem Mahlspace feiner, und ihre Korngrößenverteilungen werden enger. Vergleiche zwischen den vier untersuchten Substanzen führen zu dem gleichen Ergebnis wie in den vorigen beiden Kapiteln bereits festgestellt. Unter gleichen Mahlbedingungen lässt sich Ascorbinsäure am feinsten vermahlen, gefolgt von Natriumascorbat, Natriumchlorid und Lactose. Beim Vergleich des Zerkleinerungsverhaltens von Lactose mit dem der anderen Stoffe müssen dieselben Überlegungen angestellt werden wie in Kapitel 5.2.2. Hinsichtlich der Streuung der Korngrößenverteilungen der Mahlprodukte verschiedener Substanzen ist ein eindeutiger Trend erkennbar: Lactose streut am wenigsten gefolgt von Natriumascorbat, Natriumchlorid und Ascorbinsäure.

## **5.3 Modellberechnungen**

### **5.3.1 Modellberechnungen für einzelne Substanzen**

In diesem Kapitel werden Modelle berechnet, die die Vorhersage von Mahlbedingungen erlauben, die ein bestimmtes Mahlergebnis liefern. Solche Berechnungen sind im vorher festgelegten und genau untersuchten Arbeitsbereich möglich. Sie werden durchgeführt zum einen an den im Rahmen dieser Arbeit vermahlenden Stoffen Ascorbinsäure, Natriumascorbat, Lactose und Natriumchlorid und zum anderen an Kalk, wobei auf Ergebnisse aus der Dissertation von Rief [40] zurückgegriffen wird.

#### **5.3.1.1 Ansatz für Modelle von einzelnen Substanzen**

Bei den Mahlversuchen werden Lage und Breite der Mahlproduktverteilungen erfasst. D.h. diese beiden Größen ergeben zunächst die Zielgrößen der Modelle. Von praktischem Interesse ist jedoch die Vorhersage von Mahlbedingungen, weil meistens eine bestimmte Produktfeinheit angestrebt wird, für die Mahleinstellungen an der Mühle gesucht sind.

In den Mahlversuchen zur Untersuchung der Vermahlbarkeit der einzelnen Substanzen werden drei Parameter auf jeweils drei Stufen variiert. Diese drei Parameter sind: Gutaufgabe pro Zeiteinheit, Mahldruck und Breite des Mahlspalts. Ein Produkt bestimmter Feinheit kann durch verschiedene Kombinationen der angegebenen drei operativen Parameter erreicht werden. In den Modellrechnungen kann ein Faktor nur dann vorhergesagt werden, wenn die anderen beiden Größen festgelegt sind.

Im ersten Rechenansatz wird die Förderrate des Mahlguts, im zweiten Ansatz der Mahldruck als Zielgröße definiert. Für die Berechnungen muss zunächst überdacht werden, welche Faktoren bestimmen, wie groß die Förderrate bzw. der Mahldruck gewählt werden kann, um ein definiertes Mahlergebnis zu erhalten. Die Einflussfaktoren auf die beiden Zielgrößen sind im Folgenden aufgeführt.

Einflussfaktoren auf die Zielgröße Förderrate:

- Lageparameter der Korngrößenverteilung des Mahlprodukts
- Gleichmäßigkeitskoeffizient der Korngrößenverteilung des Mahlprodukts

- Kombination zwischen Mahldruck und Lageparameter bzw. Gleichmäßigkeitskoeffizient des Mahlprodukts
- Kombination zwischen Mahlsplatt und Lageparameter bzw. Gleichmäßigkeitskoeffizient des Mahlprodukts

Einflussfaktoren auf die Zielgröße Mahldruck:

- Lageparameter der Korngrößenverteilung des Mahlprodukts
- Gleichmäßigkeitskoeffizient der Korngrößenverteilung des Mahlprodukts
- Kombination zwischen Förderrate und Lageparameter bzw. Gleichmäßigkeitskoeffizient des Mahlprodukts
- Kombination zwischen Mahlsplatt und Lageparameter bzw. Gleichmäßigkeitskoeffizient des Mahlprodukts

Folgende Modellansätze werden zur Berechnung der Förderrate bzw. des Mahldrucks gewählt:

$$f = \beta_1 * d + \beta_2 * n + \beta_3 * d * n + \beta_4 * d * p_m + \beta_5 * d * t + \beta_6 * n * p_m + \beta_7 * n * t + \beta_8 * d * n * p_m + \beta_9 * d * n * t + \beta_{10} * d * d + \beta_{11} * n * n + \beta_{12} * d * n * p_m * p_m + \beta_{13} * d * n * t * t + \beta_{14} * d * p_m * p_m + \beta_{15} * d * t * t + \beta_{16} * n * p_m * p_m + \beta_{17} * n * t * t \quad (5.1)$$

$$p_m = \gamma_1 * d + \gamma_2 * n + \gamma_3 * d * n + \gamma_4 * d * f + \gamma_5 * d * t + \gamma_6 * n * f + \gamma_7 * n * t + \gamma_8 * d * n * f + \gamma_9 * d * n * t + \gamma_{10} * d * d + \gamma_{11} * n * n + \gamma_{12} * d * n * f * f + \gamma_{13} * d * n * t * t + \gamma_{14} * d * f * f + \gamma_{15} * d * t * t + \gamma_{16} * n * f * f + \gamma_{17} * n * t * t \quad (5.2)$$

- f: Förderrate [g/min]  
d: Lageparameter (aus RRSB-Netz) [ $\mu\text{m}$ ]  
n: Gleichmäßigkeitskoeffizient (aus RRSB-Netz)  
 $p_m$ : Mahldruck [bar]  
t: Mahlsplatt [mm]  
 $\beta, \gamma$ : Regressionskoeffizienten

### 5.3.1.2 Ergebnis der Rechnungen für Modelle von einzelnen Substanzen

Für alle fünf vermahlenden Substanzen wird untersucht, ob eine Modellanpassung über die beschriebenen Rechenansätze möglich ist. In den Tabellen 5.6 und 5.7 sind die Korrelationskoeffizienten der berechneten Modelle und die Type II SS der einbezogenen Faktoren angegeben. Die Type II SS geben an, inwieweit sich die Summe der quadrierten Abweichungen zwischen den wahren Werten und den berechneten Werten verkleinert, wenn die einzelnen Faktoren im Modell berücksichtigt werden. Faktoren mit großem Type II SS kann ein großer Einfluss auf die Zielgröße des Modells zugeschrieben werden [69].

Kalk		Lactose		NaCl		Na-Asc		Ascscres	
$r^2 = 0,97$	Type II SS	$r^2 = 0,90$	Type II SS	$r^2 = 0,99$	Type II SS	$r^2 = 0,95$	Type II SS	$r^2 = 0,91$	Type II SS
d*n*t	3,27	n*p <sub>m</sub> *p <sub>m</sub>	17,77	n*t	26,11	n*t	97,30	n*t	71,59
d*n*t*t	1,54	d*n*p <sub>m</sub> *p <sub>m</sub>	12,40	n*t*t	22,37	d*t	31,05	n*t*t	64,61
d*d	1,51	d*n*p <sub>m</sub>	11,94	d*n*t	14,34	d*t*t	22,10	n	41,94
d*p <sub>m</sub>	1,37	d*p <sub>m</sub> *p <sub>m</sub>	10,76	d*n*t*t	11,29	d*n*t*t	11,36	d	35,62
d*t*t	1,32	d*p <sub>m</sub>	9,88	d*t	9,52	n*n	7,20	n*n	32,66
inter	1,28	n	9,28	d*t*t	6,58	inter	4,04	d*n	31,71
d*p <sub>m</sub> *p <sub>m</sub>	1,24	d*n*t	9,18	d*n	6,20			d*n*t	31,62
d*n*p <sub>m</sub>	1,12	n*t	8,77	d*p <sub>m</sub> *p <sub>m</sub>	2,50			inter	31,24
		d*n*t*t	8,47					d*d	24,46
		n*n	7,63					d*p <sub>m</sub>	20,93
								d*p <sub>m</sub> *p <sub>m</sub>	19,03

Tabelle 5.6: Charakteristische Größen der f-Modelle (Förderrate als Zielgröße). inter: Achsenabschnitt

Kalk		Lactose		NaCl		Na-Asc		Ascsre	
$r^2 =$	Type II								
0,88	SS	0,95	SS	0,99	SS	0,95	SS	0,97	SS
inter	17,22	d*n	20,26	n	4,74	n*t	13,08	n*t*t	8,07
d*n*f*f	2,75	d*f	17,40	inter	3,62	d*n*t	5,80	n*t	8,06
d*f*f	2,70	d*f*f	14,72	n*t	3,46	d*n*t*t	3,74	d*d	5,44
d*t*t	2,53	n	5,09	d*n	2,92	d	1,50	d*t	4,77
d*n*t*t	2,49	n*n	4,65	n*t*t	2,85	n*n	1,42	inter	3,41
d*n*t	2,43	n*f*f	4,46	d*n*t	1,63	d*d	1,40	d*t*t	3,19
d*t	2,27	n*t*t	4,24	d*n*t*t	1,25			d	2,73
n*t*t	1,66	d*n*t	3,56					d*f*f	1,66
		inter	3,06						
		d*n*t*t	2,95						

Tabelle 5.7: Charakteristische Größen der  $p$ -Modelle (Mahldruck als Zielgröße). inter: Achsenabschnitt

Wieviel Mahlgut pro Zeiteinheit in die Mahlkammer gefördert werden kann, ist bei den Substanzen Natriumchlorid, Natriumascorbat und Ascorbinsäure hauptsächlich von der Kombination zwischen Tauchrohrstellung und Lageparameter bzw. Gleichmäßigkeitskoeffizient abhängig. Andere Verhältnisse liegen bei Lactose vor. Die Kombination zwischen Mahldruck und Lageparameter bzw. Gleichmäßigkeitskoeffizient bestimmt bei dieser Substanz am stärksten, wie hoch die Förderrate eingestellt werden kann. Der Kalk nimmt eine Zwischenstellung ein. Alle Kombinationen zwischen Mahldruck bzw. Mahlpalt auf der einen Seite und Lageparameter bzw. Gleichmäßigkeitskoeffizient auf der anderen Seite beeinflussen die Höhe der Gutaufgabe pro Zeiteinheit ähnlich stark.

Wie hoch der Mahldruck eingestellt werden muss, wird auf ähnliche Weise von den übrigen Faktoren beeinflusst wie die Wahl der Förderrate. Den Einfluss, den der Mahldruck auf die Einstellung der Gutaufgabe pro Zeiteinheit hat, falls letztere Zielgröße der Rechnungen ist, hat umgekehrt die Förderrate auf den Mahldruck, falls dieser Zielgröße ist.

Insgesamt ergibt sich ein ähnliches Bild wie in der ersten Tabelle dargestellt. Bei NaCl, Natriumascorbat und Ascorbinsäure spielt die Tauchrohrstellung die wichtigste Rolle für die Wahl des Mahldrucks, während bei Kalk Tauchrohrstellung und Förderrate ungefähr gleich entscheidend sind, und bei Lactose die Förderrate die größte Bedeutung hat.

Die Regressionsparameter der einzelnen Modelle sind in den Tabellen 5.8 und 5.9 aufgelistet.

Regressionskoeffizient	Kalk	Lactose	NaCl	Na-Asc	Ascsre
intercept	-37,60181	49,39740	-18,73279	-28,78489	299,23190
d	-8,64965	13,21777	-13,29021	14,84097	-117,02930
n	-	-51,00084	-14,76242	23,51264	-347,94585
d*n	13,94181	-6,06260	12,65993	-9,25295	84,02434
d*p <sub>m</sub>	4,66752	-6,56212	3,95600	-5,06943	33,40878
d*t	-	-1,43355	3,36799	-0,98817	-
n*p <sub>m</sub>	12,18553	-	-	-5,67160	27,25761
n*t	-	0,61090	9,39784	5,51121	9,51653
d*d	-0,13260	-	-0,18752	-	2,07816
n*n	-9,15411	8,57187	-2,14825	-6,91731	55,80344
d*n*p <sub>m</sub>	-5,64455	3,46390	-1,61583	4,22723	-27,78590
d*n*t	0,13686	0,89075	-3,80039	-	-1,59199
d*n*p <sub>m</sub> *p <sub>m</sub>	0,49393	-0,41193	0,25734	-0,45850	3,44933
d*n*t*t	-0,05085	-0,09646	0,29914	-0,05002	0,07856
d*p <sub>m</sub> *p <sub>m</sub>	-0,40789	0,77367	-0,48041	0,66656	-4,05577
d*t*t	0,03756	0,15348	-0,25371	0,14016	0,05816
n*p <sub>m</sub> *p <sub>m</sub>	-1,02945	0,12323	-0,08867	-	-3,33737
n*t*t	0,05369	-	-0,75533	-	-0,69404

Tabelle 5.8: Regressionskoeffizienten der f-Modelle der einzelnen Substanzen. intercept: Achsenabschnitt

Regressionskoeffizient	Kalk	Lactose	NaCl	Na-Asc	Ascsre
intercept	4,70791	-30,57330	8,32319	32,34322	18,50777
d	-	-	2,10387	-7,73674	-6,23828
n	-	31,86174	9,92527	-19,82509	5,53587
d*n	-	-0,50434	-4,14965	3,01816	-0,83360
d*f	-1,34576	0,31559	-	1,25587	0,09038
d*t	1,37827	0,90482	-0,97693	-	0,47529
n*f	1,39481	-	-0,15379	1,63896	0,20774
n*t	2,20653	-	-2,99930	-2,36752	-2,67185
d*d	-	-	0,05871	0,17091	0,47506
n*n	-	-5,69875	-	4,87687	-
d*n*f	1,16303	-	0,08950	-0,98925	-
d*n*t	-1,69210	-0,61326	1,14817	0,31955	0,12440
d*n*f*f	-0,19889	-	-0,00435	0,06906	0,00953
d*n*t*t	0,20988	0,06178	-0,09157	-0,02394	-
d*f*f	0,21783	-0,03508	-	-0,08831	-0,01783
d*t*t	-0,17623	-0,08686	0,07558	-	-0,04560
n*f*f	-	0,01726	0,01593	-	-0,01061
n*t*t	-0,29510	-0,03324	0,24118	-	0,18836

*Tabelle 5.9: Regressionskoeffizienten der p-Modelle der einzelnen Substanzen. intercept: Achsenabschnitt*

Um die Modelle weiter zu vereinfachen, wird das Signifikanzniveau von 95% auf 99,9% erhöht. Dadurch fällt ein Teil der Einflussgrößen aus dem Modell heraus, weil ihr Einfluss auf die Zielgröße als nicht signifikant eingestuft wird. Die Reduktion der Einflussgrößen ist allerdings mit einer Verschlechterung des Korrelationskoeffizienten des Modells verbunden. In der folgenden Tabelle sind die Type II SS- Werte und die Regressionskoeffizienten der Modelle zusammengefasst, deren Anzahl an Einflussgrößen sich bei Erhöhung des Signifikanzniveaus verändert.

Einfluss- größe	Kalk $r^2 = 0,9698$		Natriumascorbat $r^2 = 0,9481$		NaCl $r^2 = 0,9964$		Ascorbinsäure $r^2 = 0,9090$	
	Type II SS	Reg.- Koeff.	Type II SS	Reg.- Koeff.	Type II SS	Reg.- Koeff.	Type II SS	Reg.- Koeff.
intercept	10,7561	-7,9058	46,8829	-11,102		4,69215	31,9285	302,392
d	-	-	68,4564	4,06058	8,86266	-18,742	39,6329	-122,55
n	-	-	-	-	42,5559	-29,676	44,1818	-356,34
d*n	-	-	21,5726	-1,7611	14,4654	14,6940	36,3110	88,9990
d*p <sub>m</sub>	9,10156	0,57472	-	-	3,55269	4,35453	25,1271	36,1378
d*t	-	-	36,4771	-0,9906	10,4321	3,43292	-	-
n*p <sub>m</sub>	6,32964	0,57871	36,3245	-1,2615	-	-	17,0752	31,9694
n*t	-	-	123,136	5,48008	29,0482	9,58504	77,3585	7,94288
d*d	7,09012	-0,0626	-	-	-	-	24,8159	2,09299
n*n	-	-	75,6415	-4,0503	-	-	33,6132	56,5776
d*n*p <sub>m</sub>	1,28147	1,28147	157,137	0,66110	2,48345	-1,7966	22,0187	-30,801
d*n*t	4,01170	0,12544	-	-	15,8607	-3,8786	27,4714	-1,2028
d*n*p <sub>m</sub> *p <sub>m</sub>	-	-	-	-	3,90398	0,27811	20,4001	3,73959
d*n*t*t	8,08903	-0,0196	13,9323	-0,0505	12,2058	0,30302	21,8302	0,09718
d*p <sub>m</sub> *p <sub>m</sub>	6,84397	-0,0396	-	-	3,85973	-0,5247	21,8071	-4,3114
d*t*t	-	-	26,0206	0,14022	7,00654	-0,2559	-	-
n*p <sub>m</sub> *p <sub>m</sub>	-	-	-	-	2,88450	-0,0912	16,2610	-3,8098
n*t*t	-	-	84,1067	-0,3522	24,4899	-0,7669	60,0616	-0,6122

*Tabelle 5.10: Type II SS-Werte und Regressionskoeffizienten der vereinfachten f-Modelle.  
intercept: Achsenabschnitt*

Einflussgröße	Kalk $r^2 = 0,8778$		Ascorbinsäure $r^2 = 0,9682$	
	Type II SS	Reg.-Koeff.	Type II SS	Reg.-Koeff.
intercept	17,01069	4,67666	27,65437	18,84171
d	-	-	39,96587	-7,05664
n	-	-	4,31931	4,01068
d*n	-	-	-	-
d*f	11,84590	-2,12858	2,08222	0,13963
d*t	13,48309	1,99165	5,90253	0,50719
n*f	-	-	0,51722	0,10328
n*t	14,46402	3,52619	16,87116	-2,25188
d*d	-	-	30,03313	0,48004
n*n	-	-	-	-
d*n*f	14,77329	2,08856	-	-
d*n*t	16,98518	-2,44889	-	-
d*n*f*f	8,46323	-0,26419	1,00997	0,00697
d*n*t*t	11,99304	0,29506	-	-
d*f*f	7,96012	0,28819	2,66510	-0,01870
d*t*t	10,87900	-0,24486	3,46670	-0,03675
n*f*f	-	-	-	-
n*t*t	9,81343	-0,44480	11,26021	0,16401

Tabelle 5.11: Type II SS-Werte und Regressionskoeffizienten der vereinfachten p-Modelle.  
intercept: Achsenabschnitt

Durch die Reduktion der Anzahl der Einflussgrößen verschiebt sich teilweise die Gewichtung der einzelnen Parameter. Bei Ascorbinsäure bestimmt der Einflussfaktor Lageparameter am stärksten die Zielgröße Mahldruck. Bei der Substanz Kalk kann weder im Modell mit der Förderrate als Zielgröße noch im Modell mit dem Mahldruck als Zielgröße ein eindeutiger Trend festgestellt werden.

### 5.3.2 Erstellung eines Gesamtmodells

Damit der Übergang von Modellen für einzelne Mahlgüter zu einem Gesamtmodell möglich wird, müssen bei den Rechnungen zusätzlich Materialkonstanten berücksichtigt werden. Auf diese Weise wird ein Zusammenhang zwischen Mahlguteigenschaften und Lage bzw. Verlauf der Einzelmodelle im mehrdimensionalen Raum hergestellt. Die Schar der Modelle für die Einzelsubstanzen soll im Gesamtmodell vereinigt werden.

#### 5.3.2.1 Ansatz für ein Gesamtmodell

Wie bei den Einzelmodellen wird auch bei dem Gesamtmodell die Gutaufgabe pro Zeiteinheit als Zielgröße des Modells gewählt. Bei gegebenem Mahldruck und gegebenem Mahlpalt soll die Förderrate für ein bekanntes bzw. in der Praxis angestrebtes Mahlergebnis vorhergesagt werden können. Zusätzlich müssen bestimmte das Mahlgut charakterisierende Stoffeigenschaften bekannt sein.

Zu Beginn der Rechnungen wird ein Satz von Einflussfaktoren auf die Zielgröße Förderrate definiert. Dazu muss abgeschätzt werden, welche Parameter bestimmen, wie hoch die Förderrate des Aufgabeguts gewählt werden muss, um ein definiertes Mahlergebnis zu erhalten.

Die Höhe der Gutaufgabe pro Zeiteinheit wird durch folgenden Parametersatz beeinflusst:

1. Lageparameter und Gleichmäßigkeitskoeffizient

Kleine Lageparameter und große Gleichmäßigkeitskoeffizienten, d.h. enge Verteilungen im unteren  $\mu$ -Bereich, werden bei geringen Förderraten erzielt. Umgekehrt entstehen gröbere und breiter verteilte Mahlprodukte bei größeren Förderraten.

2. Härte

Harte Mahlgüter erfordern geringe, weiche Mahlgüter erlauben hohe Förderraten.

3. E-Modul

Das E-Modul macht eine Aussage über die Verformbarkeit des Mahlguts. Ein hoher Wert steht für einen starken Spannungsanstieg im Partikel bei Belastung und damit

für sprödes Materialverhalten. Elastisches Materialverhalten ist durch niedrige E-Modul-Werte charakterisiert. Spröde Stoffe lassen sich leichter zerkleinern als elastische, weil die zum Bruch nötige Spannung schon bei geringer Verformung aufgebaut wird. D.h. sie können unter Verwendung größerer Gutaufgaben pro Zeiteinheit vermahlen werden.

#### 4. Dichte

In Stoffen geringer Dichte können sich Kristallgitterversetzungen und -verzerrungen schneller ausbreiten als in Stoffen hoher Dichte. Kristallfehler sind Bedingung für den Spannungsaufbau, der im Bruch endet. Folglich beschleunigt der schnellere Spannungsaufbau den Mahlprozess. Deshalb können bei Gütern mit geringer Dichte höhere Förderraten gewählt werden als bei Gütern mit großer Dichte.

#### 5. Produkt aus Lageparameter bzw. Gleichmäßigkeitskoeffizient und Druck

Wenn eine bestimmte Teilchengröße einerseits bei hohen und andererseits auch bei niedrigen Mahldrücken erzielt werden kann, hängt das damit zusammen, dass die Gutaufgabe pro Zeiteinheit variiert wird. Wird nur ein niedriger Mahldruck zur Erzielung eines Mahlprodukts hoher Feinheit angewandt, muss die Förderrate des Aufgabeguts sehr klein gewählt werden. Umgekehrt erlaubt der Einsatz hohen Mahldrucks auch eine große Gutaufgabe pro Zeiteinheit, um ein Mahlprodukt gleicher Feinheit zu erreichen.

#### 6. Produkt aus Lageparameter bzw. Gleichmäßigkeitskoeffizient und Mahlspace

Je enger der eingestellte Mahlspace ist, desto feiner und enger verteilt wird das Mahlprodukt. D.h. bei kleinem Mahlspace kann eine höhere Förderrate eingestellt werden, um ein eng verteiltes Mahlprodukt hoher Feinheit zu erhalten, als bei großem Mahlspace.

#### 7. zusätzliche Einflussfaktoren

Analog zu den Produkten von Lageparameter bzw. Gleichmäßigkeitskoeffizient und Mahldruck bzw. Mahlspace gehen auch die Kombinationen zwischen Lageparameter bzw. Gleichmäßigkeitskoeffizient und den anderen oben genannten Parametern ein. Ein kleiner Lageparameter bzw. ein großer Gleichmäßigkeitskoeffizient kann bei

hoher Härte oder bei stark elastischem Materialverhalten des Aufgabegutes nur durch Wahl einer kleinen Förderrate erreicht werden.

Um die Wirkung der gelisteten Parameter möglichst vollständig zu erfassen, werden die Faktoren auch quadratisch ins Modell einbezogen.

Folgendes Modell wird zur Berechnung der Förderrate gewählt:

$$\begin{aligned}
 f = & \beta_1 * e + \beta_2 * h + \beta_3 * w + \beta_4 * d + \beta_5 * n + \beta_6 * d * p_m + \beta_7 * d * t + \beta_8 * n * p_m + \beta_9 * n * t + \\
 & \beta_{10} * d * n * p_m * p_m + \beta_{11} * d * n * t * t + \beta_{12} * d * p_m * p_m + \beta_{13} * d * t * t + \beta_{14} * n * p_m * p_m + \beta_{15} * n * t * t + \\
 & \beta_{16} * e * e + \beta_{17} * h * h + \beta_{18} * w * w + \beta_{19} * d * d + \beta_{20} * n * n + \beta_{21} * d * n * p_m + \beta_{22} * d * n * t + \beta_{23} * e * d + \\
 & \beta_{24} * e * n + \beta_{25} * h * d + \beta_{26} * h * n + \beta_{27} * w * d + \beta_{28} * w * n
 \end{aligned}
 \tag{5.3}$$

- f: Förderrate [g/min]
- e: E-Modul [GPa]
- h: Härte [GPa]
- w: Dichte [g cm<sup>-3</sup>]
- d: Lageparameter (aus RRSB-Netz) [μm]
- n: Gleichmäßigkeitskoeffizient (aus RRSB-Netz)
- p<sub>m</sub>: Mahldruck [bar]
- t: Mahlspace [mm]
- β: Regressionskoeffizient

### 5.3.2.2 Ergebnis der Rechnungen für ein Gesamtmodell

Werden auf dem 95%-Niveau nicht signifikante Einflussgrößen bei den Berechnungen außer Acht gelassen, ergeben sich die in der folgenden Tabelle 5.12 aufgeführten Regressionskoeffizienten und Type II SS-Werte. Der Korrelationskoeffizient des berechneten Modells beträgt 0,8939.

Einflussgröße	Type II SS	Regressionskoeffizient
n*t	345,48537	1,42256
e*e	262,93957	-0,00662
e	158,85682	2,29067
n*t*t	149,90140	-0,08616
e*n	108,54940	-0,73046
h*n	98,15979	2,97427
n*n	89,46827	-6,49789
w*n	88,72315	30,28109
w	82,21034	-67,44810
h	75,93034	-5,31589
n*p <sub>m</sub>	62,77984	0,61711
d*p <sub>m</sub>	58,00988	1,43043
d*p <sub>m</sub> *p <sub>m</sub>	53,18156	-0,13984
d*d	43,20379	-0,18843
d*n*p <sub>m</sub> *p <sub>m</sub>	16,33671	0,04729
d*n*p <sub>m</sub>	14,77427	-0,41855
e*d	13,63904	-0,04166
d*n*t*t	8,58261	-0,00580
w*d	6,63504	1,42639
n	6,33397	-8,92335
intercept	4,19127	13,37291
d	4,09775	1,17898
d*t*t	3,94358	0,00428

*Tabelle 5.12: Type II SS-Werte und Regressionskoeffizienten des Gesamtmodells. intercept: Achsenabschnitt*

Es wird deutlich, dass die Wahl der Förderrate im Wesentlichen bestimmt wird durch das Elastizitätsmodul und die Kombination zwischen Gleichmäßigkeitskoeffizient und Tauchrohrstellung.

Um ein übersichtlicheres Modell zu erhalten, wird das Signifikanzniveau auf 99,9% verschärft und es werden Einflussgrößen mit geringen Regressionkoeffizienten nicht in die Berechnungen einbezogen. Sukzessive wird das Modell dadurch vereinfacht, wobei eine

Verschlechterung der Korrelation akzeptiert werden muss. In Tabelle 5.13 sind die Type II SS- Werte und die Regressionskoeffizienten der vereinfachten Gesamtmodelle aufgeführt.

Einflussgröße	Modell $r^2=0,8927$		Modell $r^2=0,8785$		Modell $r^2=0,8555$	
	Type II SS	Reg.- Koeff.	Type II SS	Reg.- Koeff.	Type II SS	Reg.- Koeff.
intercept	30,1346	19,26235	7,54848	-13,00625	12,43789	25,55774
e	244,72304	2,42015	271,02302	1,32436	-	-
h	69,77944	-4,58403	202,97649	27,23908	96,47846	85,20988
w	140,99104	-70,1819	153,17294	-37,54126	41,11739	-112,1691
n	40,76287	-12,93232	143,31866	-16,72992	186,03762	-16,96335
d*p <sub>m</sub>	58,57063	1,38822	138,77804	0,63294	-	-
n*p <sub>m</sub>	57,27441	0,58266	393,45704	0,75975	2463,4596	0,91599
n*t	359,95381	1,33792	1558,8319	0,39114	1339,4930	0,34333
h*h	-	-	-	-	95,85803	-30,66369
w*w	-	-	-	-	40,98324	35,85088
d*n*p <sub>m</sub> *p <sub>m</sub>	16,50783	0,0466	-	-	-	-
d*p <sub>m</sub> *p <sub>m</sub>	53,87519	-0,13724	118,14069	-0,0584	-	-
n*t*t	184,34844	-0,09202	-	-	-	-
e*e	469,03251	-0,00725	-	-	-	-
d*d	30,42075	-0,14399	59,93627	-0,10964	399,44041	-0,2265
n*n	78,69884	-5,85512	217,67919	-3,83286	87,25765	-1,94142
d*n*p <sub>m</sub>	14,00072	-0,39467	-	-	-	-
e*d	39,77999	-0,05446	31,66686	-0,02602	-	-
e*n	172,09516	-0,76869	260,38723	-0,5417	-	-
h*n	109,39745	2,86024	106,86503	2,54542	38,63444	1,17636
w*d	29,96491	1,97408	48,80208	1,28524	535,11265	1,93908
w*n	171,41513	31,72346	407,63993	23,81508	298,36622	8,33989

Tabelle 5.13: Type II SS-Werte und Regressionskoeffizienten der vereinfachten Gesamtmodelle. intercept: Achsenabschnitt

Bei der Reduktion der Einflussgrößen verschiebt sich die Gewichtung der Parameter. Wird ein Modell mit einem möglichst hohen Korrelationskoeffizienten gewählt, sind das

Elastizitätsmodul und die Kombination zwischen Gleichmäßigkeitskoeffizient und Mahlpalt die bedeutsamsten Parameter im Modell.

In Modellen mit schlechteren Korrelationen wird den Kombinationen zwischen Tauchrohrstellung und Druck bzw. Mahlpalt und den Kombinationen zwischen Dichte und Lageparameter bzw. Gleichmäßigkeitskoeffizient der größte Einfluss auf die Zielgröße Förderrate zugesprochen.

Eine weitere Methode, die Zahl der Einflussgrößen zu reduzieren, besteht in der Durchführung einer Dimensionsanalyse. Auf diesen Weg wird im folgenden Kapitel 5.3.3 eingegangen.

### 5.3.3 Dimensionsanalyse

Die Dimensionsanalyse dient dazu, den Zerkleinerungsprozess mit möglichst wenigen Parametern zu beschreiben. Die Einflussgrößen werden zu wenigen dimensionslosen Gruppen zusammengefasst [16, 71, 72].

#### 5.3.3.1 Festlegung dimensionsloser Gruppen

Im ersten Schritt werden die Einflussgrößen auf die Zielgröße Gutaufgabe pro Zeiteinheit festgelegt. Die Einstellung der Förderrate hängt ab von der gewünschten Produktfeinheit – charakterisiert über den Lageparameter und den Gleichmäßigkeitskoeffizient -, den Materialeigenschaften E-Modul, Härte und Dichte des Mahlguts und von dem eingestellten Mahldruck und Mahlpalt. Mathematisch ausgedrückt bedeutet dies:

$$f = Fkt(d, n, e, h, w, p_m, t) \quad (5.4)$$

f:	Gutaufgabe pro Zeiteinheit [g/min]
d:	Lageparameter (aus RRSB-Netz) [ $\mu\text{m}$ ]
n:	Gleichmäßigkeitskoeffizient (aus RRSB-Netz)
$p_m$ :	Mahldruck [bar]
t:	Mahlpalt [mm]
e:	E-Modul des Mahlguts [GPa]
h:	Härte des Mahlguts [GPa]
w:	Dichte des Mahlguts [ $\text{g}/\text{cm}^3$ ]

Im zweiten Schritt werden die Basisgrößen festgelegt, mit denen die Dimensionen der auftretenden Größen als Potenzprodukt ausgedrückt werden können. Folgende in Tabelle 5.14 aufgeführte Basisgrößen werden benötigt:

Basisgröße	Masse	Länge	Zeit
Abkürzung	M	L	Z

Tabelle 5.14: Basisgrößen

Im dritten Schritt werden die Einflussgrößen mit den Basisgrößen ausgedrückt. Abbildung 5.8 gibt die in das Modell einbezogenen Parameter wider, wobei mit den geschweiften Klammern die Maßzahlen und mit den eckigen Klammern die Dimensionen bezeichnet sind:

$$\begin{aligned}
 f &= \{f\} * [M^1 Z^{-1} L^0] \\
 d &= \{d\} * [M^0 Z^0 L^1] \\
 n &= \{n\} * [M^0 Z^0 L^0] \\
 e &= \{e\} * [M^1 Z^{-2} L^{-1}] \\
 h &= \{h\} * [M^1 Z^{-2} L^{-1}] \\
 w &= \{w\} * [M^1 Z^0 L^{-3}] \\
 p_m &= \{p_m\} * [M^1 Z^{-2} L^{-1}] \\
 t &= \{t\} * [M^0 Z^0 L^1]
 \end{aligned}$$

Abb. 5.8: Darstellung der Einflussgrößen mit Hilfe der Basisgrößen

Der Übersichtlichkeit halber wird eine „Koeffizientenmatrix“ aufgestellt, in der die Potenzen der Basisgrößen für die einzelnen Parameter tabellarisch in Tabelle 5.15 zusammengefasst sind. Die Größe „Gleichmäßigkeitskoeffizient“ wird weggelassen, weil sie von vornherein dimensionslos ist.

	f	d	e	h	p <sub>m</sub>	t	w
M	1	<b>0</b>	<b>1</b>	1	1	0	<b>1</b>
L	0	<b>1</b>	<b>-1</b>	-1	-1	1	<b>-3</b>
Z	-1	<b>0</b>	<b>-2</b>	-2	-2	0	<b>0</b>

Tabelle 5.15: Koeffizientenmatrix

Im vierten Schritt wird in der Koeffizientenmatrix eine 3x3-Matrix gesucht, deren Determinante ungleich null ist. Im vorliegenden Fall ist dies die Matrix der Größen Lageparameter, E-Modul und Dichte.

Bestimmung der Unterdeterminante:

$$\begin{vmatrix} 0 & 1 & 1 \\ 1 & -1 & -3 \\ 0 & -2 & 0 \end{vmatrix} = -2$$

Im fünften Schritt werden die nicht in der 3x3-Matrix enthaltenen Parameter als Potenzprodukt der Größen d-Wert, E-Modul und Dichte, die die 3x3-Matrix bilden, dargestellt. Es ergibt sich folgende in Abbildung 5.9 zusammengefasste Aufstellung:

$$\begin{aligned} f &= d^{x_1} * e^{x_2} * w^{x_3} \rightarrow M^1 L^0 Z^{-1} = (M^0 L^1 Z^0)^{x_1} * (M^1 L^{-1} Z^{-2})^{x_2} * (M^1 L^{-3} Z^0)^{x_3} \\ h &= d^{x_4} * e^{x_5} * w^{x_6} \rightarrow M^1 L^{-1} Z^{-2} = (M^0 L^1 Z^0)^{x_4} * (M^1 L^{-1} Z^{-2})^{x_5} * (M^1 L^{-3} Z^0)^{x_6} \\ p_m &= d^{x_7} * e^{x_8} * w^{x_9} \rightarrow M^1 L^{-1} Z^{-2} = (M^0 L^1 Z^0)^{x_7} * (M^1 L^{-1} Z^{-2})^{x_8} * (M^1 L^{-3} Z^0)^{x_9} \\ t &= d^{x_{10}} * e^{x_{11}} * w^{x_{12}} \rightarrow M^0 L^1 Z^0 = (M^0 L^1 Z^0)^{x_{10}} * (M^1 L^{-1} Z^{-2})^{x_{11}} * (M^1 L^{-3} Z^0)^{x_{12}} \end{aligned}$$

Abb. 5.9: Darstellung der Parameter  $f$ ,  $h$ ,  $p_m$  und  $t$  als Potenzprodukt der Größen  $d$ ,  $e$  und  $w$

Damit aus jeder Gleichung eine dimensionslose Gruppe entsteht, muss die Summe der Exponenten jeder Basisgröße gerade den Wert null ergeben. D.h. im sechsten Schritt der Dimensionsanalyse wird aus jeder der oben angegebenen Gleichungen ein Gleichungssystem mit drei Unbekannten gebildet und dieses aufgelöst.

für  $f$  gilt:

$$\begin{array}{ll} M : 1 = x_2 + x_3 & x_1 = 2 \\ L : 0 = x_1 - x_2 - 3 * x_3 & \rightarrow x_2 = 0,5 \\ Z : -1 = -2 * x_2 & x_3 = 0,5 \end{array}$$

für  $h$  gilt:

$$\begin{array}{ll} M : 1 = x_5 + x_6 & x_4 = 0 \\ L : -1 = x_4 - x_5 - 3 * x_6 & \rightarrow x_5 = 1 \\ Z : -2 = -2 * x_5 & x_6 = 0 \end{array}$$

für  $p_m$  gilt:

$$\begin{array}{lll} M : 1 = x_8 + x_9 & & x_7 = 0 \\ L : -1 = x_7 - x_8 - 3 * x_9 & \rightarrow & x_8 = 1 \\ Z : -2 = -2 * x_8 & & x_9 = 0 \end{array}$$

für  $t$  gilt:

$$\begin{array}{lll} M : 0 = x_{11} + x_{12} & & x_{10} = 1 \\ L : 1 = x_{10} - x_{11} - 3 * x_{12} & \rightarrow & x_{11} = 0 \\ Z : 0 = -2 * x_{11} & & x_{12} = 0 \end{array}$$

Im letzten Schritt werden die Lösungen der Gleichungssysteme in die Gleichungen der Abbildung 5.9 eingesetzt. Beim Dividieren der linken Gleichungsseite durch die rechte Gleichungsseite entsteht jeweils eine dimensionslose Gruppe. Diese sind in Abbildung 5.10 aufgeführt.

$$\begin{array}{c} \pi_1 = \frac{f}{d^2 \sqrt{e} \sqrt{w}} \\ \pi_2 = \frac{h}{e} \\ \pi_3 = \frac{p_m}{e} \\ \pi_4 = \frac{t}{d} \\ \pi_5 = n \end{array}$$

Abb. 5.10: Übersicht über die dimensionslosen Gruppen

### 5.3.3.2 Modellanpassung an die dimensionslosen Gruppen

Wenn alle wesentlichen physikalischen Kenngrößen berücksichtigt wurden, sollte es möglich sein mit Hilfe der in Abbildung 5.10 angegebenen dimensionslosen Gruppen den Mahlprozess zu beschreiben. Mit den Kenngrößen und den Mahlergebnissen aus den Mahlversuchen werden die dimensionslosen Gruppen zu jedem Mahlversuch berechnet. An diesen so gewonnenen Datensatz wird eine Funktion angepasst. Mathematisch ausgedrückt bedeutet dies:

$$\pi_1 = Fkt(\pi_2, \pi_3, \pi_4, \pi_5) \quad (5.5)$$

$\pi_1, \pi_2, \pi_3, \pi_4, \pi_5$ : dimensionslose Gruppen

Rechnungen mit diesem Modellansatz liefern nur sehr unbefriedigende Korrelationen. Deshalb werden im Folgenden auch Wechselwirkungen zwischen den dimensionslosen Gruppen berücksichtigt. D.h. es werden auch die Produkte der dimensionslosen Gruppen einbezogen. Außerdem gehen die dimensionslosen Gruppen nicht nur linear, sondern auch quadratisch in die Rechnungen ein. Mathematisch ausgedrückt bedeutet dies:

$$\pi_1 = Fkt(\pi_2, \pi_3, \pi_4, \pi_5, \pi_2 * \pi_2, \pi_3 * \pi_3, \pi_4 * \pi_4, \pi_5 * \pi_5, \pi_2 * \pi_3, \pi_2 * \pi_4, \pi_2 * \pi_5, \pi_3 * \pi_4, \pi_3 * \pi_5, \pi_4 * \pi_5) \quad (5.6)$$

$\pi_1, \pi_2, \pi_3, \pi_4, \pi_5$ : dimensionslose Gruppen

Die Modellanpassung an die dimensionslosen Gruppen ist mit einem Korrelationskoeffizienten von 0,87 möglich. Sie liefert das in Tabelle 5.16 zusammengefasste Ergebnis.

Einflussgröße	Type II SS	Regressionskoeffizient
$\pi_3$	64,75321	315025
intercept	48,28382	-3,15930
$\pi_2 * \pi_2$	43,10031	-1056,43362
$\pi_2$	29,70398	68,56671
$\pi_2 * \pi_3$	12,75580	-2414868
$\pi_3 * \pi_5$	11,41423	-66911
$\pi_3 * \pi_4$	5,03765	24,81666
$\pi_4$	4,70817	0,00050228
$\pi_2 * \pi_5$	2,69320	10,52851
$\pi_5$	2,62432	0,00050228
$\pi_4 * \pi_5$	1,86061	-0,00014597
$\pi_2 * \pi_4$	0,80725	-0,00332

Tabelle 5.16: Regressionskoeffizienten und Type II SS der Einflussgrößen im Modell mit dimensionslosen Gruppen. intercept: Achsenabschnitt

---

Die dimensionslose Gruppe  $\pi_1$  wird als Zielgröße im Modell gewählt, um eine Analogie zu den übrigen berechneten Modellen herzustellen. Nur in diese dimensionslose Gruppe geht die Förderrate ein.

Die Zielgröße  $\pi_1$  wird am stärksten beeinflusst von den Parametern  $\pi_2$  und  $\pi_3$ . Das bedeutet, dass die Höhe der Förderrate am stärksten von dem Elastizitätsmodul und der Härte der untersuchten Substanz und vom eingestellten Mahldruck abhängt.

## **6. Diskussion der Ergebnisse**

### **6.1 Abschätzung der Zerkleinerungsleistung – grundsätzliche Trends**

Sowohl aus den Mahlkammerdrücken während der Mahlversuche als auch aus den Korngrößenanalysen der Mahlprodukte lassen sich die gleichen Schlussfolgerungen ziehen. Die höchste Zerkleinerungsleistung wird erbracht bei

- geringer Gutaufgabe pro Zeiteinheit,
- hohem Mahldruck,
- breitem Mahlpalt,
- weichem,
- sprödem Mahlgut
- geringer Stoffdichte.

Gute Zerkleinerungsleistung stellt sich genau dann ein, wenn viel Energie zur Beschleunigung und damit zur Zerkleinerung der Mahlgutpartikel angeboten wird und gleichzeitig dieser Energieeintrag auch mit hohem Wirkungsgrad umgesetzt werden kann.

Der Mahldruck liefert die kinetische Energie, die auf die Partikel in der Mahlkammer übertragen werden kann. Der mit einer Förderrate eingetragene Gutstrom verzehrt Energie. Ist der Mahldruck groß und der Gutstrom klein, wird folglich viel kinetische Energie pro Gramm Mahlgut eingebracht. Der Druck in der Mahlkammer ist dann sehr hoch und das erzeugte Mahlprodukt wird sehr fein.

Durch Einstellung eines breiten Mahlpaltes wird gewährleistet, dass das Mahlgut möglichst lange in der Mahlkammer verweilt und beansprucht werden kann. Die eingebrachte Energie kann sehr effektiv genutzt werden. Unter diesen Bedingungen wird ein relativ geringer Druck in der Mahlkammer gemessen; die Zerkleinerungsleistung ist dennoch sehr hoch, weil wenig Energie verloren geht.

Weiches und sprödes Material geringer Dichte kann sehr leicht zerkleinert werden, weil die zum Bruch nötige Spannung schon bei geringer Verformung aufgebaut wird. Geringe Stoffdichte wirkt sich günstig auf die Zerkleinerungsleistung aus, weil sich in Stoffen mit niedrigem spezifischem Gewicht Longitudinal- und Transversalwellen sehr schnell ausbreiten können [13]. Dadurch werden der Spannungsaufbau in den Partikeln und damit auch die Bruchausbildung beschleunigt. Die Energie kann mit hohem Wirkungsgrad eingesetzt

werden. In der Folge ist der Kammerdruck gering und das gewonnene Mahlprodukt sehr fein. D.h. eine sehr gute Zerkleinerungsleistung kann beobachtet werden.

## 6.2 Bewertung der Modellrechnungen

Um die Aussagekraft der Modellrechnungen beurteilen zu können, müssen die aufgestellten Modelle von zwei Seiten her betrachtet werden.

Zum einen kann die Qualität eines Modells mit Hilfe des Korrelationskoeffizienten abgeschätzt werden. Dieser ist ein Maß für die Übereinstimmung von experimentellen Daten und gewähltem Modell und macht eine Aussage darüber, wie viel Prozent der Messwerte durch das Modell vorhergesagt werden können. Der Korrelationskoeffizient ist definiert als Quotient aus der Summe der quadrierten Abweichungen zwischen den Schätzwerten und dem Modellschwerpunkt und der Summe der quadrierten Abweichungen zwischen den tatsächlichen Messwerten und dem Modellschwerpunkt. Er kann maximal den Wert eins annehmen. Je näher der Korrelationskoeffizient an dem Wert eins liegt, desto aussagekräftiger ist das Modell [70, 73].

$$r^2 = \frac{\sum_i (\hat{y}_i - \bar{y})^2}{\sum_i (y_i - \bar{y})^2} \approx 1 \quad (6.1)$$

- $r^2$ : Korrelationskoeffizient
- $\hat{y}$ : Schätzwerte der Zielgröße
- $y$ : tatsächlich eingestellte Werte der Zielgröße
- $\bar{y}$ : Schwerpunkt des Modells; Datenmittelpunkt

Zum anderen können Modelle auch beurteilt werden, indem innerhalb des untersuchten Arbeitsbereichs Mahlungen zur Überprüfung des Modells durchgeführt werden. Dazu werden die Ergebnisse aus diesen einzelnen Mahlversuchen nicht in die Berechnungen einbezogen. Mit Hilfe der berechneten Regressionskoeffizienten können die Mahlbedingungen zu diesen Mahlversuchen abgeschätzt werden und den tatsächlich gewählten Mühleneinstellungen gegenübergestellt werden. Je besser die berechneten Mahldrücke bzw. Gutaufgaben pro Zeiteinheit den tatsächlich im Versuch gemachten Vorgaben entsprechen, desto aussagekräftiger ist das betrachtete Modell.

### 6.2.1 Bewertung der Modelle für einzelne Mahlgüter

Vergleicht man beide Modellansätze, einmal mit der Förderrate und einmal mit dem Mahldruck als Zielgröße, miteinander, wird offensichtlich, dass beide Rechnungen gute Ergebnisse liefern. Die Korrelationskoeffizienten liegen zum Teil sehr nahe an 1; das Modell mit der schlechtesten Korrelation erlaubt immerhin noch eine Vorhersage von 88% der Messwerte. Die Verminderung der Anzahl an Einflussgrößen ist immer verbunden mit einer geringfügigen Verschlechterung des Korrelationskoeffizienten. In der folgenden Tabelle 6.1 sind die Korrelationskoeffizienten aller berechneten Modelle für einzelne Mahlgüter als Übersicht zusammengestellt.

Substanz	f-Modell Signifikanz- niveau $\geq 0,95$	f-Modell Signifikanz- niveau $\geq 0,99$	p-Modell Signifikanz- niveau $\geq 0,95$	p-Modell Signifikanz- niveau $\geq 0,99$
Lactose	-	0,8966	-	0,9516
NaCl	0,9947	0,9946	-	0,9899
Na-Ascorbat	0,9521	0,9481	-	0,9514
Ascorbinsäure	0,9115	0,9090	0,9694	0,9682
Kalk	0,9748	0,9698	0,8825	0,8778

*Tabelle 6.1: Korrelationskoeffizienten der Modelle für einzelne Mahlgüter.  
f-Modell: Modell mit Förderrate als Zielgröße; p-Modell: Modell mit Mahldruck als Zielgröße*

Die Substanz Natriumchlorid fällt besonders aus dem Rahmen. Hier ist eine Modellanpassung am besten möglich. Bei Kalk kann besser die Förderrate, bei Lactose und Ascorbinsäure besser der Mahldruck berechnet werden.

Die Erwartungen bezüglich der Berechenbarkeit von Mahlbedingungen für Probemahlungen, die sich aus Betrachtungen der verschiedenen Korrelationskoeffizienten ergeben, entsprechen nicht den tatsächlich gewonnenen Messwerten. Wie die folgende Tabelle 6.2 zeigt, sind gute Vorhersagen bei allen untersuchten Substanzen sowohl für Mahldrücke als auch für Förderraten möglich. Da der Datensatz für Kalk kleiner ist als der für die übrigen Mahlgüter, wird er komplett für die Modellberechnungen verwendet. Daher fehlt bei dieser Substanz die Möglichkeit, die Qualität des Modells durch Vergleich von berechneten und tatsächlichen Mahlbedingungen zu ermitteln.

Substanz	Tatsächliche f [g/min]	Berechnete f [g/min]	Tatsächlicher Mahldruck [bar]	Berechneter Mahldruck [bar]
Lactose	2,0	2,2	3,0	2,9
Lactose	3,4	3,4	4,5	4,7
NaCl	3,8	3,8	4,5	4,4
NaCl	7,4	7,6	5,5	5,4
Na-Asc	7,0	7,3	5,0	4,8
Na-Asc	10,1	9,8	4,5	4,5
Ascsre	4,3	4,6	3,5	3,4
Ascsre	9,9	9,8	4,5	4,5

*Tabelle 6.2: Vorhersage von Mahleinstellungen für Probemahlungen, berechnet nach dem f- bzw p-Modell und Vergleich mit den tatsächlichen Mahleinstellungen. f: Förderrate*

Die Differenzen zwischen den berechneten und den tatsächlichen Förderraten relativieren sich noch mehr, wenn berücksichtigt wird, dass die Gutaufgabe an sich auch Schwankungen unterworfen ist. Es ist apparativ gar nicht möglich, mit einer Förderschnecke völlig konstant Mahlgut in die Mahlkammer zu fördern.

In der folgenden Tabelle 6.3 sind die einzelnen eingestellten Förderraten mit ihren Standardabweichungen dargestellt.

NaCl	Lactose	Na-Ascorbat	Ascorbinsäure
10,1 +/- 0,33 g/min	5,5 +/- 0,39 g/min	10,1 +/- 0,41 g/min	9,9 +/- 0,22 g/min
7,4 +/- 0,30 g/min	3,4 +/- 0,42 g/min	8,0 +/- 0,22 g/min	6,5 +/- 0,24 g/min
3,8 +/- 0,15 g/min	2,0 +/- 0,34 g/min	7,0 +/- 0,20 g/min	4,3 +/- 0,19 g/min
		5,0 +/- 0,29 g/min	

*Tabelle 6.3: Förderraten mit Standardabweichungen.*

Kleine Schwankungen sind auch beim eingestellten Mahldruck zu erwarten. Der Kompressor, der für den Aufbau des Druckes in der Druckluftleitung verantwortlich ist, arbeitet innerhalb eines zwar geringen, aber doch vorhandenen Toleranzspielraums. Erst wenn der Druck in der Leitung unter einen definierten Wert absinkt, schaltet sich der Kompressor ein. Bei dieser Arbeitsweise des Kompressors sind kleine Schwankungen bei der Mahldruckeinstellung nicht vermeidbar. Dies macht sich im höheren Druckbereich etwas stärker bemerkbar als im unteren.

## 6.2.2 Bewertung des Gesamtmodells

Verglichen mit den Modellen für einzelne Mahlgüter liefern alle Gesamtmodelle nur befriedigende Ergebnisse. Ein Korrelationskoeffizient sehr nahe bei  $r^2 = 1$  kann nicht erzielt werden. Es können maximal 89,39 % der Förderraten durch das Gesamtmodell vorhergesagt werden. Mit 22 einbezogenen Einflussgrößen ist dieses Gesamtmodell jedoch sehr komplex. Wird diese Anzahl um weniger signifikante Größen reduziert, verschlechtert sich der Korrelationskoeffizient des Gesamtmodells auf bis zu  $r^2 = 0,8555$ .

In der folgenden Tabelle 6.4 werden über die Gesamtmodelle berechnete und tatsächlich eingestellte Förderraten gegenübergestellt.

	Tatsächliche Förderrate	Berechnete Förderrate			
		Modell mit $r^2 = 0,8939$	Modell mit $r^2 = 0,8927$	Modell mit $r^2 = 0,8785$	Modell mit $r^2 = 0,8555$
Mahlgut					
Lactose	2,0	1,3	1,2	1,0	1,5
Lactose	3,4	3,1	3,1	3,4	2,8
Ascorbinsäure	4,3	4,0	3,8	4,0	4,3
Ascorbinsäure	9,9	8,3	8,3	7,8	7,6
Na-Ascorbat	7,0	7,2	7,3	6,9	7,1
Na-Ascorbat	10,1	9,1	9,2	9,3	9,1
NaCl	3,8	3,9	3,9	3,7	3,6
NaCl	7,4	7,7	7,7	7,3	7,1

*Tabelle 6.4: Vorhersage von Mahleinstellungen für Probemahlungen, berechnet nach den Gesamtmodellen und Vergleich mit den tatsächlichen Mahleinstellungen. Alle Angaben in [g/min].*

Mit den berechneten Modellen ist es möglich, die eingestellten Förderraten näherungsweise vorherzusagen. Die Mahleinstellung von Natriumchlorid kann befriedigend abgeschätzt werden. Von den anderen drei Mahlgütern ist nur jeweils eine eingestellte Gutaufgabe pro Zeiteinheit in der Genauigkeit vorausberechenbar, mit der die Förderrate eingestellt werden kann. Das Ausmaß des experimentell auftretenden Fehlers bei der Einstellung der Förderrate ist in Tabelle 6.3 in Kapitel 6.2.1 aufgeführt. Während es möglich ist, mit Hilfe der Modelle für einzelne Mahlgüter die eingestellten Förderraten in der gleichen Genauigkeit

vorherzusagen, mit der die Dosiereinheit der Mühle arbeitet, liefern Abschätzungen über die Gesamtmodelle eine geringere Genauigkeit.

Um die Güte der verschiedenen Modelle vergleichen zu können, wird für jedes Modell die Summe der quadrierten Abweichungen zwischen tatsächlichen Förderraten und berechneten Förderraten gebildet. Das Modell, dessen Summe der Abweichungsquadrate minimal ist, eignet sich am besten zur Vorhersage von Mahlbedingungen. Die Abweichungsquadrate sind in der folgenden Tabelle 6.5 zusammengefasst.

	Mahlgut	f(tat) [g/min]	(f(tat)-f(ber)) <sup>2</sup> [(g/min) <sup>2</sup> ]			
			Modell mit r <sup>2</sup> =0,8939	Modell mit r <sup>2</sup> =0,8927	Modell mit r <sup>2</sup> =0,8785	Modell mit r <sup>2</sup> =0,8555
	Na-Ascorbat	7,0	0,04	0,09	0,01	0,01
	Na-Ascorbat	10,1	1,00	0,81	0,64	1,00
	Ascorbinsäure	4,3	0,09	0,25	0,09	0,00
	Ascorbinsäure	9,9	2,56	2,56	4,41	5,29
	Lactose	2,0	0,49	0,64	1,00	0,25
	Lactose	3,4	0,09	0,09	0,00	0,36
	NaCl	3,8	0,01	0,01	0,01	0,04
	NaCl	7,4	0,09	0,09	0,01	0,09
	$\sum(f(tat)-f(ber))^2$ [(g/min) <sup>2</sup> ]		4,37	4,54	6,17	7,04

*Tabelle 6.5: Vergleich der Summen der quadrierten Abweichungen zwischen berechneten und tatsächlichen Förderraten von Probemahlungen bei verschiedenen Modellen. f (tat): tatsächliche Förderrate, f (ber): berechnete Förderrate*

Die Verminderung der Anzahl an Einflussgrößen ist nicht nur verbunden mit einer Verschlechterung des Korrelationskoeffizienten. Sie führt auch zu einer Zunahme der Summe der quadrierten Abweichungen zwischen berechneten und tatsächlichen Förderraten. Denn unter diesen Bedingungen wird die Vorhersage von Mahleinstellungen ungenauer.

In der Folge bedeutet dies, dass die Zahl der in das Gesamtmodell einbezogenen Einflussgrößen nicht reduziert werden kann. Alle Parameter, deren Einfluss auf die Zielgröße auf einem Niveau von 95% signifikant ist, müssen in den Modellrechnungen berücksichtigt werden.

Am Ende von Kapitel 5.3.2 wird darauf verwiesen, dass die Verminderung der Anzahl an Einflussgrößen zu einer Verschiebung der Gewichtung der einzelnen Parameter führt. Bei den

Modellen mit schlechteren Korrelationskoeffizienten sind nicht mehr das Elastizitätsmodul und die Wechselwirkung zwischen Gleichmäßigkeitskoeffizient und Mahlpalt die bedeutsamsten Parameter im Modell. Vielmehr werden die Wechselwirkungen zwischen Tauchrohrstellung und Druck bzw. Mahlpalt und die Wechselwirkungen zwischen Dichte und Lageparameter bzw. Gleichmäßigkeitskoeffizient die entscheidenden Einflussfaktoren auf die Zielgröße „Förderrate“. Es ist schwer zu beurteilen, welches Modell den Zusammenhang zwischen Mahleinstellungen und den charakteristischen Parametern der Mahlprodukte physikalisch richtig beschreibt. Da jedoch der Korrelationskoeffizient des „ungekürzten Ursprungsmodells“ näher an dem Wert 1 liegt als der der „reduzierten Modelle“, wird statistisch gesehen die Aussage des ersteren Modells korrekter eingestuft werden müssen.

### **6.2.3 Bewertung des Modells mit dimensionslosen Gruppen**

Werden die Einflussfaktoren in dimensionslosen Gruppen zusammengefasst und an diese ein Modell angepasst, ergibt sich ein vergleichbares Ergebnis wie bei Aufstellung eines Gesamtmodells, in das die einzelnen Parameter direkt eingehen. Der Korrelationskoeffizient des Modells mit dimensionslosen Gruppen liegt bei  $r^2 = 0,8711$ . Der des in Kapitel 5.3.2 beschriebenen besten Gesamtmodells ist um 2 % besser und beträgt  $r^2 = 0,8939$ .

Der Vorteil des Modells mit dimensionslosen Gruppen besteht jedoch darin, dass es übersichtlicher ist. Denn durch die Komprimierung der Einflussgrößen zu dimensionslosen Gruppen müssen weniger Parameter im Modell berücksichtigt werden.

Vergleicht man wie in den vorangegangenen Kapiteln 6.2.1 und 6.2.2 die mit Hilfe des Modells vorhergesagten Mahleinstellungen mit den tatsächlich in den Versuchen gewählten Werten, fällt auf, dass die besten Vorhersagen für die Substanz Natriumchlorid getroffen werden können. Die Abschätzung der niedrigen Förderrate von Lactose ist nahezu unmöglich. Bei den Mahlgütern Natriumascorbat und Ascorbinsäure ist jeweils die Vorhersage der niedrigeren Gutaufgabe genauer möglich als die der höheren Gutaufgabe. In Tabelle 6.6 sind die tatsächlichen Förderraten den Ergebnissen der Modellrechnung mit dimensionslosen Gruppen gegenübergestellt.

Substanz	f(tat) [g/min]	f(ber) [g/min]	(f(tat)-f(ber)) <sup>2</sup> [(g/min) <sup>2</sup> ]
Na-Ascorbat	7,0	6,8	0,05
Na-Ascorbat	10,1	9,3	0,58
Ascorbinsäure	4,3	4,2	0,01
Ascorbinsäure	9,9	8,2	2,96
Lactose	2,0	0,5	2,31
Lactose	3,4	3,5	0,02
NaCl	3,8	3,5	0,06
NaCl	7,4	7,1	0,09

Tabelle 6.6: Vergleich tatsächlicher und berechneter Förderraten.  $f(\text{tat})$ : tatsächliche Förderrate,  $f(\text{ber})$ : berechnete Förderrate

Werden die Abweichungsquadrate zwischen den tatsächlichen und den vorhergesagten Förderraten aufaddiert, ergibt sich eine Summe von  $6,07 \text{ (g/min)}^2$ .

Offensichtlich leisten die Abweichungsquadrate der höheren Förderrate der Ascorbinsäure und der niedrigeren Förderrate der Lactose den Hauptbeitrag an der Gesamtsumme der Abweichungsquadrate. An diesen beiden Stellen liefert das Modell mit dimensionslosen Gruppen nur unbefriedigende Vorhersagen.

#### 6.2.4 Vergleichende Bewertung der Gesamtmodelle und des Modells mit dimensionslosen Gruppen

Das Modell mit 22 einbezogenen Einflussgrößen weist den besten Korrelationskoeffizienten von  $r^2 = 0,8939$  auf und erlaubt die genauesten Vorhersagen der eingestellten Förderraten. Bei der Reduktion der Anzahl an Einflussgrößen auf 15 anstelle von 22 kann ein Modell mit einem Korrelationskoeffizienten von  $r^2 = 0,8785$  erreicht werden. Dieses Modell bietet sich zum Vergleich mit dem Modell mit dimensionslosen Gruppen an, da beide Modelle Korrelationskoeffizienten in gleicher Größenordnung haben. In der folgenden Tabelle 6.7 sind beide Ansätze gegenübergestellt.

	Gesamtmodell	Modell mit dimensionslosen Gruppen
Anzahl an Einflussgrößen	15	11
Korrelationskoeffizient	0,8785	0,8711
$\sum(f(\text{tat})-f(\text{ber}))^2 \text{ [(g/min)}^2]$	6,17	6,07

Tabelle 6.7: Gegenüberstellung eines Gesamtmodell und eines Modells mit dimensionslosen Gruppen ähnlicher Korrelation.

Durch die Einführung dimensionsloser Gruppen ist es gelungen, die Anzahl an Einflussgrößen erheblich zu reduzieren. Es ist deutlich übersichtlicher als ein Gesamtmodell mit ähnlichem Korrelationskoeffizienten und ähnlichen Vorhersagequalitäten.

### 6.3 Interpretation der Aussagen aus der Dimensionsanalyse

Durch Ausmultiplizieren der dimensionslosen Gruppen mit den Regressionskoeffizienten und anschließende Reparameterisierung der dimensionslosen Gruppen wird folgendes Modell erhalten:

$$f = \left( -3,16 - 1,06 \cdot 10^3 \cdot \left( \frac{h}{e} \right)^2 - 2,41 \cdot 10^6 \cdot \left( \frac{h}{e} \right) - 2,17 \cdot 10^6 \cdot \left( \frac{p_m}{e} \right) + 24,81 \cdot \left( \frac{t}{d} \right) - 6,69 \cdot 10^4 \cdot n \right) \cdot d^2 \cdot \sqrt{e \cdot w} \quad (6.2)$$

- f: Förderrate [ $\text{kg h}^{-1}$ ]
- h: Härte [ $\text{kg s}^{-2} \text{m}^{-1}$ ]
- e: Elastizitätsmodul [ $\text{kg s}^{-2} \text{m}^{-1}$ ]
- $p_m$ : Mahldruck [ $\text{kg s}^{-2} \text{m}^{-1}$ ]
- t: Mahlpalt [m]
- d: Lageparameter [m]
- w: Dichte [ $\text{kg m}^{-3}$ ]

Auf den ersten Blick fällt es schwer, die gewonnene Gleichung physikalisch sinnvoll zu interpretieren. Wie im Kapitel 5.3.3.2 bereits aufgezeigt, bestimmen die beiden Quotienten aus Härte und Elastizitätsmodul und aus Mahldruck und Elastizitätsmodul am stärksten, wie hoch die Förderrate in einem bestimmten Mahlversuch eingestellt werden muss. Im Folgenden wird versucht, die physikalische Bedeutung dieser beiden Quotienten zu ermitteln.

Um die Aussagekraft des Quotienten aus Härte und Elastizitätsmodul verstehen zu können, müssen zunächst die Begriffe Härte und Elastizitätsmodul genau definiert werden.

Grundsätzlich ist die Härte definiert als der Widerstand, den ein Material einer dauerhaften plastischen Verformung entgegensetzt. Die von Zügner [43] gemessenen Härtewerte, die dieser Arbeit zugrunde liegen, werden ermittelt, indem die von einem Indenter aufgebrachte Kraft gemessen wird bei maximalem Eindringen in das Prüfmaterial. Diese Kraft wird auf die dabei entstandene Fläche des Eindrucks bezogen. Mathematisch ausgedrückt bedeutet dies:

$$h = \frac{F_{\max}}{A_E} \quad (6.3)$$

h: Härte [ $\text{kg s}^{-2} \text{m}^{-1}$ ]  
 $F_{\max}$ : maximal aufgewendete Kraft [ $\text{kg m s}^{-2}$ ]  
 $A_E$ : Fläche des Eindrucks [ $\text{m}^2$ ]

Das ebenfalls von Zügner [43] mit Hilfe eines Nanoindenters bestimmte Elastizitätsmodul ist definiert als Proportionalitätsfaktor zwischen der relativen Eindringtiefenänderung des Indenters und der angelegten Normalspannung.

$$e = \frac{\sigma}{\Delta s / s} \quad (6.4)$$

e: Elastizitätsmodul [ $\text{kg s}^{-2} \text{m}^{-1}$ ]  
 $\sigma$ : Normalspannung [ $\text{kg s}^{-2} \text{m}^{-1}$ ]  
 $\Delta s / s$ : relative Eindringtiefenänderung

An der Stelle der maximalen Eindringtiefe des Nanoindenters entspricht die angelegte Normalspannung genau der Härte des Materials. Denn die Normalspannung ist definiert als die Kraft, die auf eine Fläche einwirkt.

$$e = \frac{h}{\Delta s / s} \quad \rightarrow \quad \Delta s / s = \frac{h}{e} \quad (6.5)$$

e: Elastizitätsmodul [ $\text{kg s}^{-2} \text{m}^{-1}$ ]  
h: Härte [ $\text{kg s}^{-2} \text{m}^{-1}$ ]  
 $\Delta s / s$ : relative Eindringtiefenänderung

Das bedeutet, dass der Quotient aus Härte und Elastizitätsmodul genau der relativen Eindringtiefenänderung bei einer bestimmten Maximalkraft entspricht. Bezieht man diesen Zusammenhang in die Interpretation des Modells mit dimensionslosen Gruppen ein, kann geschlussfolgert werden, dass die Einstellung der Förderrate abhängt von der relativen Verformung des zu zerkleinernden Materials. Mahlgüter, die sich bei einer bestimmten Kraft sehr stark verformen, können mit höheren Förderraten vermahlen werden, um eine bestimmte Produktfeinheit zu erhalten, als Mahlgüter mit eher geringem Verformungsverhalten.

Um die physikalische Bedeutung des Quotienten aus Mahldruck und Elastizitätsmodul verstehen zu können, müssen die Definitionen beider Parameter genau betrachtet werden. Der Druck ist grundsätzlich definiert als Kraft pro Flächeneinheit. Unter diesen Bedingungen kann der Mahldruck definiert werden als Kraft, die auf die Partikeloberflächen einwirkt. Dies entspricht wiederum einer Normalspannung auf einer Partikel. Für die Definition des Elastizitätsmoduls bedeutet dies:

$$e = \frac{\sigma}{\Delta s / s} = \frac{p_m}{\Delta s / s} \quad \rightarrow \quad \Delta s / s = \frac{p_m}{e} \quad (6.6)$$

e: Elastizitätsmodul [ $\text{kg s}^{-2} \text{m}^{-1}$ ]  
 $\sigma$ : Normalspannung [ $\text{kg s}^{-2} \text{m}^{-1}$ ]  
 $\Delta s / s$ : relative Eindringtiefenänderung  
 $p_m$ : Mahldruck [ $\text{kg s}^{-2} \text{m}^{-1}$ ]

Der Quotient aus Mahldruck und Elastizitätsmodul bezeichnet folglich die Verformung bei einer bestimmten angewandten Kraft definiert durch den angelegten Mahldruck  $p_m$ . Das heißt, auch dieser Quotient bringt den entscheidenden Einfluss des Verformungsverhaltens des Mahlguts zum Ausdruck.

Zusammenfassend kann festgehalten werden, dass die Höhe der Förderrate, die gewählt werden kann, um eine bestimmte Produktfeinheit zu erzielen, im Wesentlichen abhängt von der plastischen Deformierbarkeit der zu zerkleinernden Substanz. Parameter wie der Gleichmäßigkeitskoeffizient und der Lageparameter müssen auf der rechten Seite des Gleichungssystems auftauchen, weil sie Randbedingungen sind, für die jeweilige Förderrate, die durch das Modell beschrieben werden soll.

## 7. Zusammenfassung

Die Feinheit von Mahlprodukten, die durch Beanspruchung in einer Luftstrahlmühle erreicht wird, ist immer das Resultat von Zerkleinerungs- und Sichtungsprozessen in der Mahlkammer. Bei hohem Eintrag von Mahlenergie und unter dem Einfluss von großen Zentrifugalkräften in der Mahlkammer können feinste Mahlprodukte mit enger Korngrößenverteilung erzielt werden. Es ist jedoch nicht nur entscheidend, dass sehr feine, eng verteilte Mahlprodukte durch Luftstrahlmahlung geschaffen werden können. Mindestens genauso wichtig ist es, dass die Korngrößenverteilungen der Mahlprodukte reproduzierbar sind. Reproduzierbar sind die Mahlergebnisse allerdings nur dann, wenn die Abläufe in der Mahlkammer konstant gehalten werden können. Bevor Aussagen über den Mahlvorgang in der Luftstrahlmühle getroffen werden, muss eine Prozessvalidierung vorgenommen werden. Ansonsten sind keine Modellberechnungen, die einen Zusammenhang zwischen Mahleinstellungen und Korngrößenverteilungen von Mahlprodukten herstellen, möglich.

Alle Untersuchungen zum Bruchverhalten von Mahlgütern wurden durchgeführt an einer Luftstrahlmühle vom Typ Fryma JMRS 80, die bereits von Rief [40] optimiert worden war. Um die Reproduzierbarkeit der Mahlungen mit der eingesetzten Luftstrahlmühle zu überprüfen, wurden Mahlungen unter konstanten Mahleinstellungen mehrfach wiederholt. Sie lieferten bei allen untersuchten Mahlgütern vergleichbare Mahlprodukte.

Dies ist nur deshalb der Fall, weil die operativen Parameter der Mühle exakt reguliert werden können. Im Einzelnen ist das folgendermaßen umgesetzt: Die Mühle ist ausgestattet mit Druckminderern und Manometern, die ein genaues Einstellen von Mahl- und Injektordruck ermöglichen. Um Mahlgut mit konstanter Geschwindigkeit in die Mahlkammer fördern zu können, wurde eine geeignete Dosiereinheit entwickelt. Diese gewährleistet eine gleichmäßige Gutaufgabe pro Zeiteinheit. Das Tauchrohr ist so positioniert, dass der Abstand zwischen Mahlkammerdeckel und Auslass mit Hilfe eines Zahnrades auf mm genau eingestellt werden kann. Unter diesen Bedingungen kann auch die Größe des Mahlspalts exakt justiert werden.

Zu der Prozessvalidierung gehört immer, dass die Vorgänge während der Zerkleinerung und Sichtung überwacht werden können. Es muss eine Kenngröße aufgezeichnet werden, die Informationen über den Strömungszustand in der Mühle liefert. Eine solche Größe ist der statische Druck in der Mahlkammer. Es wurde ein piezoresistiver Drucksensor in den

Mahlkammerdeckel eingebaut. Über diesen Sensor kann der Druck in der Mahlkammer permanent gemessen werden. Der ermittelte Druck dient der Inprozesskontrolle; er lässt Rückschlüsse über den Betriebszustand zu und erlaubt in der Folge auch eine Abgrenzung zwischen stabilen und instabilen Mahlbedingungen. Es wurde darauf geachtet, dass in den Experimenten, die in Modellrechnungen einbezogen wurden, stets stabile Strömungszustände vorlagen.

Beim Einschalten der Gutzufuhr sinkt der Druck in der Mahlkammer deutlich ab, da die Geschwindigkeit der Strömung durch Reibung an mitgeführten Mahlgutpartikeln reduziert wird. Nach einer Anlaufphase pendelt sich der Kammerdruck auf einen konstanten Endwert ein. Dann liegen gleichmäßige Betriebsbedingungen vor, die durch einen konstanten Feststoffdurchsatz gekennzeichnet sind. Wie groß der Feststoffdurchsatz und der Druck in der Mahlkammer sind, hängt ab von den gewählten Einstellungen für Mahl- und Injektordruck, Förderrate und Mahlsplatt und von den Materialeigenschaften des zu vermahlenden Mahlguts.

Es konnte gezeigt werden, dass hohe Mahl- und Injektordrücke auch zu hohen Kammerdrücken im stationären Betriebszustand führen. Große Gutaufgaben pro Zeiteinheit und ein breiter Mahlsplatt sind dagegen mit niedrigeren Kammerdrücken verbunden. Diese Ergebnisse stimmen gut mit bereits von Muschelknautz [38, 39] und Bauer [34] gewonnenen Erkenntnissen überein. Bei hohen Mahl- und Injektordrücken sind die Strömungsgeschwindigkeiten in der Mahlkammer und damit auch der Mahlkammerdruck relativ groß. Wird dabei jedoch viel Mahlgut pro Zeiteinheit zugeführt, kommt es zu einer starken Abbremsung der Strömung, da das zirkulierende Gas durch Übertragung von Energie auf die Partikel in der Mahlkammer selbst an kinetischer Energie verliert; der Druck in der Mahlkammer sinkt. Die Größe des Mahlsplatts hat Einfluss auf den Kammerdruck, da sie bestimmt, wie groß der Unterdruck und damit der Sogeffekt über dem Tauchrohr ist. Ist der Mahlsplatt breit, nimmt der Sog aus der Mahlkammer ab. In der Folge verweilt das Mahlgut länger in der Kammer; die Feststoffmenge in der Mahlkammer nimmt zu. Dadurch wird die Strömung in der Mahlkammer stark abgebremst, der Druck in der Kammer sinkt.

Ein Vergleich der Kammerdrücke unter gleichen Mahleinstellungen bei verschiedenen Mahlgütern legte folgendes offen: Harte Stoffe von hoher Dichte und mit elastischem Materialverhalten führen zu niedrigeren Kammerdrücken im konstanten Betriebszustand als weiche Stoffe von niedriger Dichte und mit inelastischem Materialverhalten. Je größer die Härte und die Dichte und je niedriger das Elastizitätsmodul eines Materials sind, desto mehr

Energie wird zur Beschleunigung der Mahlgutpartikel verbraucht. Der Druck in der Mahlkammer spiegelt wider, wieviel der aufgewendeten Energie nicht zur Partikelbeschleunigung und damit letztlich auch zur Partikelzerkleinerung verbraucht wird. Auf diese Weise konnte nachgewiesen werden, dass sich Mahlgüter mit geringer Härte und Dichte und mit großem Elastizitätsmodul leichter zerkleinern lassen als Mahlgüter großer Härte und Dichte und mit kleinem Elastizitätsmodul.

Um mit Hilfe des aufgezeichneten zeitlichen Druckverlaufs zwischen instabilen und stabilen Mahlbedingungen unterscheiden zu können, müssen die Schwankungen des Kammerdrucks im stabilen Betriebszustand analysiert werden. Wird die Kapazität der Mühle durch hohe Förderraten, niedrige Mahl- und Injektordrücke und einen breiten Mahlspace überschritten, bricht die Strömung in der Mahlkammer zusammen. Unter diesen instabilen Mahlbedingungen ist das Mahlgut nicht mehr vollständig von der Strömung fluidisiert. In der Folge wird nur noch ein sehr geringer Kammerdruck mit minimalen Druckschwankungen gemessen. Der Grund für den niedrigen Druck liegt darin, dass die Feststoffbeladung sehr hoch ist. Es wird permanent nicht fluidisiertes Mahlgut am Boden der Mahlkammer mitgeführt. Dieses bewirkt, dass die Strömungsgeschwindigkeit auf ein Minimum abgebremst wird. Selbst ein unregelmäßiger Mahlproduktaustrag beschleunigt die Strömung nicht, da die Strömung nach wie vor maximal mit Feststoff beladen bzw. abgesättigt bleibt. Bei diesen Verhältnissen verschwinden die Druckschwankungen.

Mit Hilfe von Korngrößenanalysen konnte gezeigt werden, welchen Einfluss einzelne operative Parameter auf die Feinheit der Mahlprodukte haben. Am Beispiel von Ascorbinsäure, Natriumascorbat, Lactose und Natriumchlorid wurde untersucht, wie sich die Förderrate, der Mahl- und Injektordruck und die Größe des Mahlspace auf die Produktfeinheit auswirken. Ein Vergleich der verschiedenen Mahlgüter ermöglichte es, abzuschätzen, inwieweit sich mechanische Eigenschaften auf den Verlauf des Mahlprozesses auswirken.

Mit zunehmender Gutaufgabe pro Zeiteinheit werden die Korngrößenverteilungen der Mahlprodukte breiter und hin zu größeren Korngrößen verschoben. Steigender Mahl- und Injektordruck und ein größer werdender Mahlspace führen dagegen zu feineren und enger verteilten Mahlprodukten. Während Förderrate und Mahl- bzw. Injektordruck die absolut zur Zerkleinerung verfügbare Energie bestimmen, nimmt die Größe des Mahlspace eher Einfluss auf die Beanspruchungsdauer der Mahlgutpartikel. Da bei breitem Mahlspace der Unterdruck über dem Tauchrohr und damit der Sog aus der Mahlkammer reduziert wird, nimmt mit wachsendem Mahlspace die Verweildauer der Mahlgutpartikel in der Mahlkammer zu; das

gewonnene Mahlprodukt wird feiner und enger verteilt. Diese bereits von Rief [40] erlangten Erkenntnisse konnten im Rahmen dieser Arbeit bestätigt werden.

Bedingt durch Unterschiede in der Härte, in dem Elastizitätsmodul und in der Dichte zwischen den untersuchten Mahlgütern differieren die Korngrößenverteilungen der Mahlprodukte, die bei gleichen Mahleinstellungen gewonnen werden. Experimente ergaben, dass sich Ascorbinsäure am leichtesten zerkleinern lässt, gefolgt von Natriumascorbat, Natriumchlorid und zuletzt Lactose. Verglichen mit den anderen drei Substanzen ist Lactose ein sehr elastisches Material. Natriumchlorid ist sehr weich und relativ spröde, zeichnet sich jedoch durch eine hohe Dichte aus. Ascorbinsäure und Natriumascorbat nehmen eine Zwischenstellung ein. Sie unterscheiden sich in ihren Materialeigenschaften nur wenig. Ascorbinsäure ist etwas elastischer, aber auch etwas weicher und hat ein geringfügig kleineres spezifisches Gewicht als Natriumascorbat. Das bedeutet: Je kleiner das Elastizitätsmodul und je größer die Härte und die Dichte eines Mahlguts, desto energieaufwändiger ist die Zerkleinerung.

Ein vollständiges Verständnis von den Abläufen in der Luftstrahlmühle kann nur dann gewonnen werden, wenn es gelingt den Mahlungsprozess quantitativ zu beschreiben. Dazu müssen die Ergebnisse aus sämtlichen Partikelgrößenbestimmungen von Mahlprodukten, die unter unterschiedlichen operativen Mahlbedingungen hergestellt wurden, mathematisch ausgewertet werden.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde für jedes Mahlgut ein  $3^3$ -factorial Design gewählt. D.h. bei jeder Substanz wurden die drei operativen Parameter Förderrate, Mahldruck und Mahlpalt jeweils auf mindestens drei Stufen variiert. Alle Korngrößenverteilungen der Mahlprodukte wurden mit Hilfe des Lageparameters und des Gleichmäßigkeitkoeffizienten des RRSB-Netzes charakterisiert. Mit Erfolg konnten die operativen Parameter Förderrate, Mahldruck und Mahlpalt mit den charakteristischen Größen der Mahlproduktverteilungen korreliert werden. Ebenso gelang es, die Materialeigenschaften Härte, Elastizitätsmodul und Dichte in die Korrelation mit einzubeziehen. Für alle mathematischen Rechenansätze wurden Modelle zweiter Ordnung gewählt, da diese nicht zu kompliziert sind und dennoch den Prozess sehr gut beschreiben.

Um die Beschreibung der Prozesse in der Luftstrahlmühle weiter zu vereinfachen, wurde eine Dimensionsanalyse durchgeführt. Dieses Instrument diente dazu, die Anzahl der Einflussgrößen durch das Einführen dimensionsloser Gruppen zu reduzieren. Die mathematische Verknüpfung der dimensionslosen Gruppen lieferte ein vergleichbares

---

Ergebnis wie die direkte Korrelation aller operativen Parameter mit den Kenngrößen der Korngrößenverteilungen der Mahlprodukte.

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass es möglich ist, den Zerkleinerungs- und Sichtungsprozess bei der Spiralstrahlmahlung mathematisch darzustellen. Auch wenn die berechneten Modelle durchaus gute Vorhersagen liefern, sollte es durch Einbeziehung weiterer Substanzen zunächst bestätigt werden. Es ist möglich, dass die Berücksichtigung zusätzlicher Materialeigenschaften die Anpassung weiter verbessert. Weitere interessante Parameter könnten beispielsweise das Ausmaß und die Anzahl von Anrissen sein, da diese entscheidend mitbestimmen, wie energieaufwändig die Bruchausbreitung ist.

## 8. Summary

In a spiral jet mill the material to be ground is stressed by impact. The product fineness is the result of grinding and classifying processes. In the case of high energy input and under the influence of high centrifugal forces finest milling products of narrow particle size distributions are produced. But it is important to achieve these very fine products of narrow particle size distributions in a reproducible way. First of all the milling process must be validated. Otherwise it is impossible to develop a model of the grinding process that enables the user of the mill to calculate the grinding conditions required to obtain a given particle size distribution.

It was the aim of this study to investigate the breaking behaviour of different materials a spiral jet mill Type Fryma JMRS 80 modified by Rief. This spiral jet mill works reproducibly because it was reconstructed in such a way that the milling as well as the particle feed pressure, the feed rate and the slit width at the vortex finder tube can be adjusted precisely. As the reconstructed spiral jet mill is equipped with pressure reducing valves and with manometers, it is possible to set grinding and feed pressure exactly. A special dosing system makes sure that bulk material can be fed with a constant feed rate into the milling chamber. By means of a toothed wheel the distance between the vortex finder and the cover of the milling chamber, called slit width, can be adjusted precisely.

As the used spiral jet mill works in a reproducible way, the particle size distributions of mill products produced under constant grinding conditions did not differ significantly. This was shown in grinding experiments and measurements of particle size distributions of the products performed repeatedly.

During the grinding experiments the grinding and classifying processes must be monitored. To this end the static pressure representing the streaming profile in the milling chamber was registered. A piezoelectric pressure transducer was fitted into the covering of the milling chamber. The pressure in the milling chamber is related to the operating state inside the mill and gives significant information on the comminution process. By means of the static pressure inside the milling chamber it can be shown, whether the streaming profile is stable and the comminution process runs in a reproducible way. The whole data record integrated in a mathematical model connecting particle size distributions of the products and grinding conditions is confirmed by experiments with stable streaming profiles.

---

When the grinding process is started by adding bulk material into the mill, the pressure in the milling chamber decreases rapidly. The particles transported in the gas stream diminish the velocity of flow and thus much kinetic energy is lost. After a transition time a nearly constant pressure is observed. Under these conditions there is a constant operating state characterized by a continuous solid-handling. The solid-handling capacity and the pressure resulting in the milling chamber depend on the following factors: the grinding and the feed pressure, the feed rate, the slit width and the mechanical properties of the material to be ground.

It has been shown that high grinding and high particle feed pressures result in high pressures inside the milling chamber in the stationary state. In contrast a high feed rate and a wide slit width lead to a lower pressure. These results agree to those of Muschelknautz [38, 39] and Bauer [34]. High milling and high feed pressures are connected with a high flow velocity. In consequence the pressure inside the milling chamber increases. The flow velocity is reduced, if the material to be ground is transported into the milling chamber by high feed rates. Under these circumstances the concentration of solid material inside the milling chamber is high and the circulating gas is decelerated enormously. The slit width influences the pressure inside the milling chamber because it determines the size of the outlet of the mill. If there is a large slit width, the underpressure at the outlet is low. Therefore only finest particles leave the mill and the concentration of solid material inside the milling chamber is high. In consequence the flow velocity and the static pressure decrease.

In order to investigate the influence of material properties, the pressures inside the milling chamber measured at constant slit width, feed rate, milling and feed pressure but at different materials are compared. The following trend was recognized: When soft and inelastic materials of low specific density are ground the pressure inside the milling chamber drops less than when hard and elastic materials of high specific density are ground. The pressure indicates the amount of energy input not spent by the acceleration and at least by the fragmentation of particles. The higher is the pressure inside the mill, the finer is the product. Then there rests a high amount of energy not necessary for the acceleration of the material that can be ground at low mechanical load.

In order to distinguish stable and unstable grinding conditions the variations of the pressure during steady state operation must be observed. Unstable grinding conditions are characterized by very low pressures with small variations inside the milling chamber, whereas stable grinding conditions are characterized by higher pressures and greater variations. Under unstable grinding conditions the capacity of the mill is exceeded. This might be realized by

high feed rates, by low grinding and feed pressures or by a large slit width. Then the flow inside the milling chamber breaks down and the particles cannot be fluidized completely. In consequence permanently there is some material at the bottom of the milling chamber and the flow velocity is at minimum. Even uncontrolled discharge cannot cause an acceleration of the flow and any significant variations of the pressure, because under these circumstances the flow is permanently loaded with particles up to a maximum.

With the aid of particle size analyses the influence of all operational parameters on the fineness of mill products was determined. Four model substances with different material properties were ground in the spiral jet mill: ascorbic acid, sodium ascorbat, lactose and sodium chloride. During the grinding experiments the pressure of the entering milling gas, the feed rate and the width of the slit at the vortex finder were varied following a 3<sup>3</sup> factorial design. Comparing the fineness of products of different materials at other constant operational parameters it was possible to detect the influence of mechanical properties on the grinding and classifying process. With decreasing feed rate and with increasing milling pressure the mean particle sizes of all mill products become smaller. In addition the size distributions become narrower. In contrary high feed rates and low milling pressures lead to coarse product sizes with wide particle size distributions. Feed rate, grinding and feed pressure determine the amount of energy per particle available for breakage processes, whereas the slit width determines, how long particles to be ground are stressed in the milling chamber. The slit width at the vortex finder determines the pressure drop inside the milling chamber as well as the underpressure in the vortex. A wide slit width results in a low underpressure and a low suction effect. In consequence the material can be stressed for a longer time and therefore only fine particles are discharged. These results confirm earlier findings [40].

As materials to be ground differ in their hardness, Young's modulus and specific gravity it is expected that they differ in their breakage behaviour. Experimentally the following phenomenon could be shown: ascorbic acid can be ground best followed by sodium ascorbat, sodium chloride and lactose. Lactose is a very elastic material compared to the other three substances. Sodium chloride excels as a soft and brittle material, but it is characterised by a high specific gravity. Ascorbic acid and sodium ascorbat take an intermediate position. The material properties of these two substances differ only little. Ascorbic acid is a bit more elastic but also a bit softer and of a lower density than sodium ascorbat. That means: To reach a certain particle size distribution hard and elastic materials of high density require enormous grinding energies compared with soft and inelastic materials of low density.

---

In order to completely understand the processes in the spiral jet mill, they must be described quantitatively. To this end the results of particle size analyses taken of all milled products produced at different grinding conditions must be evaluated mathematically.

The milling experiments of this work were executed according to a  $3^3$  factorial design. That means during the grinding experiments performed with different materials the pressure of the entering milling gas, the feed rate and the width of the slit at the vortex finder were varied on three levels. The particle size distributions of the milled products were characterized by the  $d$ - and the  $n$ -value taken from the RRSB diagram.

Two approaches were made: First of all the operational parameters, namely the feed rate, the grinding pressure and the slit width, were correlated to the characteristic values of the particle size distributions of the mill products. With success even material properties such as hardness, elasticity and specific gravity could be included into the statistical calculations. The bases of all calculations are models of second order. Models of second order were chosen for two reasons: they are not too complicated and describe the grinding process quite exactly.

In order to describe the processes in the spiral jet mill by a smaller number of parameters, a second approach was made. In order to reduce the number of influencing parameters dimensionless characteristics were introduced. It was possible to connect the dimensionless characteristics to a mathematical model of second order.

It was shown that the mathematical description of the grinding process is possible. The proposed models allow the calculation of the grinding conditions required to obtain a desired particle size distribution of the product. Additional material properties not yet included in the calculations may have to be taken into account for a further optimisation of the models. Other interesting parameters could be the number and the size of existing fissures in the material. These crystal properties may even be relevant for the breakage behaviour, because they determine the expenditure of energy necessary for fracture propagation.

## 9. Literaturverzeichnis

- [1] Pahl, M.: Einteilung der Zerkleinerungsmaschinen  
In: Pahl, M.: Zerkleinerungstechniken. Köln, Verlag TÜV Rheinland; Leipzig, Fachbuchverlag, 1993
- [2] Giersiepen, G.: Maschinen und Apparate für die Feinstzerkleinerung.  
Aufbereitungstechnik 5 (1973), S. 277 - 284
- [3] Kaiser, F.; Nied, R.: Moderne Strahlmühlen. Aufbereitungstechnik 10 (1980), S. 507 - 514
- [4] Korda, P.: Strahlzerkleinerung und Umhüllung von Teilchen. Aufbereitungstechnik 6 (1965), S. 359 - 361
- [5] Muschelknautz, E.; Rink, N.: Neuere Untersuchungen an Strahlmühlen. Verfahrenstechnik 5 (1971), S. 225 – 230
- [6] Bohl, W.: Technische Strömungslehre, 11., durchgesehene Auflage, Vogel Verlag, Würzburg, 1998, S. 206 – 212
- [7] Weichert, R.: Anwendung von Fehlstellencharakteristik und Bruchmechanik zur Beschreibung von Zerkleinerungsvorgängen. Zement-Kalk-Gips 1 (1992), S. 1 – 8
- [8] Rumpf, H.: Beanspruchungstheorie der Prallzerkleinerung. Chemie-Ingenieur-Technik 5 (1959), S. 323 – 337
- [9] Lieberman, H.A.; Lachman, L.: Pharmaceutical Dosage Forms: Tablets, Vol. 2, New York, 1981, S. 77 -78
- [10] Schönert, K.: Die Partikelzerstörung als Elementarprozess des Zerkleinerns. Acta Pharmaceutica Technologica APV-Informationsdienst 6 (1978), S. 5 – 23

- 
- [11] Potapov, A.V.; Campbell, C.S.: The two mechanisms of particle impact breakage and the velocity effect. *Powder Technology* 93 (1997), S. 13 – 21
- [12] Potapov, A.V.; Campbell, C.S.: Parametric dependence of particle breakage mechanisms. *Powder Technology* 120 (2001), S. 164 – 174
- [13] Gildemeister, H.-H.: Spannungszustand und Bruchphänomene in prallbeanspruchten Kugeln. Dissertation TH Karlsruhe, 1976
- [14] Nielsen, K.; Malvik, T.: Grindability enhancement by blast-induced microcracks. *Powder Technology* 105 (1999), S. 52 - 56
- [15] Rumpf, H.: Physical Aspects of Comminution and New Formulation of a Law of Comminution. *Powder Technology* 7 (1973), S. 145 – 159
- [16] Zimmermann, I.: Pharmazeutische Technologie Industrielle Herstellung und Entwicklung von Arzneimitteln, Springer Verlag, Berlin Heidelberg New York, 1998
- [17] Stieß, M.: Mechanische Verfahrenstechnik 2, Springer Verlag, Berlin Heidelberg New York, 1994
- [18] Schönert, K.; Steier, K.: Die Grenze der Zerkleinerung bei kleinen Korngrößen. *Chemie-Ingenieur-Technik* 13 (1971), S. 773 - 777
- [19] Berthiaux, H.: Analysis of grinding processes by Markov chains. *Chemical Engineering Science* 55 (2000), S. 4117 - 4127
- [20] Reid, K. J.: A solution to the batch grinding equation. *Chemical Engineering Science* 20 (1965), S. 953 – 963
- [21] Nair, P.B.R.: Breakage parameters and the operating variables of a circular fluid energy mill. Part I. Breakage distribution parameter. *Powder Technology* 106 (1999), S. 45 – 53

- [22] Nair, P.B.R.: Breakage parameters and the operating variables of a circular fluid energy mill. Part II. Breakage rate parameter. *Powder Technology* 106 (1999), S. 54 – 61
- [23] Berthiaux, H.; Dodds, J.: Modelling fine grinding in a fluidized bed opposed jet mill. Part I: Batch grinding kinetics. *Powder Technology* 106 (1999), S. 78 – 87
- [24] Gommeren, H.J.C.; Heitzmann, D.A.; Moolenaar, J.A.C.; Scarlett, B.: Modelling and control of a jet mill plant. *Powder Technology* 108 (2000), S. 147 – 154
- [25] Benz, M.; Herold, H.; Ulfik, B.: Performance of a fluidized bed jet mill as a function of operating parameters. *International Journal of Mineral Processing* 44 – 45 (1996), S. 507 – 519
- [26] Tuunila, R.; Nyström, L.: Technical note effects of grinding parameters on product fineness in jet mill grinding. *Minerals Engineering* 11 (1998), S. 1089 – 1094
- [27] Midoux, N. et al.: Micronisation of pharmaceutical substances in a spiral jet mill. *Powder Technology* 104 (1999), S. 113 - 120
- [28] Vogel, L.; Peukert, W.: Characterisation of Grinding-Relevant Particle Properties by Inverting a Population Balance Model. *Particle & Particle Systems Characterisation* 19 (2002), S. 149 – 157
- [29] Vogel, L.; Peukert, W.: Breakage behaviour of different materials – construction of a mastercurve for the breakage probability. *Powder Technology* 129 (2003), S. 101 – 110
- [30] Weibull, W.: A Statistical Distribution Function of Wide Applicability. *Journal of Applied Mechanics* 18 (1951) S. 293 - 297
- [31] Kürten, H.: Über die Tribolumineszenz als Mittel zur quantitativen und qualitativen Analyse von Zerkleinerungsvorgängen und ihre Anwendung zur Untersuchung der Strahlmahlung. Dissertation, Technische Hochschule Karlsruhe, 1965

- 
- [32] Kürten, H.; Rumpf, H.: Zerkleinerungsuntersuchungen mit tribolumineszierenden Stoffen. *Chemie-Ingenieur-Technik* 38/3 (1966), S. 331 – 342
- [33] Abramowitsch: *Angewandte Gasdynamik*. VEB-Verlag Technik, Berlin, 1958
- [34] Bauer, V.: Experimentelle und theoretische Betrachtungen der Strömungsverläufe in Bezug auf die Sichtwirkung und die Zerkleinerungsvorgänge in Spiralstrahlmühlen. *Fortschritt-Berichte VDI; Reihe 3, Nr. 589*, VDI-Verlag, Düsseldorf, 1999
- [35] Kürten, H.; Rink, N.; Rumpf, H.: Strömung und Zerkleinerung beim Stoß zweier Gas-Feststoff-Strahlen. *Powder Technology* 4 (1970/71), S. 221 – 231
- [36] Leschonski, K.: Prallmahlung in einer Sichtertermühle unter Nutzung des gegenseitigen Teilchenstoßes. *Chemie-Ingenieur-Technik* 42/5 (1970), S. 264 – 270
- [37] Skelton, R.; Khayyat, A. N.; Temple, R.G.: Fluid energy milling. *Powder Technology* 33 (1980), S. 113 - 125
- [38] Muschelknautz, E.; Brunner, K.: Untersuchungen an Zyklonen. *Chemie-Ingenieur-Technik* 39/9,10 (1967), S. 531 – 538
- [39] Muschelknautz, E.; Giersiepen, G.; Rink, N.: Strömungsvorgänge bei der Zerkleinerung in Strahlmühlen. *Chemie-Ingenieur-Technik* 42/1 (1970), S. 6 – 15
- [40] Rief, F.: Untersuchungen zum Betriebszustand einer Spiralstrahlmühle. Dissertation, Universität Würzburg, 2001
- [41] Midoux, N. et al.: Micronization of pharmaceutical substances in a spiral jet mill. *Powder Technology* 104 (1999), S. 113 – 120
- [42] Ramanujam, M.; Venkateswarlu, D.: Studies in Fluid Energy Grinding. *Powder Technology* 3 (1969/70), S. 92 – 101

- [43] Zügner, S.: Untersuchungen zum elastisch-plastischen Verhalten von Kristalloberflächen mittels Kraft-Eindringtiefen-Verfahren. Dissertation Universität Würzburg, 2002
- [44] Schlag, H.-P.: Experimentelle und theoretische Untersuchungen zur Berechnung der Kennlinien von gasbetriebenen Einphaseninjektoren und Gutaufgabeinjektoren. Fortschritt-Berichte VDI; Reihe 3, Nr. 313, VDI-Verlag, Düsseldorf, 1993
- [45] Rink, N.: Die Gutbeschleunigung in Laval-Strahlrohren und ihre Anwendung zur Strahlmahlung. Dissertation Universität Karlsruhe, 1974
- [46] Bauer, B.: Auslegung von Strahlapparaten für beliebige Medien. Dissertation Technische Hochschule Stuttgart, 1964
- [47] van Ommen, J. R. et al.: Response characteristics of probe-transducer systems for pressure measurements in gas-solid fluidized beds: how to prevent pitfalls in dynamic pressure measurements. Powder Technology 106 (1999), S. 199 – 218
- [48] isel-electronic: Schrittmotore und Schrittmotorantriebe Systembeschreibung. elektronik • mechanik • galvanic (07/1986)
- [49] Nitsche, W.: Strömungsmesstechnik, Springer Verlag, Berlin Heidelberg New York, 1994
- [50] Lorenz (Firma Kulite Semiconductors): Persönliche Mitteilung vom 20.03.03
- [51] Kretzler, K.: Programm zur Messwerterfassung an der Luftstrahlmühle, Würzburg, 2000
- [52] Kobold: Bedienungsanleitung für Digital-Manometer Typ MAN SF 26, 1997
- [53] Hüttenrauch, R.: Modification of Starting Materials to Improve Tableting Properties. Pharm. Ind. 45, Nr. 4 (1983), S. 435 - 440

- 
- [54] Hüttenrauch, R. et al.: Molekulargalenik, Mechanochemische Änderung des Ordnungsgrades der Lactose bei Mahlprozessen. Pharmazie 31, H. 5 (1976), S. 329
- [55] Turra, M. (Firma Hoffmann La-Roche): Persönliche Mitteilung vom 31.01.00
- [56] Tasirin, S.M. et al: Experimental investigation on fluidized bed jet grinding. Powder Technology 105 (1999), S. 337 - 341
- [57] Wade, A.; Weller, P. J:Handbook of Pharmaceutical Excipients, 2. Auflage, Washington London, 1994
- [58] Burger, A.; Wachter, H.: Hunnius Pharmazeutisches Wörterbuch, 8. Auflage, Walter de Gruyter Verlag, Berlin New York, 1998
- [59] Budavari, S. et al.: The Merck Index, 12. Auflage, New York, 1996
- [60] Bundesvereinigung Deutscher Apothekerverbände: Deutscher Arzneimittel-Codex 2002, Govi-Verlag Pharmazeutischer Verlag GmbH Eschborn, Deutscher Apotheker-Verlag Stuttgart
- [61] III. Europäische Arzneibuch-Kommission: Europäisches Arzneibuch, 4. Ausgabe, 2002, Govi-Verlag Pharmazeutischer Verlag GmbH Eschborn, Deutscher Apotheker-Verlag Stuttgart
- [62] Sucker, H.: Methoden zum Planen und Auswerten von Versuchen. APV Informationsdienst, Sonderdruck 17 (1/2) 1971, S. 52 – 66
- [63] Sachs, L.: Angewandte Statistik, 7. Auflage, Springer Verlag, Berlin Heidelberg New York London Paris Tokyo Hong Kong Barcelona Budapest, 1992
- [64] Mahrenholtz, J.: Online-Messungen der Partikelgröße in der pneumatischen Förderung hinter einer Luftstrahlmühle. Diplomarbeit, Technische Universität Clausthal, 1996

- [65] Scheurer, W.: In-Line Partikelgrößenanalyse zur Regelung von Spiralstrahlmühlen. Studienarbeit, Universität Stuttgart
- [66] COULTER ELECTRONICS INC.:Handbuch zum Gerät Coulter LS 230. Miami, USA, 1997
- [67] Zhenhua, M. et al: In-line Particle Size Measurement for Control of Jet Milling. Particle & Particle Systems Characterisation 18 (2001), S. 99 - 106
- [68] PMP<sup>®</sup> compact. Die Software für die mechanische Verfahrenstechnik, Version 3.1. Benutzerhandbuch, GRAINsoft GmbH, Freiberg (1998)
- [69] Göttsche, T.: Einführung in das SAS-System für den PC, Gustav Fischer, Stuttgart New York, 1990
- [70] SAS/Stat<sup>®</sup> User's Guide, Version 6, Volume 1+2, Cary, NC, SAS Institute Inc., 4. Edition (1989)
- [71] <http://www-isl.mach.uni-karlsruhe.de>
- [72] [http://www.arias.ch/projekt/hydrodynamik\\_pdf](http://www.arias.ch/projekt/hydrodynamik_pdf)
- [73] Storm, R.: Wahrscheinlichkeitsrechnung mathematische Statistik und statistische Qualitätskontrolle, 10. Auflage, Fachbuchverlag Leipzig – Köln, 1995

## 10. Anhang

### 10.1 Einstellung der Förderraten

Wie bereits in Kapitel 4.2.1.1 beschrieben werden die Mahlgüter mit Hilfe eines Dosiersystems in den Injektor gefördert. Eine Förderschnecke bzw. Förderbürste transportiert das Aufgabegut aus dem Trichter. Je nach Umdrehungsgeschwindigkeit der verschiedenen Schnecken bzw. Bürsten kann unterschiedlich viel Mahlgut pro Zeiteinheit gefördert werden. Die Umdrehungen von Schnecke bzw. Bürste werden bewirkt durch einen Schrittmotor, dessen Drehgeschwindigkeit über Potentiometer- und Kondensatorwiderstände und durch Umschaltung zwischen Ganz- und Halbschrittbetrieb reguliert werden kann. In der folgenden Tabelle 10.1 sind die Einstellungen des Schrittmotors aufgelistet, die zu den in den Experimenten gewählten Förderraten führen.

Material	Schnecke/Bürste*	Kondensator [ $\mu\text{F}$ ]	Stufe	Schrittbetrieb	Förderrate [g/min]
Ascorbinsäure	mittlere Schnecke	2	0	1	4,3
Ascorbinsäure	große Schnecke	1	1	0,5	6,5
Ascorbinsäure	große Schnecke	3	2	1	9,9
Natriumascorbat	große Schnecke	5	0	1	5,0
Natriumascorbat	große Schnecke	2	1	0,5	8,0
Natriumascorbat	große Schnecke	2	2	0,5	10,1
Lactose	kleine Bürste	6	0	0,5	2,0
Lactose	kleine Bürste	6	1	0,5	3,4
Lactose	kleine Bürste	5	0	1	5,5
Natriumchlorid	kleine Schnecke	4	3	0,5	3,8
Natriumchlorid	große Schnecke	2	1	0,5	7,4
Natriumchlorid	große Schnecke	4	3	0,5	10,1

Tabelle 10.1: Zusammenhang zwischen Einstellungen an der Dosiereinheit und den Förderraten.

\* nähere Charakterisierung der Bürste bzw. der Schnecken siehe Tabelle 10.2

	kleine Schnecke	mittlere Schnecke	große Schnecke	Bürste
Rinnenbreite	2,6 mm	3,0 mm	3,8 mm	
Rinnentiefe	1,9 mm	2,9 mm	4,0 mm	
Neigungswinkel	6°	9°	9°	
Durchmesser	19,6 mm	19,6 mm	19,6 mm	15,5 mm

*Tabelle 10.2: Charakterisierung der Förderschnecken und -bürste.*

## 10.2 Quellcode des Programms zum Freiblasen der Druckbohrung

MS Excel 79; Kai Kretzler, Universität Würzburg, 2000

FRYMA

Option Explicit

Dim Blatt\$

Dim Gerät, ix As Integer

Dim Dauer, Intervall, Inter2, Dau2 As Double

Sub MÜHLE()

Blatt\$ = "Mühle"

Range("D1").Select: ix = ActiveCell.Value

Dauer = ThisWorkbook.Sheets(Blatt\$).Cells(1 + ix, 15).Value \* 60 \* 1000

Range("D2").Select: ix = ActiveCell.Value

Intervall = ThisWorkbook.Sheets(Blatt\$).Cells(1 + ix, 16).Value \* 1000

Range("D7").Select: ix = ActiveCell.Value

Inter2 = ThisWorkbook.Sheets(Blatt\$).Cells(1 + ix, 17).Value

Range("D8").Select: ix = ActiveCell.Value

Dau2 = ThisWorkbook.Sheets(Blatt\$).Cells(1 + ix, 19).Value

Call Druck(Dauer, Intervall, Inter2, Dau2)

End Sub

MÜHLE

Declare Sub IX\_OPENCOM Lib "RSAPI.DLL" (ByVal ix%, ByVal A\$)

Declare Sub IX\_CLOSECOM Lib "RSAPI.DLL" (ByVal ix%)

Declare Sub IX\_TIMEOUT Lib "RSAPI.DLL" (ByVal ix%, ByVal ms%)

Declare Sub IX\_STRREAD Lib "RSAPI.DLL" (ByVal ix%, ByVal A\$)

Declare Sub IX\_STRLENGTH Lib "RSAPI.DLL" (ByVal ix%, ByVal L%)

Declare Sub TIMEINIT Lib "RSAPI.DLL" ()

Declare Function TIMEREAD Lib "RSAPI.DLL" () As Long

```
Declare Sub IX_SENDSTRING Lib "RSAPI.DLL" (ByVal ix%, ByVal B$)
Declare Sub DELAY Lib "RSAPI.DLL" (ByVal ms%)
Declare Function KBHIT Lib "RSAPI.DLL" () As Boolean
Declare Sub IX_DTR Lib "RSAPI.DLL" (ByVal ix%, ByVal anaus%)
Declare Sub IX_RTS Lib "RSAPI.DLL" (ByVal ix%, ByVal anaus%)
Option Explicit
Dim Zeile, Rate, Tara, cyc, Schreiber, Schnittstelle, neu, t, t1, Zeit, Display$, dummy$, Blatt$
Sub Druck(Dauer, Intervall, Inter2, Dau2)
    Blatt$ = "Mühle"
    ThisWorkbook.Sheets(Blatt$).Activate
    Columns("A:B").Select
    Selection.ClearContents
    Range("A1").Select
    ActiveCell.Select
    ActiveCell.FormulaR1C1 = "Zeit [min]"
    ActiveCell.Offset(0, 1).Range("A1").Select
    ActiveCell.FormulaR1C1 = "Druck [mbar]"

    IX_OPENCOM 4, "COM4,9600,N,8,1"
    IX_OPENCOM 1, "COM1,9600,N,8,1"

    IX_TIMEOUT 1, 50
    IX_STRLENGTH 1, 8
    Display$ = "aaaabbbbb"
    dummy$ = "aaaabbbbb"
    IX_STRREAD 1, (dummy$)

    Zeile = 2
    t = 0
    t1 = 0
    TIMEINIT

    While t1 < Dauer
        Do
            t1 = TIMEREAD
        Loop Until t1 >= t
        IX_STRREAD 1, (Display$)

        Application.Calculation = xlManual
        ThisWorkbook.Sheets(Blatt$).Cells(Zeile, 2).Value = Left$(Display$, 7)
        ThisWorkbook.Sheets(Blatt$).Cells(Zeile, 1).Value = t1 / 60 / 1000
```

```
Range("D6").Select: Schreiber = ActiveCell.Value
If Schreiber = True Then
    Application.Calculation = xlAutomatic
End If
Zeile = Zeile + 1
t = t + Intervall
If KBHIT = True Then
    Dauer = 0
End If
If Zeile / Inter2 = Int(Zeile / Inter2) Then
    IX_RTS 4, 1
    DELAY 100
    IX_RTS 4, 0
    DELAY 500
    t = t + 600
    Do
        t1 = TIMEREAD
    Loop Until t1 >= t
    IX_STRREAD 1, (dummy$)
    Do
        t1 = TIMEREAD
    Loop Until t1 >= t
    IX_STRREAD 1, (dummy$)
    Do
        t1 = TIMEREAD
    Loop Until t1 >= t
    IX_STRREAD 1, (dummy$)
End If

Wend
Application.Calculation = xlAutomatic
IX_SENDSTRING 1, "M" + Chr(13) + Chr(10)

IX_CLOSECOM 1
IX_CLOSECOM 4

neu = MsgBox("Neue Arbeitsmappe mit Daten und Diagramm anlegen?", 36, "Speichern der Daten")
If neu = vbYes Then
    Call NeueMappe(Zeile, Blatt$)
End If
End Sub
```

---

Sub NeueMappe(Zeile, Blatt\$)

```
Sheets(Blatt$).Select
Columns("A:B").Select
Selection.Copy
Workbooks.Add
Sheets("Tabelle1").Select
Sheets("Tabelle1").Name = "Daten"
ActiveCell.Columns("A:B").EntireColumn.Select
ActiveSheet.Paste
Charts.Add
ActiveChart.ChartWizard Source:=Sheets("Daten").Range(Sheets("Daten").Cells(257), _
    Sheets("Daten").Cells(Zeile * 256 + 2)), Gallery:=xlXYScatter, Format:=2, PlotBy:=xlColumns, _
    CategoryLabels:=1, SeriesLabels:=1, HasLegend:=1, Title:="Kammerdruck", _
    CategoryTitle:="Zeit [min]", ValueTitle:="Druck [mbar]", _
    ExtraTitle:=""
Application.Calculation = xlAutomatic
End Sub
```

### 10.3 Mahlkammerdrücke

In den folgenden Tabellen sind die Mahlkammerdrücke, die sich während der Mahlungen einstellen, aufgeführt. Die angegebenen Standardabweichungen spiegeln wider, in welchem Maße der Mahlkammerdruck im Verlauf des Mahlprozesses um den angegebenen Mittelwert schwankt. An welcher Stelle der Druck gemessen wurde, ist in Kapitel 4.2.1.2 erläutert.

Verwendete Parameter:

- F: Förderrate [ $\text{g min}^{-1}$ ]
- $p_m$ : Mahldruck [bar]
- MS: Mahlpalt [mm]
- $p_k$ : Mahlkammerdruck [mbar]
- sdv: Standardabweichung des Mahlkammerdrucks [mbar]

Lactose:

F [g min <sup>-1</sup> ]	p <sub>m</sub> [bar]	MS [mm]	1. Mahlversuch		2. Mahlversuch		3. Mahlversuch	
			p <sub>k</sub> [mbar]	sdv [mbar]	p <sub>k</sub> [mbar]	sdv [mbar]	p <sub>k</sub> [mbar]	sdv [mbar]
2	3	3	230	21,1	250	28,8	270	37,6
2	3	5	170	14,4	170	12,5	190	15,2
2	3	7	147	9,8	140	10,4	140	11,3
2	4	3	350	35,1	340	45,6	410	59,3
2	4	5	310	23,1	320	24,8	280	25,7
2	4	7	240	15,4	240	14,9	240	15,6
2	5	3	610	49,4	600	33,9	570	58,9
2	5	5	310	19,4	320	18,4	350	21,3
2	5	7	400	32,9	380	22,7	350	18,9
3,4	4	3	210	15,9	210	16,2	200	11,9
3,4	4	5	140	10,1	160	13,3	170	14,2
3,4	4	7	130	9,7	131	8,8	132	9,9
3,4	5	3	350	35,2	320	18,2	330	21,5
3,4	5	5	250	13,7	260	13,8	250	13,2
3,4	5	7	210	18,6	210	11,0	210	17,0
3,4	6	3	460	34,0	480	56,7	460	30,8
3,4	6	5	360	12,9	350	12,9	350	15,6
3,4	6	7	280	18,6	270	15,5	270	27,0
5,5	4	3	180	15,3	140	13,3	180	12,4
5,5	4	5	130	10,2	125	8,9		
5,5	4	7	98	7,0	82	6,9	90	13,0
5,5	5	3	250	22,0	230	15,5	250	17,8
5,5	5	5	180	11,5	190	13,6	190	15,1
5,5	5	7	157	9,2	160	15,1	150	11,0
5,5	6	3	320	15,0	350	16,8	340	23,8
5,5	6	5	250	12,0	270	16,7	290	15,4
5,5	6	7	186	9,1	190	12,9	210	17,8

Tabelle 10.3: In den einzelnen Mahlversuchen gemessene Mahlkammerdrücke mit ihren Standardabweichungen bei unterschiedlichen Mahleinstellungen. Substanz: Lactose

Ascorbinsäure:

			1. Mahlversuch		2. Mahlversuch		3. Mahlversuch		4. Mahlversuch	
F [g min <sup>-1</sup> ]	p <sub>m</sub> [bar]	MS [mm]	p <sub>k</sub> [mbar]	sdv [mbar]						
4,3	3	3	192	9,9	190	13,6	190	13,3		
4,3	3	5	143	9,6	144	9,1	140	12,2		
4,3	3	7	121	8,1	120	10	122	8,9		
4,3	4	3	310	15,1	300	19,7	290	15,8		
4,3	4	5	220	15,7	232	9,7	250	17,7	230	19,3
4,3	4	7	200	15,6	210	10,7	208	8,1		
4,3	5	3	450	18,2	450	37,5	430	18,2		
4,3	5	5	360	11,2	360	15,5	360	17,5		
4,3	5	7	320	12,7	330	12,4	300	37,2		
6,5	3	3	130	11,6	130	10,8	130	12,1		
6,5	3	5	76	6,8	75	6,4	86	7,3		
6,5	3	7	79	5,8	82	7	85	7,2		
6,5	4	3	220	11,2	230	10,4	189	9,3		
6,5	4	5	169	7,8	171	8,8	170	10		
6,5	4	7	137	8,8	146	8,5	140	10,6		
6,5	5	3	300	15,6	300	10,7	300	13,7		
6,5	5	5	220	13,6	220	12,2	220	13,2		
6,5	5	7	200	12,9	200	17,5	200	13,5		
9,9	3	3	95	7,7	91	8,4	93	8		
9,9	3	5	73	7,7	72	7,3	74	7,2		
9,9	3	7	62	6,3	55	5,7	63	7,4		
9,9	4	3	180	13,8	180	12,8	171	9,2		
9,9	4	5	131	7,9	127	8,4	129	9,7		
9,9	4	7	111	8,5	110	14,1	111	9,7		
9,9	5	3	250	13,8	270	15,4	260	17,5		
9,9	5	5	180	9,6	190	12,3	180	14,5		
9,9	5	7	170	11,1	160	11,0	170	16,1		

Tabelle 10.4: In den einzelnen Mahlversuchen gemessene Mahlkammerdrücke mit ihren Standardabweichungen bei unterschiedlichen Mahleinstellungen. Substanz: Ascorbinsäure

Natriumascorbat:

F [g min <sup>-1</sup> ]	p <sub>m</sub> [bar]	MS [mm]	1. Mahlversuch		2. Mahlversuch		3. Mahlversuch	
			p <sub>k</sub> [mbar]	sdv [mbar]	p <sub>k</sub> [mbar]	sdv [mbar]	p <sub>k</sub> [mbar]	sdv [mbar]
5	3	3	170	11,7	190	11,5	180	14
5	3	5	136	5,9	137	5	125	5,8
5	3	7	112	5,4	115	4,1	118	4,2
5	4	3	300	16,4	310	14,8	300	21,9
5	4	5	211	9,8	230	14,5	220	14,0
5	4	7	200	17,7	218	8,3	190	12,7
5	5	3	390	13,5	380	20,1	410	22,3
5	5	5	270	12,5	270	9,6	280	22,8
5	5	7	260	15,7	270	13,2	300	17,8
8	3	3	114	7,4	121	7,5	116	8,4
8	3	5	95	7,5	94	7,4	92	6,5
8	3	7	80	6,4	80	7,9	78	7,3
8	4	3	180	10,3	186	9,3	190	13,5
8	4	5	141	7,3	136	7,3	135	6,7
8	4	7	129	6,5	124	7,4	120	6,8
8	5	3	310	16,7	320	15,4	280	21,8
8	5	5	220	12,9	220	17,1	210	11,8
8	5	7	190	12,4	184	9,7	180	12,7
10,1	3	3	112	7,4	112	8,5	110	8,3
10,1	3	5	82	8,4	79	8,2	71	6,1
10,1	3	7	65	7,2	64	6,9	60	6,0
10,1	4	3	170	10,1	171	9,3	151	8,4
10,1	4	5	120	10,8	120	10,8	120	11,0
10,1	4	7	100	10,8	110	10,3	104	8,3
10,1	5	3	260	17,6	250	21,3	250	11,6
10,1	5	5	200	16,9	190	15,6	190	16,6
10,1	5	7	180	12,4	170	16,1	170	16,2

Tabelle 10.5: In den einzelnen Mahlversuchen gemessene Mahlkammerdrücke mit ihren Standardabweichungen bei unterschiedlichen Mahleinstellungen. Substanz: Natriumascorbat

Natriumchlorid:

F [g min <sup>-1</sup> ]	p <sub>m</sub> [bar]	MS [mm]	1. Mahlversuch		2. Mahlversuch		3. Mahlversuch	
			p <sub>k</sub> [mbar]	sdv [mbar]	p <sub>k</sub> [mbar]	sdv [mbar]	p <sub>k</sub> [mbar]	sdv [mbar]
3,8	4	3	195	7,1	197	7,1	198	7,3
3,8	4	5	144	7,1	150	6,1	136	7,4
3,8	4	7	123	5,8	129	6,9	131	6,5
3,8	5	3	300	11,5	310	11,0	300	10,2
3,8	5	5	214	7,2	219	7,9	219	8,7
3,8	5	7	192	8,5	191	8,0	191	7,6
3,8	6	3	430	16,3	430	14,9	410	11,3
3,8	6	5	308	8,2	310	11,5	320	11,1
3,8	6	7	279	5,9	280	8,2	280	8,3
7,4	4	3	140	10,0	140	9,5		
7,4	4	5	100	10,4	100	10,7	100	10,2
7,4	4	7	92	9,3	80	10,1	80	10,4
7,4	5	3	190	11,7	190	11,8	200	11,0
7,4	5	5	145	9,4	150	11,5	140	10,2
7,4	5	7	128	8,6	129	9,7	130	10,5
7,4	6	3	300	13,6	300	12,7	290	14,2
7,4	6	5	209	9,8	210	9,8	220	11,7
7,4	6	7	190	10,8	191	9,7	190	10,2
10,1	4	3	116	9,6	109	8,9	112	9,4
10,1	4	5	79	8,6	69	7,8	74	9,4
10,1	4	7	65	6,9	64	8,3	59	7,6
10,1	5	3	160	14,0	160	12,1	160	11,4
10,1	5	5	120	11,9	120	11,6	120	12,0
10,1	5	7	100	12,4	100	13,5	80	15,7
10,1	6	3	220	10,5	220	13,3	230	11,8
10,1	6	5	170	12,4	170	12,4	180	11,7
10,1	6	7	140	10,8	140	10,0	150	12,3

Tabelle 10.6: In den einzelnen Mahlversuchen gemessene Mahlkammerdrücke mit ihren Standardabweichungen bei unterschiedlichen Mahleinstellungen. Substanz: Natriumchlorid

## 10.4 Datenbasis für die Modellrechnungen

Verwendete Parameter:  $p_m$ : Mahldruck [bar]

MS: Mahlpalt [mm]

### 10.4.1 Datenbasis von Lactose

$p_m$ = 3 bar; MS= 3 mm	$p_m$ = 3 bar; MS= 5 mm	$p_m$ = 3 bar; MS= 7 mm	$p_m$ = 4 bar; MS= 3 mm	$p_m$ = 4 bar; MS= 5 mm	$p_m$ = 4 bar; MS= 7 mm	$p_m$ = 5 bar; MS= 3 mm	$p_m$ = 5 bar; MS= 5 mm	$p_m$ = 5 bar; MS= 7 mm
5,722	4,915	4,324	5,144	3,64	3,067	3,992	3,252	2,716
5,697	4,856	4,322	5,112	3,62	3,071	3,925	3,248	2,673
5,638	4,843	4,344	5,042	3,622	3,053	3,935	3,211	2,669
5,63	4,872	4,31	5,078	3,641	3,053	3,91	3,245	2,671
5,604	4,87	4,291	5,079	3,622	3,055	3,937	3,233	2,667
5,6	4,904	4,514	5,11	3,673	3,016	3,854	3,058	2,617
5,746	4,896	4,4	5,128	3,665	3,089	3,887	3,096	2,583
5,72	4,895	4,407	5,103	3,653	3,095	3,882	3,088	2,564
5,707	4,873	4,495	5,091	3,655	3,063	3,872	3,104	2,529
5,688	4,89	4,431	5,098	3,705	3,039	3,865	3,111	2,537
5,703	4,835	4,4	5,042	3,687	2,967	3,977	3,204	2,619
5,699	4,775	4,406	4,988	3,66	2,957	3,952	3,183	2,645
5,821	4,751	4,466	5,029	3,673	2,97	3,933	3,184	2,676
5,817	4,758	4,478	5,002	3,671	2,976	3,933	3,189	2,611
5,805	4,744	4,458	4,985	3,665	2,978	3,933	3,149	2,612
5,805						3,924		
5,829								

Tabelle 10.7: Lageparameter der Mahlversuche mit einer Förderrate von 2 g/min. Alle Angaben in  $\mu\text{m}$ .

$p_m$ = 3 bar; MS= 3 mm	$p_m$ = 3 bar; MS= 5 mm	$p_m$ = 3 bar; MS= 7 mm	$p_m$ = 4 bar; MS= 3 mm	$p_m$ = 4 bar; MS= 5 mm	$p_m$ = 4 bar; MS= 7 mm	$p_m$ = 5 bar; MS= 3 mm	$p_m$ = 5 bar; MS= 5 mm	$p_m$ = 5 bar; MS= 7 mm
1,901	2,094	2,206	2,148	2,337	2,367	2,418	2,443	2,332
1,927	2,066	2,178	2,102	2,327	2,39	2,323	2,459	2,436
1,924	2,061	2,192	2,075	2,342	2,414	2,352	2,456	2,455
1,935	2,064	2,174	2,06	2,304	2,389	2,318	2,445	2,415
1,915	2,085	2,166	2,071	2,304	2,398	2,339	2,435	2,456
1,916	2,073	2,13	2,057	2,357	2,41	2,455	2,372	2,326
2,179	2,07	2,115	2,061	2,345	2,378	2,418	2,368	2,408
2,102	2,065	2,151	2,047	2,329	2,37	2,428	2,36	2,422
2,088	2,054	2,178	2,048	2,31	2,372	2,435	2,353	2,448
2,075	2,064	2,16	2,047	2,332	2,386	2,439	2,382	2,469
2,108	2,154	2,234	2,135	2,29	2,448	2,461	2,425	2,365
2,104	2,111	2,144	2,109	2,283	2,416	2,435	2,402	2,364
2,115	2,114	2,145	2,12	2,286	2,405	2,434	2,418	2,34
2,084	2,113	2,139	2,098	2,31	2,4	2,438	2,436	2,377
2,06	2,129	2,156	2,122	2,315	2,384	2,442	2,434	2,407
2,072						2,434		
2,065								

Tabelle 10.8: Gleichmäßigkeitskoeffizienten der Mahlversuche mit einer Förderrate von 2 g/min.

$p_m^-$ 4 bar; MS= 3 mm	$p_m^-$ 4 bar; MS= 5 mm	$p_m^-$ 4 bar; MS= 7 mm	$p_m^-$ 5 bar; MS= 3 mm	$p_m^-$ 5 bar; MS= 5 mm	$p_m^-$ 5 bar; MS= 7 mm	$p_m^-$ 6 bar; MS= 3 mm	$p_m^-$ 6 bar; MS= 5 mm	$p_m^-$ 6 bar; MS= 7 mm
6,788	5,119	4	5,255	3,868	2,896	4,414	2,98	2,443
6,762	5,058	3,968	5,233	3,86	2,868	4,509	2,972	2,453
6,593	5,032	3,982	5,264	3,857	2,869	4,477	2,96	2,482
6,582	5,042	3,975	5,235	3,858	2,891	4,466	2,961	2,457
6,561	5,016	3,974	5,213	3,854	2,882	4,465	2,954	2,465
6,746	5,213	4,049	5,016	3,651	2,823	4,664	3,017	2,477
6,544	5,177	3,979	4,963	3,692	2,834	4,742	2,98	2,434
6,503	5,167	3,97	4,943	3,672	2,819	4,656	2,972	2,436
6,472	5,154	3,954	4,924	3,667	2,822	4,7	2,975	2,452
6,494	5,178	3,952	4,928	3,673	2,82	4,667	2,957	2,453
6,431	5,274	4,057	5,152	3,868	2,951	4,474	3,198	2,516
6,383	5,509	4,001	5,093	3,829	2,931	4,414	3,205	2,508
6,346	5,463	3,996	5,16	3,833	2,934	4,398	3,194	2,503
6,28	5,464	3,993	5,105	3,826	2,937	4,398	3,191	2,496
6,294	5,444	3,991	5,101	3,806	2,938	4,404	3,184	2,501

Tabelle 10.9: Lageparameter der Mahlversuche mit einer Förderrate von 3,4 g/min. Alle Angaben in  $\mu\text{m}$ .

$p_m^-$ 4 bar; MS= 3 mm	$p_m^-$ 4 bar; MS= 5 mm	$p_m^-$ 4 bar; MS= 7 mm	$p_m^-$ 5 bar; MS= 3 mm	$p_m^-$ 5 bar; MS= 5 mm	$p_m^-$ 5 bar; MS= 7 mm	$p_m^-$ 6 bar; MS= 3 mm	$p_m^-$ 6 bar; MS= 5 mm	$p_m^-$ 6 bar; MS= 7 mm
1,715	1,935	2,244	1,999	2,176	2,507	2,128	2,39	2,463
1,652	2,031	2,246	1,986	2,17	2,467	2,22	2,429	2,476
1,661	2,013	2,229	2,02	2,168	2,442	2,214	2,435	2,505
1,659	2,028	2,246	1,99	2,153	2,441	2,211	2,475	2,502
1,659	2,001	2,235	1,989	2,144	2,459	2,206	2,447	2,511
1,694	1,87	2,254	2,06	2,24	2,459	2,144	2,417	2,374
1,629	1,864	2,218	2,015	2,253	2,416	2,172	2,437	2,424
1,619	1,86	2,241	2,011	2,257	2,446	2,165	2,419	2,429
1,61	1,853	2,235	1,993	2,254	2,456	2,166	2,44	2,369
1,588	1,845	2,241	1,983	2,233	2,434	2,155	2,449	2,386
1,731	1,682	2,274	2,044	2,177	2,409	2,244	2,33	2,421
1,712	1,736	2,278	2	2,172	2,414	2,168	2,349	2,437
1,707	1,732	2,275	2,033	2,185	2,394	2,182	2,34	2,445
1,697	1,72	2,281	2,007	2,174	2,418	2,168	2,342	2,437
1,701	1,747	2,246	2,005	2,161	2,41	2,162	2,335	2,45

Tabelle 10.10: Gleichmäßigkeitskoeffizienten der Mahlversuche mit einer Förderrate von 3,4 g/min.

$p_m^-$ 4 bar; MS= 3 mm	$p_m^-$ 4 bar; MS= 5 mm	$p_m^-$ 4 bar; MS= 7 mm	$p_m^-$ 5 bar; MS= 3 mm	$p_m^-$ 5 bar; MS= 5 mm	$p_m^-$ 5 bar; MS= 7 mm	$p_m^-$ 6 bar; MS= 3 mm	$p_m^-$ 6 bar; MS= 5 mm	$p_m^-$ 6 bar; MS= 7 mm
8,262	6,061	5,385	5,969	4,316	3,805	5,316	3,488	3,27
8,152	6,044	5,394	5,888	4,286	3,723	5,384	3,519	3,35
8,328	5,911	5,293	5,841	4,339	3,715	5,357	3,496	3,38
8,202	6,06	5,267	5,879	4,353	3,704	5,321	3,503	3,357
8,202	5,969	5,275	5,824	4,325	3,707	5,344	3,475	3,345
8,409	6,15	5,216	6,375	4,184	3,658	5,3	3,502	3,296
8,233	6,008	5,032	6,339	4,143	3,595	5,233	3,493	3,237
8,313	5,945	5,077	6,303	4,134	3,644	5,241	3,484	3,212
8,259	5,94	5,007	6,267	4,133	3,659	5,202	3,461	3,248
8,388	5,948	5,073	6,283	4,119	3,649	5,212	3,463	3,28
8,056	5,932	5,132	5,948	4,251	3,838	5,357	3,771	3,291
7,988	5,632	5,042	5,948	4,22	3,795	5,23	3,693	3,246
7,789	5,641	5,035	5,916	4,232	3,795	5,222	3,668	3,237
8,413	5,652	5,002	5,921	4,219	3,74	5,244	3,666	3,233
7,904	5,61	4,87	5,914	4,226	3,755	5,217	3,687	3,233
	5,732	5,034						

Tabelle 10.11: Lageparameter der Mahlversuche mit einer Förderrate von 5,5 g/min. Alle Angaben in  $\mu\text{m}$ .

$p_m^-$ 4 bar; MS= 3 mm	$p_m^-$ 4 bar; MS= 5 mm	$p_m^-$ 4 bar; MS= 7 mm	$p_m^-$ 5 bar; MS= 3 mm	$p_m^-$ 5 bar; MS= 5 mm	$p_m^-$ 5 bar; MS= 7 mm	$p_m^-$ 6 bar; MS= 3 mm	$p_m^-$ 6 bar; MS= 5 mm	$p_m^-$ 6 bar; MS= 7 mm
1,44	1,601	1,704	1,853	2,121	2,311	1,908	2,274	2,224
1,404	1,564	1,69	1,836	2,139	2,268	1,963	2,274	2,287
1,353	1,579	1,712	1,825	2,172	2,255	1,944	2,32	2,318
1,374	1,572	1,731	1,818	2,176	2,266	1,942	2,317	2,301
1,374	1,599	1,692	1,828	2,176	2,258	1,937	2,352	2,308
1,449	1,597	1,798	1,779	2,242	2,275	2,03	2,307	2,31
1,449	1,61	1,83	1,736	2,207	2,274	2,004	2,26	2,346
1,437	1,62	1,826	1,736	2,199	2,285	1,984	2,306	2,36
1,433	1,617	1,824	1,731	2,202	2,251	1,95	2,332	2,354
1,418	1,619	1,812	1,732	2,184	2,282	1,961	2,305	2,362
1,417	1,615	1,81	1,769	2,221	2,304	1,982	2,179	2,308
1,377	1,876	1,803	1,753	2,205	2,263	1,931	2,214	2,334
1,376	1,866	1,833	1,755	2,198	2,291	1,922	2,212	2,358
1,268	1,848	1,822	1,758	2,199	2,234	1,927	2,199	2,305
1,359	1,858	1,909	1,762	2,185	2,242	1,916	2,193	2,349
	1,896	1,843						

Tabelle 10.12: Gleichmäßigkeitskoeffizienten der Mahlversuche mit einer Förderrate von 5,5 g/min.

### 10.4.2 Datenbasis von Natriumascorbat

$p_m =$ 3 bar; MS= 3 mm	$p_m =$ 3 bar; MS= 5 mm	$p_m =$ 3 bar; MS= 7 mm	$p_m =$ 4 bar; MS= 3 mm	$p_m =$ 4 bar; MS= 5 mm	$p_m =$ 4 bar; MS= 7 mm	$p_m =$ 5 bar; MS= 3 mm	$p_m =$ 5 bar; MS= 5 mm	$p_m =$ 5 bar; MS= 7 mm
5,587	3,854	3,639	4,729	3,273	2,64	4,184	3,016	2,4
5,557	3,889	3,623	4,718	3,275	2,651	4,184	3,059	2,437
5,566	3,877	3,62	4,69	3,308	2,646	4,182	3,018	2,414
5,561	3,828	3,608	4,703	3,324	2,653	4,189	3,016	2,424
5,509	3,872	3,613	4,712	3,321	2,692	4,201	3,038	2,406
5,68	4,035	3,65	4,935	3,245	2,698	3,949	3,012	2,308
5,716	3,997	3,673	4,925	3,274	2,713	3,937	3,018	2,275
5,751	4,007	3,667	4,938	3,334	2,715	3,938	3,074	2,306
5,76	3,992	3,676	4,915	3,318	2,75	3,911	3,122	2,358
5,717	3,995	3,672	4,927	3,458	2,839	3,91	3,199	2,377
6,07	4,195	3,467	4,678	3,232	2,831	4,139	2,943	2,377
6,029	4,185	3,461	4,743	3,235	2,81	4,171	2,985	2,377
5,923	4,171	3,471	4,744	3,237	2,814	4,124	2,976	2,375
5,862	4,168	3,468	4,775	3,237	2,821	4,168	2,951	2,355
5,971	4,169	3,471	4,704	3,256	2,809	4,172	2,969	2,414

Tabelle 10.13: Lageparameter der Mahlversuche mit einer Förderrate von 5 g/min. Alle Angaben in  $\mu\text{m}$ .

$p_m =$ 3 bar; MS= 3 mm	$p_m =$ 3 bar; MS= 5 mm	$p_m =$ 3 bar; MS= 7 mm	$p_m =$ 4 bar; MS= 3 mm	$p_m =$ 4 bar; MS= 5 mm	$p_m =$ 4 bar; MS= 7 mm	$p_m =$ 5 bar; MS= 3 mm	$p_m =$ 5 bar; MS= 5 mm	$p_m =$ 5 bar; MS= 7 mm
1,609	1,992	2,102	1,998	2,231	2,342	1,97	2,347	2,393
1,527	1,932	2,062	1,971	2,279	2,307	1,98	2,346	2,37
1,532	1,936	2,056	2,001	2,234	2,317	1,971	2,369	2,37
1,593	1,725	2,062	1,983	2,23	2,32	1,965	2,365	2,347
1,514	1,932	2,058	1,983	2,263	2,276	1,96	2,349	2,377
1,54	1,985	2,071	1,954	2,273	2,359	1,899	2,36	2,481
1,561	1,939	2,07	1,961	2,261	2,322	1,878	2,345	2,505
1,55	1,955	2,069	1,948	2,242	2,329	1,882	2,297	2,479
1,541	1,944	2,069	1,947	2,24	2,311	1,696	2,27	2,396
1,549	1,952	2,075	1,94	2,212	2,269	1,692	2,228	2,377
1,642	1,901	2,14	1,928	2,16	2,388	2,014	2,342	2,402
1,625	1,886	2,113	1,88	2,161	2,373	1,927	2,309	2,422
1,629	1,886	2,121	1,878	2,174	2,38	1,927	2,311	2,432
1,542	1,884	2,116	1,883	2,161	2,363	1,926	2,321	2,443
1,626	1,883	2,106	1,874	2,164	2,394	1,925	2,311	2,369

Tabelle 10.14: Gleichmäßigkeitskoeffizienten der Mahlversuche mit einer Förderrate von 5 g/min.

$p_m =$ 3 bar; MS= 3 mm	$p_m =$ 3 bar; MS= 5 mm	$p_m =$ 3 bar; MS= 7 mm	$p_m =$ 4 bar; MS= 3 mm	$p_m =$ 4 bar; MS= 5 mm	$p_m =$ 4 bar; MS= 7 mm	$p_m =$ 5 bar; MS= 3 mm	$p_m =$ 5 bar; MS= 5 mm	$p_m =$ 5 bar; MS= 7 mm
7,44	5,993	6,034	5,279	4,296	3,937	4,589	3,295	2,945
7,393	5,999	6,015	5,261	4,291	3,926	4,635	3,298	2,959
7,393	5,998	6,044	5,26	4,274	3,935	4,587	3,301	2,963
7,31	5,985	6,052	5,279	4,312	3,931	4,624	3,295	2,963
7,355	6,066	5,975	5,301	4,325	3,939	4,583	3,299	2,951
7,331	6,195	5,77	5,556	4,197	3,913	4,613	3,501	3,034
7,354	6,192	5,767	5,189	4,272	3,905	4,616	3,485	3,027
7,264	6,212	5,754	5,541	4,255	3,921	4,608	3,471	3,028
7,186	6,166	5,782	5,551	4,258	3,93	4,627	3,486	3,016
7,305	6,151	5,74	5,543	4,253	3,918	4,654	3,479	3,044
7,194	6,354	5,634	5,524	4,313	3,952	4,597	3,483	3,054
7,246	6,377	5,683	5,543	4,319	3,955	4,605	3,48	3,051
7,128	6,353	5,674	5,571	4,299	3,948	4,612	3,489	3,048
7,215	6,3	5,595	5,579	4,321	3,951	4,574	3,494	3,053
7,213	6,329	5,689	5,577	4,354	3,958	4,63	3,56	3,05
							3,584	

Tabelle 10.15: Lageparameter der Mahlversuche mit einer Förderrate von 8 g/min. Alle Angaben in  $\mu\text{m}$ .

$p_m =$ 3 bar; MS= 3 mm	$p_m =$ 3 bar; MS= 5 mm	$p_m =$ 3 bar; MS= 7 mm	$p_m =$ 4 bar; MS= 3 mm	$p_m =$ 4 bar; MS= 5 mm	$p_m =$ 4 bar; MS= 7 mm	$p_m =$ 5 bar; MS= 3 mm	$p_m =$ 5 bar; MS= 5 mm	$p_m =$ 5 bar; MS= 7 mm
1,52	1,594	1,616	1,723	1,952	1,987	1,792	2,075	2,166
1,521	1,594	1,596	1,714	1,947	1,99	1,771	2,049	2,153
1,524	1,601	1,596	1,721	1,961	1,99	1,766	2,043	2,158
1,534	1,601	1,679	1,707	1,947	1,976	1,781	2,044	2,159
1,532	1,589	1,609	1,707	1,947	1,989	1,786	2,072	2,157
1,541	1,656	1,61	1,718	1,997	1,937	1,78	2,172	2,116
1,54	1,658	1,692	1,737	1,939	1,935	1,766	2,131	2,124
1,492	1,655	1,719	1,715	1,951	1,943	1,768	2,142	2,12
1,549	1,662	1,599	1,73	1,952	1,946	1,784	2,141	2,121
1,545	1,66	1,609	1,729	1,951	1,941	1,774	2,138	2,139
1,455	1,632	1,633	1,649	1,939	1,98	1,887	2,141	2,108
1,503	1,622	1,621	1,732	1,967	1,986	1,884	2,033	2,101
1,46	1,624	1,62	1,717	1,967	1,979	1,896	2,047	2,113
1,511	1,621	1,639	1,714	1,968	1,995	1,893	1,799	2,11
1,51	1,63	1,623	1,72	1,978	1,988	1,902	2,073	2,107
							2,069	

Tabelle 10.16: Gleichmäßigkeitskoeffizienten der Mahlversuche mit einer Förderrate von 8 g/min.

$p_m^-$ 3 bar; MS= 3 mm	$p_m^-$ 3 bar; MS= 5 mm	$p_m^-$ 3 bar; MS= 7 mm	$p_m^-$ 4 bar; MS= 3 mm	$p_m^-$ 4 bar; MS= 5 mm	$p_m^-$ 4 bar; MS= 7 mm	$p_m^-$ 5 bar; MS= 3 mm	$p_m^-$ 5 bar; MS= 5 mm	$p_m^-$ 5 bar; MS= 7 mm
7,952	7,188	6,949	6,012	5,597	4,96	4,692	3,809	3,349
7,816	7,234	6,91	5,994	5,591	4,899	4,738	3,808	3,345
7,847	7,181	6,999	5,997	5,659	4,958	4,766	3,815	3,35
7,729	7,159	6,96	5,989	5,668	4,955	4,782	3,81	3,359
7,82	7,183	6,875	5,928	5,72	4,939	4,72	3,787	3,351
7,783	6,955	6,856	5,88	5,507	4,914	4,856	3,886	3,324
7,827	7,085	6,901	5,923	5,472	4,883	4,93	3,841	3,304
7,76	7,049	6,848	5,926	5,508	4,891	4,909	3,87	3,333
7,791	7,115	6,894	5,937	5,574	4,897	4,935	3,844	3,331
7,828	7,13	6,919	5,935	5,494	4,904	4,924	3,852	3,336
7,633	7,366	6,742	5,939	5,461	4,955	5,001	3,868	3,339
7,599	7,206	6,682	5,875	5,517	4,975	5,014	3,914	3,334
7,552	7,303	6,717	5,889	5,473	5,017	4,966	3,901	3,327
7,648	7,178	6,742	5,862	5,567	4,975	5	3,885	3,346
7,598	7,21	6,721	5,908	5,505	5,014	5,052	3,954	3,35

Tabelle 10.17: Lageparameter der Mahlversuche mit einer Förderrate von 10,1 g/min. Alle Angaben in  $\mu\text{m}$ .

$p_m^-$ 3 bar; MS= 3 mm	$p_m^-$ 3 bar; MS= 5 mm	$p_m^-$ 3 bar; MS= 7 mm	$p_m^-$ 4 bar; MS= 3 mm	$p_m^-$ 4 bar; MS= 5 mm	$p_m^-$ 4 bar; MS= 7 mm	$p_m^-$ 5 bar; MS= 3 mm	$p_m^-$ 5 bar; MS= 5 mm	$p_m^-$ 5 bar; MS= 7 mm
1,399	1,525	1,536	1,49	1,649	1,783	1,829	1,974	2,025
1,386	1,513	1,546	1,537	1,662	1,776	1,798	1,975	2,045
1,427	1,528	1,539	1,477	1,653	1,775	1,772	1,973	2,008
1,427	1,53	1,544	1,479	1,652	1,776	1,747	1,969	2,009
1,422	1,526	1,549	1,481	1,648	1,785	1,784	1,984	2,014
1,402	1,491	1,448	1,518	1,632	1,746	1,723	1,971	1,971
1,391	1,483	1,494	1,602	1,726	1,752	1,562	1,969	1,725
1,434	1,509	1,456	1,598	1,73	1,759	1,56	1,977	1,959
1,395	1,506	1,497	1,603	1,75	1,758	1,56	1,996	1,958
1,437	1,514	1,515	1,603	1,738	1,748	1,553	1,992	1,964
1,449	1,469	1,518	1,672	1,629	1,807	1,63	1,979	2,023
1,441	1,436	1,523	1,617	1,624	1,803	1,708	1,952	2,029
1,398	1,429	1,513	1,622	1,627	1,8	1,715	1,964	2,03
1,431	1,426	1,514	1,618	1,723	1,829	1,62	1,968	2,033
1,43	1,479	1,517	1,621	1,627	1,806	1,647	1,976	2,038

Tabelle 10.18: Gleichmäßigkeitskoeffizienten der Mahlversuche mit einer Förderrate von 10,1 g/min.

### 10.4.3 Datenbasis von Ascorbinsäure

$p_m=$ 3 bar; MS= 3 mm	$p_m=$ 3 bar; MS= 5 mm	$p_m=$ 3 bar; MS= 7 mm	$p_m=$ 4 bar; MS= 3 mm	$p_m=$ 4 bar; MS= 5 mm	$p_m=$ 4 bar; MS= 7 mm	$p_m=$ 5 bar; MS= 3 mm	$p_m=$ 5 bar; MS= 5 mm	$p_m=$ 5 bar; MS= 7 mm
6,592	5,672	5,01	4,481	4,031	3,871	4,215	3,209	2,835
6,669	5,651	5,01	4,508	4,035	3,804	4,028	3,294	2,784
6,409	5,399	4,99	4,534	3,98	3,736	3,835	3,247	2,833
6,493	5,575	5,062	4,289	3,993	3,662	3,9	3,212	2,806
6,828	5,443	4,985	4,515	3,981	3,682	3,876	3,282	2,773
6,533	5,64	4,952	4,691	4,092	3,587	4,095	3,327	2,856
6,291	5,587	5,01	4,651	4,14	3,62	3,95	3,28	2,841
6,401	5,431	4,976	4,594	4,133	3,72	3,939	3,24	2,884
6,201	5,358	4,936	4,567	3,977	3,584	3,839	3,221	2,855
6,336	5,451	4,961	4,602	3,934	3,685	3,878	3,329	2,878
6,597	5,631	4,974	4,486	4,134	3,632	4,031	3,273	2,76
6,391	5,598	5,093	4,515	4,014	3,608	3,97	3,133	2,893
6,409	5,661	5,071	4,58	3,982	3,587	4,039	3,177	2,815
6,388	5,615	5,074	4,585	3,916	3,621	4,014	3,209	2,715
4,533	5,644	4,939	4,545	3,938	3,616	4,057	3,184	2,741

Tabelle 10.19: Lageparameter der Mahlversuche mit einer Förderrate von 9,9 g/min. Alle Angaben in  $\mu\text{m}$ .

$p_m=$ 3 bar; MS= 3 mm	$p_m=$ 3 bar; MS= 5 mm	$p_m=$ 3 bar; MS= 7 mm	$p_m=$ 4 bar; MS= 3 mm	$p_m=$ 4 bar; MS= 5 mm	$p_m=$ 4 bar; MS= 7 mm	$p_m=$ 5 bar; MS= 3 mm	$p_m=$ 5 bar; MS= 5 mm	$p_m=$ 5 bar; MS= 7 mm
1,16	1,271	1,331	1,39	1,543	1,472	1,412	1,552	1,79
1,151	1,272	1,35	1,397	1,541	1,514	1,504	1,682	1,755
1,166	1,291	1,361	1,388	1,551	1,545	1,55	1,658	1,816
1,156	1,279	1,351	1,413	1,553	1,566	1,529	1,691	1,828
1,139	1,297	1,356	1,396	1,549	1,549	1,531	1,693	1,781
1,14	1,3	1,336	1,386	1,477	1,621	1,513	1,614	1,741
1,174	1,285	1,363	1,397	1,499	1,632	1,557	1,635	1,708
1,161	1,302	1,381	1,395	1,504	1,589	1,543	1,645	1,725
1,185	1,3	1,372	1,409	1,525	1,63	1,56	1,642	1,725
1,161	1,3	1,376	1,403	1,528	1,592	1,567	1,653	1,739
1,145	1,259	1,34	1,411	1,494	1,635	1,552	1,661	1,751
1,165	1,264	1,345	1,401	1,451	1,64	1,561	1,654	1,782
1,164	1,269	1,344	1,396	1,524	1,641	1,552	1,675	1,765
1,167	1,267	1,344	1,391	1,519	1,638	1,549	1,666	1,791
1,17	1,275	1,343	1,395	1,485	1,639	1,545	1,672	1,805

Tabelle 10.20: Gleichmäßigkeitskoeffizienten der Mahlversuche mit einer Förderrate von 9,9 g/min.

$p_m^-$ 3 bar; MS= 3 mm	$p_m^-$ 3 bar; MS= 5 mm	$p_m^-$ 3 bar; MS= 7 mm	$p_m^-$ 4 bar; MS= 3 mm	$p_m^-$ 4 bar; MS= 5 mm	$p_m^-$ 4 bar; MS= 7 mm	$p_m^-$ 5 bar; MS= 3 mm	$p_m^-$ 5 bar; MS= 5 mm	$p_m^-$ 5 bar; MS= 7 mm
6,22	4,876	4,052	4,298	3,095	3,035	3,796	2,8	2,377
6,256	4,959	3,829	4,251	3,018	2,933	3,821	2,736	2,388
5,925	4,915	3,909	4,255	3,115	2,906	3,704	2,779	2,378
5,788	4,84	3,827	4,145	3,048	2,912	3,77	2,793	2,359
5,989	4,833	3,842	4,25	3,088	2,833	3,727	2,746	2,395
6,299	4,746	3,942	4,349	3,02	2,886	3,67	2,769	2,389
6,259	4,78	3,964	4,257	3,005	2,848	3,546	2,719	2,395
6,2	4,654	3,968	4,194	2,995	2,937	3,68	2,735	2,394
5,864	4,609	3,864	4,264	3	2,914	3,669	2,736	2,364
5,987	4,662	3,959	4,293	2,996	2,868	3,602	2,644	2,322
6,055	4,929	3,897	4,183	3,081	2,871	3,705	2,7	2,368
5,871	4,675	3,891	4,331	3,046	2,973	3,754	2,789	2,37
5,99	4,86	3,789	4,212	2,961	2,873	3,717	2,799	2,418
5,967	4,618	3,856	4,211	2,947	2,947	3,726	2,779	2,422
5,973	4,648	3,828	4,197	2,968	2,892	3,723	2,659	2,332
					2,906			

Tabelle 10.21: Lageparameter der Mahlversuche mit einer Förderrate von 6,5 g/min. Alle Angaben in  $\mu\text{m}$ .

$p_m^-$ 3 bar; MS= 3 mm	$p_m^-$ 3 bar; MS= 5 mm	$p_m^-$ 3 bar; MS= 7 mm	$p_m^-$ 4 bar; MS= 3 mm	$p_m^-$ 4 bar; MS= 5 mm	$p_m^-$ 4 bar; MS= 7 mm	$p_m^-$ 5 bar; MS= 3 mm	$p_m^-$ 5 bar; MS= 5 mm	$p_m^-$ 5 bar; MS= 7 mm
1,133	1,253	1,43	1,484	1,788	1,805	1,542	1,802	1,798
1,175	1,279	1,466	1,494	1,808	1,817	1,572	1,794	1,786
1,174	1,308	1,49	1,49	1,798	1,83	1,567	1,809	1,806
1,18	1,324	1,496	1,499	1,789	1,816	1,576	1,821	1,786
1,174	1,315	1,522	1,469	1,797	1,731	1,578	1,811	1,794
1,149	1,277	1,533	1,442	1,801	1,759	1,542	1,814	1,799
1,133	1,326	1,532	1,465	1,789	1,786	1,562	1,82	1,779
1,144	1,326	1,523	1,469	1,792	1,808	1,56	1,831	1,878
1,163	1,331	1,554	1,452	1,808	1,825	1,561	1,833	1,799
1,157	1,335	1,529	1,449	1,808	1,814	1,544	1,83	1,792
1,157	1,32	1,527	1,454	1,809	1,805	1,546	1,696	1,8
1,178	1,365	1,543	1,427	1,809	1,822	1,569	1,703	1,773
1,165	1,318	1,558	1,451	1,815	1,806	1,582	1,69	1,79
1,171	1,348	1,558	1,428	1,822	1,815	1,574	1,721	1,785
1,168	1,357	1,566	1,45	1,809	1,789	1,59	1,731	1,794
					1,81			

Tabelle 10.22: Gleichmäßigkeitskoeffizienten der Mahlversuche mit einer Förderrate von 6,5 g/min.

$\rho_m^-$ 3 bar; MS= 3 mm	$\rho_m^-$ 3 bar; MS= 5 mm	$\rho_m^-$ 3 bar; MS= 7 mm	$\rho_m^-$ 4 bar; MS= 3 mm	$\rho_m^-$ 4 bar; MS= 5 mm	$\rho_m^-$ 4 bar; MS= 7 mm	$\rho_m^-$ 5 bar; MS= 3 mm	$\rho_m^-$ 5 bar; MS= 5 mm	$\rho_m^-$ 5 bar; MS= 7 mm
4,394	3,262	2,884	3,688	2,752	2,244	3,406	2,234	1,892
4,36	3,287	2,839	3,668	2,715	2,259	3,441	2,191	1,918
4,396	3,296	2,849	3,708	2,725	2,221	3,363	2,28	1,881
4,317	3,271	2,861	3,662	2,722	2,233	3,376	2,29	1,905
4,363	3,265	2,78	3,635	2,667	2,274	3,418	2,26	1,894
4,465	3,372	2,827	3,782	2,742	2,265	3,269	2,173	1,934
4,397	3,406	2,771	3,61	2,573	2,302	3,26	2,256	1,943
4,511	3,378	2,748	3,75	2,583	2,253	3,27	2,223	1,953
4,423	3,364	2,772	3,747	2,609	2,292	3,29	2,248	1,908
4,514	3,386	2,752	3,708	2,591	2,288	3,297	2,167	1,944
4,605	3,33	2,865	3,718	2,632	2,314	3,366	2,238	1,938
4,654	3,333	2,859	3,624	2,628	2,336	3,376	2,282	1,969
4,558	3,307	2,822	3,715	2,672	2,309	3,346	2,27	1,961
4,497	3,306	2,837	3,672	2,608	2,253	3,336	2,266	1,921
4,602	3,311	2,774	3,722	2,64	2,219	3,289	2,267	1,948
				2,582				
				2,616				
				2,783				
				2,749				
				2,718				
				2,697				
				2,639				

Tabelle 10.23: Lageparameter der Mahlversuche mit einer Förderrate von 4,3 g/min. Alle Angaben in  $\mu\text{m}$ .

$\rho_m^-$ 3 bar; MS= 3 mm	$\rho_m^-$ 3 bar; MS= 5 mm	$\rho_m^-$ 3 bar; MS= 7 mm	$\rho_m^-$ 4 bar; MS= 3 mm	$\rho_m^-$ 4 bar; MS= 5 mm	$\rho_m^-$ 4 bar; MS= 7 mm	$\rho_m^-$ 5 bar; MS= 3 mm	$\rho_m^-$ 5 bar; MS= 5 mm	$\rho_m^-$ 5 bar; MS= 7 mm
1,444	1,731	1,861	1,605	1,863	1,987	1,561	1,906	1,975
1,451	1,744	1,864	1,605	1,86	1,985	1,576	1,922	2,012
1,446	1,742	1,854	1,627	1,896	1,986	1,568	1,921	1,982
1,45	1,732	1,865	1,608	1,837	1,985	1,564	1,92	2,02
1,438	1,742	1,858	1,618	1,847	1,989	1,562	1,923	2,037
1,415	1,725	1,879	1,593	1,891	1,916	1,696	1,919	1,952
1,417	1,725	1,828	1,588	1,854	1,926	1,71	1,968	1,953
1,413	1,724	1,828	1,581	1,84	1,915	1,699	1,977	1,965
1,427	1,73	1,823	1,592	1,855	1,899	1,71	1,976	1,966
1,408	1,727	1,828	1,583	1,85	1,918	1,714	1,977	1,988
1,377	1,732	1,787	1,572	1,877	1,941	1,679	1,901	1,946
1,358	1,723	1,782	1,873	1,872	1,923	1,701	1,931	1,916
1,375	1,721	1,764	1,566	1,836	1,909	1,656	1,904	1,91
1,378	1,723	1,781	1,58	1,875	1,91	1,713	1,946	1,944
1,38	1,719	1,767	1,555	1,878	1,907	1,652	1,959	1,942
				1,855				
				1,899				
				1,838				
				1,867				
				1,839				
				1,889				
				1,914				

Tabelle 10.24: Gleichmäßigkeitskoeffizienten der Mahlversuche mit einer Förderrate von 4,3 g/min.

### 10.4.4 Datenbasis von Natriumchlorid

$p_m=$ 4 bar; MS= 3 mm	$p_m=$ 4 bar; MS= 5 mm	$p_m=$ 4 bar; MS= 7 mm	$p_m=$ 5 bar; MS= 3 mm	$p_m=$ 5 bar; MS= 5 mm	$p_m=$ 5 bar; MS= 7 mm	$p_m=$ 6 bar; MS= 3 mm	$p_m=$ 6 bar; MS= 5 mm	$p_m=$ 6 bar; MS= 7 mm
7,616	7,016	6,201	5,483	5,062	4,837	4,332	3,852	3,672
7,441	6,989	6,178	5,336	5,114	4,93	4,338	3,821	3,68
7,633	7,165	6,189	5,388	5,194	4,927	4,347	3,828	3,673
7,643	7,226	6,174	5,386	5,109	4,903	4,368	3,822	3,702
7,918	7,055	6,242	5,291	5,25	4,909	4,37	3,839	3,697
7,533	7,004	6,267	5,408	5,121	4,851	4,365	3,825	3,586
7,656	7,072	6,198	5,505	5,201	4,68	4,393	3,786	3,565
7,279	7,012	6,304	5,426	5,186	4,856	4,352	3,882	3,617
7,842	6,816	6,129	5,307	5,244	4,878	4,362	3,861	3,659
7,717	7,057	6,223	5,35	5,164	4,902	4,353	3,851	3,642
8,269	6,703	6,458	5,479	5,199	4,897	4,265	3,754	3,62
7,499	6,791	6,413	5,454	5,099	4,893	4,347	3,77	3,608
7,456	6,908	6,46	5,467	4,992	4,874	4,389	3,759	3,637
7,788	7,2	6,366	5,47	5,085	4,869	4,35	3,771	3,654
7,618	7,433	6,446	5,466	5,069	4,835	4,358	3,82	3,648

Tabelle 10.25: Lageparameter der Mahlversuche mit einer Förderrate von 10,1 g/min. Alle Angaben in  $\mu\text{m}$ .

$p_m=$ 4 bar; MS= 3 mm	$p_m=$ 4 bar; MS= 5 mm	$p_m=$ 4 bar; MS= 7 mm	$p_m=$ 5 bar; MS= 3 mm	$p_m=$ 5 bar; MS= 5 mm	$p_m=$ 5 bar; MS= 7 mm	$p_m=$ 6 bar; MS= 3 mm	$p_m=$ 6 bar; MS= 5 mm	$p_m=$ 6 bar; MS= 7 mm
1,353	1,429	1,583	1,591	1,704	1,815	1,968	2,161	2,202
1,367	1,441	1,543	1,65	1,649	1,748	1,947	2,103	2,21
1,339	1,422	1,552	1,61	1,667	1,754	1,954	2,116	2,206
1,341	1,418	1,589	1,633	1,702	1,77	1,945	2,126	2,22
1,298	1,437	1,575	1,64	1,657	1,778	1,93	2,12	2,204
1,368	1,459	1,597	1,602	1,669	1,772	1,924	2,108	2,27
1,355	1,453	1,604	1,576	1,655	1,843	1,905	2,124	2,269
1,382	1,457	1,584	1,611	1,666	1,778	1,931	2,084	2,23
1,328	1,483	1,609	1,627	1,667	1,774	1,932	2,116	2,205
1,332	1,442	1,606	1,619	1,68	1,763	1,946	2,118	2,205
1,2	1,465	1,556	1,598	1,646	1,747	1,943	2,131	2,213
1,333	1,454	1,559	1,598	1,688	1,746	1,917	2,141	2,21
1,351	1,45	1,556	1,601	1,726	1,768	1,9	2,152	2,221
1,306	1,418	1,558	1,615	1,693	1,763	1,908	2,127	2,2
1,329	1,378	1,563	1,624	1,707	1,786	1,927	2,126	2,19

Tabelle 10.26: Gleichmäßigkeitskoeffizienten der Mahlversuche mit einer Förderrate von 10,1 g/min.

$p_m^-$ 4 bar; MS= 3 mm	$p_m^-$ 4 bar; MS= 5 mm	$p_m^-$ 4 bar; MS= 7 mm	$p_m^-$ 5 bar; MS= 3 mm	$p_m^-$ 5 bar; MS= 5 mm	$p_m^-$ 5 bar; MS= 7 mm	$p_m^-$ 6 bar; MS= 3 mm	$p_m^-$ 6 bar; MS= 5 mm	$p_m^-$ 6 bar; MS= 7 mm
5,745	5,316	4,995	4,251	3,885	3,583	3,547	2,896	2,703
5,529	5,337	5,044	4,348	3,854	3,58	3,529	2,891	2,722
5,665	5,269	4,998	4,341	3,835	3,59	3,515	2,866	2,706
5,636	5,171	4,997	4,294	3,826	3,596	3,519	2,909	2,702
5,609	5,233	5,046	4,308	3,901	3,601	3,521	2,893	2,713
5,696	5,342	4,858	4,258	3,773	3,748	3,546	2,866	2,73
5,525	5,271	4,922	4,331	3,874	3,754	3,518	2,881	2,719
5,658	5,306	4,984	4,329	3,874	3,707	3,532	2,881	2,724
5,606	5,222	4,925	4,318	3,917	3,749	3,499	2,857	2,705
5,543	5,282	4,937	4,196	3,902	3,742	3,549	2,844	2,721
5,685	5,285	4,798	4,232	3,903	3,714	3,503	2,917	2,733
5,616	5,345	5,021	4,327	3,826	3,726	3,484	2,909	2,736
5,637	5,212	4,999	4,293	3,826	3,735	3,51	2,922	2,71
5,591	5,155	4,928	4,337	3,816	3,715	3,506	2,902	2,751
5,56	5,306	4,975	4,337	3,773	3,734	3,499	2,909	2,781

Tabelle 10.27: Lageparameter der Mahlversuche mit einer Förderrate von 7,4 g/min. Alle Angaben in  $\mu\text{m}$ .

$p_m^-$ 4 bar; MS= 3 mm	$p_m^-$ 4 bar; MS= 5 mm	$p_m^-$ 4 bar; MS= 7 mm	$p_m^-$ 5 bar; MS= 3 mm	$p_m^-$ 5 bar; MS= 5 mm	$p_m^-$ 5 bar; MS= 7 mm	$p_m^-$ 6 bar; MS= 3 mm	$p_m^-$ 6 bar; MS= 5 mm	$p_m^-$ 6 bar; MS= 7 mm
1,572	1,674	1,821	1,986	2,168	2,27	2,253	2,547	2,659
1,58	1,679	1,804	1,944	2,135	2,26	2,254	2,545	2,595
1,589	1,69	1,814	1,945	2,153	2,271	2,286	2,545	2,626
1,573	1,71	1,818	1,975	2,153	2,256	2,241	2,528	2,638
1,574	1,706	1,826	1,965	2,13	2,252	2,253	2,54	2,612
1,577	1,676	1,817	1,98	2,168	2,211	2,274	2,579	2,619
1,586	1,693	1,796	1,926	2,139	2,208	2,262	2,557	2,627
1,561	1,701	1,734	1,929	2,145	2,208	2,225	2,566	2,616
1,586	1,72	1,801	1,932	2,132	2,205	2,277	2,565	2,616
1,592	1,695	1,794	1,893	2,145	2,202	2,264	2,57	2,572
1,575	1,709	1,828	1,971	2,143	2,21	2,332	2,547	2,636
1,555	1,645	1,786	1,942	2,153	2,228	2,312	2,548	2,614
1,566	1,694	1,797	1,936	2,175	2,226	2,304	2,54	2,641
1,569	1,708	1,814	1,935	2,16	2,207	2,295	2,568	2,598
1,593	1,684	1,8	1,941	2,197	2,209	2,308	2,546	2,583

Tabelle 10.28: Gleichmäßigkeitskoeffizienten der Mahlversuche mit einer Förderrate von 7,4 g/min.

$p_m^-$ 4 bar; MS= 3 mm	$p_m^-$ 4 bar; MS= 5 mm	$p_m^-$ 4 bar; MS= 7 mm	$p_m^-$ 5 bar; MS= 3 mm	$p_m^-$ 5 bar; MS= 5 mm	$p_m^-$ 5 bar; MS= 7 mm	$p_m^-$ 6 bar; MS= 3 mm	$p_m^-$ 6 bar; MS= 5 mm	$p_m^-$ 6 bar; MS= 7 mm
4,068	3,464	3,279	3,347	2,608	2,358	2,975	2,106	1,934
4,058	3,5	3,272	3,364	2,602	2,384	2,996	2,114	1,927
4,084	3,478	3,251	3,366	2,607	2,391	2,97	2,144	1,936
4,065	3,503	3,263	3,375	2,606	2,394	2,978	2,115	1,938
4,076	3,494	3,266	3,376	2,609	2,383	2,969	2,111	1,96
3,951	3,374	3,212	3,332	2,562	2,442	2,98	2,121	1,955
3,98	3,394	3,215	3,344	2,557	2,457	3,003	2,134	1,894
3,982	3,398	3,217	3,333	2,564	2,456	2,979	2,138	1,905
3,999	3,381	3,224	3,336	2,586	2,447	3,005	2,111	1,94
3,966	3,402	3,233	3,36	2,668	2,459	3,002	2,142	1,932
4,049	3,45	3,192	3,337	2,58	2,456	2,952	2,12	1,918
3,986	3,444	3,208	3,353	2,58	2,456	2,954	2,1	1,912
3,997	3,432	3,207	3,352	2,615	2,461	2,965	2,129	1,92
4,001	3,434	3,204	3,341	2,589	2,469	2,989	2,119	1,927
4,003	3,439	3,222	3,324	2,599	2,455	2,96	2,113	1,918

Tabelle 10.29: Lageparameter der Mahlversuche mit einer Förderrate von 3,8 g/min. Alle Angaben in  $\mu\text{m}$ .

$p_m^-$ 4 bar; MS= 3 mm	$p_m^-$ 4 bar; MS= 5 mm	$p_m^-$ 4 bar; MS= 7 mm	$p_m^-$ 5 bar; MS= 3 mm	$p_m^-$ 5 bar; MS= 5 mm	$p_m^-$ 5 bar; MS= 7 mm	$p_m^-$ 6 bar; MS= 3 mm	$p_m^-$ 6 bar; MS= 5 mm	$p_m^-$ 6 bar; MS= 7 mm
2,052	2,395	2,402	2,428	2,746	2,742	2,578	2,838	2,452
2,058	2,349	2,42	2,402	2,73	2,679	2,548	2,822	2,809
2,053	2,344	2,457	2,393	2,711	2,693	2,57	2,326	2,773
2,053	2,341	2,399	2,399	2,706	2,664	2,594	2,841	2,773
2,068	2,342	2,418	2,38	2,685	2,712	2,576	2,823	2,329
2,083	2,408	2,466	2,411	2,637	2,697	2,527	2,784	2,652
2,074	2,346	2,469	2,394	2,65	2,728	2,523	2,323	2,805
2,073	2,344	2,46	2,404	2,635	2,738	2,526	2,329	2,475
2,076	2,341	2,446	2,394	2,632	2,739	2,512	2,796	2,714
1,967	2,33	2,45	2,374	2,588	2,743	2,504	2,34	2,765
2,075	2,332	2,454	2,392	2,674	2,727	2,603	2,416	2,741
1,986	2,356	2,45	2,353	2,638	2,72	2,565	2,785	2,766
1,969	2,338	2,445	2,385	2,609	2,729	2,572	2,342	2,751
2,067	2,326	2,442	2,381	2,674	2,707	2,544	2,796	2,74
2,087	2,316	2,438	2,41	2,618	2,704	2,579	2,77	2,762

Tabelle 10.30: Gleichmäßigkeitskoeffizienten der Mahlversuche mit einer Förderrate von 3,8 g/min.

# Lebenslauf

## Persönliche Daten

Karin Marquardt  
Geburtstag: 10.04.1976  
Geburtsort: Ochsenfurt  
Familienstand: ledig

## Schulbildung

Sept. 1982 – Juli 1986 Johannes-Obernburger-Volksschule, Obernburg  
Sept. 1986 – Juli 1990 Kronberg-Gymnasium, Aschaffenburg  
Sept. 1990 – Juni 1995 Julius-Echter-Gymnasium, Elsenfeld; Abitur

## Hochschulbildung

Nov. 1995 – Okt. 1999 Studium der Pharmazie an der Julius-Maximilians-Universität Würzburg  
Sept. 1996 Erster Abschnitt der Pharmazeutischen Prüfung  
Okt. 1999 Zweiter Abschnitt der Pharmazeutischen Prüfung  
März 2001 Dritter Abschnitt der Pharmazeutischen Prüfung  
März 2001 Approbation als Apothekerin  
seit Jan. 2001 Promotionsstudium an der Julius-Maximilians-Universität Würzburg  
  
Thema der Dissertation: „Untersuchungen zum Zerkleinerungsverhalten kristalliner Stoffe in einer Spiralstrahlmühle“  
  
Betreuer: Prof. Dr. I. Zimmermann, Lehrstuhl für Pharmazeutische Technologie

## Praktikum

Nov. 1999 – April 2000 St. Vitus Apotheke, Rottendorf  
Mai 2000 – Okt. 2000 Merck KGaA, Darmstadt

## Berufstätigkeit

Jan. 2001 – Dez. 2003 Wissenschaftliche Mitarbeiterin am Lehrstuhl für Pharmazeutische Technologie der Julius-Maximilians-Universität Würzburg  
seit Jan. 2004 Apothekerin in der Marienapotheke, Pleinfeld