

Günter Knauss

Untersuchungen zur experimentellen Validierung der
Diskrete-Elemente-Methode am Beispiel eines
Mischprozesses

DIPLOMARBEIT

zur Erlangung des akademischen Grades eines
Diplom-Ingenieurs der Studienrichtung Verfahrenstechnik

Technische Universität Graz
Erzherzog-Johann-Universität

Betreuer: Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn Johannes G. Khinast

Institut für Prozess- und Partikeltechnik in Zusammenarbeit mit der
Research Center Pharmaceutical Engineering GmbH

01/2012

EIDESSTATTLICHE ERKLÄRUNG

Ich erkläre an Eides statt, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen/Hilfsmittel nicht benutzt, und die den benutzten Quellen wörtlich und inhaltlich entnommene Stellen als solche kenntlich gemacht habe.

Graz, am

.....

(Unterschrift)

Danksagung

Ich bedanke mich bei Herrn Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Johannes Khinast für die Möglichkeit zur Durchführung dieser Arbeit am Research Center Pharmaceutical Engineering GmbH, sowie dem Institut für Prozess und Partikeltechnik der Technischen Universität Graz.

Im Weiteren gilt mein Dank Dipl.-Ing Gregor Toschkoff, der mir stets durch profunden, fachlichen Rat zur Seite stand.

Ebenso möchte ich mich bei Dr. Siegfried Adam für seine hilfreichen Ratschläge bedanken.

Kurzfassung

Mit der Diskrete-Elemente-Methode (DEM) konnte in den vergangenen Jahren dank stetig wachsender Computerrechenleistung ein Werkzeug entwickelt werden, das granulare Strömungen erstmals beschreibbar macht. Gerade in Bereichen wie der Pharmaindustrie stellt sich nun die Frage nach der Zuverlässigkeit solcher Modellergebnisse. Zahlreiche wissenschaftliche Arbeiten haben sich deshalb mit der Validierung dieser Rechenmodelle auseinandergesetzt. Meist konnte man aus Gründen der Beobachtbarkeit nur auf zweidimensionale Versuchsaufbauten zurückgreifen, oder war zur Anwendung althergebrachter Probenahmeverfahren gezwungen, die mit Unsicherheiten verbunden sind.

Im Rahmen dieser Arbeit wird ein völlig neues Konzept erarbeitet, das die komplette Auswertung einer dreidimensionalen Labormischung ermöglicht. Dieses Konzept kommt dann im Zuge einer parametrischen Validierungsstudie zur Anwendung. Nach Planung und Konstruktion eines geometrisch klar definierten Versuchsstandes, wird dessen 3D-Cad-Modell in die Simulationssoftware (EDEM, DEM Solutions Ltd, Edinburgh, UK) importiert. Zusätzlich werden notwendige physikalische Stoffdaten experimentell ermittelt und in das Berechnungsmodell eingefügt.

Zur Konservierung der aus unterschiedlichen, gefärbten Kunststoffkugeln bestehenden Versuchsmischungen, werden diese am Ende des Mischprozesses in Harz eingegossen.

Um Einblick in das Innere der Mischung zu erhalten, wird der so erhaltene Harzzylinder auf einer Metaldrehbank stufenweise abgedreht und schichtweise eingescannt. Diese Scans eignen sich nun zur Bildauswertung in einer eigens hierfür erstellten Programmierung. Parallel dazu finden DEM-Simulationen des Labormischprozesses statt. Ein dreidimensionales Modell der simulierten Mischung ermöglicht nun die Berechnung virtueller Schnittflächen und damit den Vergleich der Modellmischung mit dem Laborexperiment. Es gelingt erstmals die exakten Konzentrationsgradienten der realen, dreidimensionalen Mischung in die Betrachtungen der Validierungsstudie einzugliedern. Unter Anwendung von Mischgüteindices und statistischen Verfahren wird das Mischungs- und Entmischungsverhalten von Modell und Versuch untersucht. Im untersuchten Bereich konnten keine Indizien für das Versagen des Modells gefunden werden.

Abstract

With the Discrete Element Method (DEM) a powerful tool has been developed in recent years. Due to ever-increasing computing power it is now possible for the first time to describe granular flows in large-scale applications. Especially in areas like the pharmaceutical industry the question of the reliability of such model results is raised. As a consequence, numerous scientific studies have dealt with the validation of these computational models in the past few years.

Most of these studies could either only rely on two-dimensional experimental setups to allow the observability of the mixing process, or where forced to use conventional methods of sampling with all their sources of error.

In this work a new concept is developed that allows the complete analysis of a three-dimensional mixture. This concept is then used to validate a specified mixing process in a parametric study. After planning and construction of a geometrically well-defined experimental test stand, a 3D-CAD model of this test stand was created and imported into the simulation software (EDEM, DEM Solutions Ltd, Edinburgh, UK). In addition, the necessary physical property data was experimentally determined and included in the calculation model.

At the end of the mixing process, resin is used to preserve the mixture of different colored plastic balls. In order to obtain scans of the internal composition of the resulting resin cylinder it was trimmed layer by layer using a metal lathe. These scans were then analyzed using an image analysis algorithm that has been created for this task.

Parallel to the experimental investigations, DEM simulations of the laboratory mixing process were made. Now a three dimensional model of the simulated mixture enabled the calculation of virtual cut surfaces and thus the comparison of the model mixture with the laboratory experiment. Mixing and segregation behavior of model and experiment were compared, using mixing quality indices and statistical methods. No evidence for the failure of the model could be found in the investigated range.

Inhaltsverzeichnis

1	Einführung	1
1.1	Allgemeine Ausgangssituation	1
1.2	Anwendungsgebiete der DEM.....	2
1.3	Zielsetzung.....	3
2	Grundlagen.....	4
2.1	Validierung von Simulationsmodellen	4
2.1.1	Die drei Stützen der Simulation	4
2.1.2	Methoden der Validierung	7
2.2	Die Diskrete Elemente Methode.....	7
2.2.1	Kontaktmodelle	10
2.2.2	Grundlegender Berechnungsablauf einer DEM-Simulation	10
2.2.3	Genauere Betrachtung des Hertz-Mindlin Modells.....	12
2.2.4	Der Zeitschritt	13
2.3	Mischen und Probenahme	15
2.3.1	Der Mischzustand.....	15
2.3.2	Entmischung.....	15
2.3.3	Probenahme	16
2.3.4	Definitionen der Mischgüte.....	18
2.3.5	Test der Genauigkeit des Ergebnisses für die Zusammensetzung einer Mischung und deren Varianz	18
2.4	Feststellung der Einflüsse auf Mischprozesse	20
2.5	Überblick über Validierungsmethoden der DEM.....	21
3	Materialien und Methoden	23
3.1	Der Versuchsaufbau	23
3.1.1	Der Rührbehälter	23
3.1.2	Der Vierblattrührer	24
3.2	Die Stoffeigenschaften	25
3.2.1	Der Restitutionskoeffizient	26
3.2.2	Der Haftreibungskoeffizient.....	27
3.2.3	Rollreibungskoeffizient, Schubmodul, Dichte und Querkontraktionszahl	30
3.3	Versuchsdurchführung.....	31

3.3.1	Der Versuchsstand.....	31
3.3.2	Versuchsablauf	32
3.3.3	Die Versuchsauswertung.....	33
3.4	Die Simulation.....	37
3.4.1	Der Zeitschritt	38
3.4.2	Die Zellengröße.....	38
3.4.3	Ablauf der Simulation	38
3.4.4	Simulationsauswertung	40
3.4.5	Kalibrierung und Justierung der Messmethode.....	43
4	Ergebnisse und Diskussion.....	48
4.1	Versuchsreihe I.....	49
4.1.1	Vergleich der Konzentrationsprofile.....	49
4.1.2	Die Mischungsgüte.....	52
4.2	Versuchsreihe II: Variation der Konzentrationen.....	57
4.2.1	Vergleich der Konzentrationsprofile.....	57
4.2.2	Die Mischungsgüte.....	59
4.3	Versuchsreihe III: Variation der Drehzahlen.....	64
4.3.1	Vergleich der Konzentrationsprofile.....	64
4.3.2	Betrachtung der Mischungsgüte	67
4.4	Betrachtung der Aussagesicherheit des Vergleichs.....	69
4.4.1	Verbesserungsmöglichkeiten für weitere Untersuchungen.....	71
5	Conclusio	73
6	Literaturverzeichnis	74
7	Anhang.....	78
7.1	Auswertungsergebnisse	78
7.1.1	Erste Versuchsreihe.....	78
7.1.2	Zweite Versuchsreihe	79
7.1.3	Dritte Versuchsreihe.....	81
7.2	Erstellung eines Konfidenzintervalls nach der Chi- Quadrat-Verteilung.....	82

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 2-1: Vereinfachte Darstellung des Validierungsprozesses	6
Abbildung 2-2: (a) Das Impulsbasierte Hard-Sphere-Modell resultiert aus der Summe der Impulse / (b) Das auf Überlappung basierende Soft-Sphere-Modell als Summe der Kontaktkräfte	8
Abbildung 2-3: Notwendige Stoffeigenschaften zur Berechnung nach dem Diskrete-Elemente-Modell	9
Abbildung 2-4: Herz-Mindlin Modell der Interaktion zweier Partikel	10
Abbildung 2-5: Flussdiagramm des Berechnungskreislaufs einer DEM-Simulation	11
Abbildung 2-6: (a) Darstellung der Definition des minimalen Partikelradius und der Normalüberlappung. (b) Definition der Tangentialüberlappung bei azentrischem Stoß.	13
Abbildung 2-7: Darstellung der Rayleighwelle während der Phasen des Partikelkontaktes ...	14
Abbildung 2-8: a) Perfekte Mischung, b) Ideale Mischung, c) Anzeichen für Entmischung..	15
Abbildung 2-9: Fischgrätendiagramm für Einflussquellen auf den Mischprozess	20
Abbildung 2-10: Darstellung eines Wirbelschichtbetts (rechts) und der zugehörigen Simulation (links)	21
Abbildung 2-11: Glaskasten zur 2D-Analyse einer Kugelschüttung mit darunterliegendem Stiftbalken	22
Abbildung 2-12: Realer Doppelkonusmischer (links) mit Simulation (rechts)	22
Abbildung 3-1: a) Aufriss und Grundriss des Rührbehälters, b) Darstellung des realen Behälters, c) 3D-CAD-Gitternetzmodell des Behälters.	24
Abbildung 3-2: Konstruktionszeichnung des Grundkörpers des Vierblattrührers mit den wichtigsten Maßen (links), 3D-Modell des Grundkörpers (rechts)	25
Abbildung 3-3: (links) Konstruktionszeichnung mit den wichtigsten Maßen des Laborrührers, (mitte) 3D-CAD- Modell des fertiggestellten Rührer, (rechts) Abbildung des gefertigten Vierblattrührers.	25
Abbildung 3-4: Einzelbilder der Hochgeschwindigkeitskamera mit Ermittlung der Geschwindigkeiten über zurückgelegten Weg pro Einzelbild	26
Abbildung 3-5: Grundriss und Aufriss der Kugelhalterung (links), Schematische Darstellung der Funktionsweise der Haltevorrichtung (rechts).	28
Abbildung 3-6: Messpunkte des Haftreibungskoeffizienten für verschiedene Normalkräfte..	29

Abbildung 3-7: (1) Rührwerk, (2) Rührbehälter, (3) Innenansicht des Rührbehälters, (4) Befüllter Rührbehälter.....	31
Abbildung 3-8: Harzeinguss einer Kugelmischung.	33
Abbildung 3-9: Schematische Darstellungen des Plandrehverfahrens (a) und des Abstechverfahrens (b) auf einer Drehbank.	34
Abbildung 3-10: a) Original Abbildung einer Schnittebene, b) Nachbearbeitete Abbildung, c) In Matlab eingelesenes Graustufenbild.	35
Abbildung 3-11: a) Das Umgewandelte Graustufenbild, b) Die herausgefilterten, weißen Kugeln, c) Die herausgefilterten, schwarzen Kugeln.....	35
Abbildung 3-12: Darstellung des in die Simulationssoftware importierten 3D-Modells des Versuchsstands. Der Kegelförmige Körper (1) stellt die Quelle dar, aus der nach Simulationsbeginn die Partikel erzeugt werden und unter Schwerkrafteinfluss nach der unten fallen. Ebenso wie für die Rotation des Rührers (2) ist auch hier ein Startwert erforderlich. Die Störbleche (3) beschleunigen die Durchmischung.	37
Abbildung 3-13: Beispielhafte Darstellung der Rührwerksdynamik für einen Versuch über acht U/min	40
Abbildung 3-14: Darstellung der Schnittebene (1), der Bodenebene des Behälters (2) und der Begrenzungsebenen (3).....	41
Abbildung 3-15: a) Seitenansicht der Kugelzentren einer kompletten Mischung, b) Auswahl aller Kugelzentren, die durch Schnittebene durchtrennt werden.	42
Abbildung 3-16: Darstellung der Schnittflächenermittlung durchtrennter Kugeln.....	42
Abbildung 3-17: Vergleich einer simulierten Schnittfläche (links) mit ihrem realen Gegenstück (rechts).....	43
Abbildung 3-18: a) Testbild zur Kalibrierung der Bilderkennung, b) Die isolierten, weißen Pixel, c) die isolierten, roten Pixel mit Rauschen.	44
Abbildung 3-19: Kalibriergerade zur Abschätzung der Auswirkung von Rauschen auf das Ergebnis.....	44
Abbildung 3-20: Leerstelle durch ausgebrochene Kugel.....	45
Abbildung 4-1: Zusammenfassung der Struktur der Datenerstellung.....	48
Abbildung 4-2: Konzentrationsprofile von Simulation und Versuch einer 50:50 Mischung nach fünf Umdrehungen.....	50
Abbildung 4-3: Konzentrationsprofile von Simulation und Versuch einer 50:50 Mischung nach acht Umdrehungen.....	51

Abbildung 4-4: Konzentrationsprofile von Simulation und Versuch einer 50:50 Mischung nach acht Umdrehungen.....	52
Abbildung 4-5: Die Standardabweichungen der ersten Versuchsreihe in Relation zur Standardabweichung mehrerer Simulationen gegen die Umdrehungen aufgetragen.	53
Abbildung 4-6:Vergleich der 90%igen Konfidenzintervalle für die Varianzen von Versuch und Simulation.	54
Abbildung 4-7: Lacey Index von Simulation und Versuch aufgetragen gegen die Rührwerksumdrehungen.	55
Abbildung 4-8: Relative Standardabweichung von Versuch und Simulation der ersten Versuchsreihe gegen die Umdrehungen.....	56
Abbildung 4-9: Konzentrationsprofile von Simulation und Versuch einer 40:60 Mischung nach sechs Umdrehungen.....	57
Abbildung 4-10: Konzentrationsprofile von Simulation und Versuch einer 40:60 Mischung nach neun Umdrehungen.....	58
Abbildung 4-11: Konzentrationsprofile von Simulation und Versuch einer 40:60 Mischung nach neun Umdrehungen.....	59
Abbildung 4-12: Die Standardabweichungen der zweiten Versuchsreihe in Relation zur Standardabweichung mehrerer Simulationen.....	60
Abbildung 4-13: Vergleich der 90%igen Konfidenzintervalle der Varianzen von Versuch und Simulation.	61
Abbildung 4-14: Lacey Index von Simulation und Versuch aufgetragen gegen die Rührwerksumdrehungen.	61
Abbildung 4-15: Relative Standardabweichung von Versuch und Simulation der ersten Versuchsreihe gegen die Umdrehungen.....	63
Abbildung 4-16: Konzentrationsprofile von Simulation und Versuch einer 50:50 Mischung nach fünf Umdrehungen bei 6U/min.....	64
Abbildung 4-17: Konzentrationsprofile von Simulation und Versuch einer 50:50 Mischung nach fünf Umdrehungen bei 8U/min.....	65
Abbildung 4-18 : Konzentrationsprofile von Simulation und Versuch einer 50:50 Mischung nach fünf Umdrehungen bei 12 U/min.....	66
Abbildung 4-19: Untersuchung der Konzentrationsprofile der Simulationen sowie der Laborversuche auf Abhängigkeit gegenüber der Drehzahl.....	67
Abbildung 4-20: Standardabweichung der Versuchsreihe gegen die Drehzahl aufgetragen...	67

Abbildung 4-21: Vergleich der 90%igen Konfidenzintervalle der Varianzen von Versuch und Simulation (S(o): obere Grenze / S(u): untere Grenze).....	68
Abbildung 4-22: Darstellung des Effekts von elektrostatischen Kräften bei falscher Werkstoffwahl.....	71

Tabellenverzeichnis

Tabelle 2-1: Einflussquellen auf das Mischverhalten nach ihrer Gewichtung	20
Tabelle 3-1: Ergebnisse der Vermessung des Restitutionskoeffizienten	27
Tabelle 3-2: Ergebnisse für Haftreibungskoeffizienten der verwendeten Materialpaarungen.	29
Tabelle 3-3: Ermittlung der Kugeldichte.....	30
Tabelle 3-4: Ablaufschema der Laborversuche.....	32
Tabelle 3-5: Zusammenfassung der wichtigsten Simulationsparameter.....	38
Tabelle 3-6: Wichtige Daten zur Simulation der Versuchsreihen.....	39
Tabelle 3-7: Messreihe zur Kalibrierung der Auswertungsmethode.....	45
Tabelle 3-8: Auswirkung von Leerstellen auf das Gesamtergebnis.....	46
Tabelle 6-1: Datensätze aus Laborauswertungen und Simulationen der Versuchsreihe I.....	78
Tabelle 6-2: Datensätze aus Laborauswertungen und Simulationen der Versuchsreihe II.....	79
Tabelle 6-3: Datensätze aus Laborauswertungen und Simulationen der Versuchsreihe III....	81

Abkürzungsverzeichnis

CAD	Computer Aided Design
COR	Coefficient Of Restitution
DEM	Diskrete Elemente Methode
3D	Dreidimensional
PEEK	Polyetheretherketon
PVC	Polyvinylchlorid
RSD	Relativ Standard Deviation
QbD	Quality by Design

Nomenklatur

Abkürzung	Bedeutung	Einheit
a	Beschleunigung	[m/s ²]
$\chi^2_{1-\alpha}, \chi^2_{1\alpha}$	Chi-Quadrat Werte	[-]
δ_N	Partikelüberschneidung in normaler Richtung	[m]
δ_T	Partikelüberschneidung in tangentialer Richtung	[-]

$E_{M,ij}$	Elastizitätsmodul	[Pa]
$e_{i,j}$	Stoßzahl (binär)	[-]
F_C	Haftkraft	[N]
F_G	Massenkraft	[N]
F_N	Normalkraft	[N]
$F_{N,D}$	Dämpfungskraft/ normal	[N]
$F_{T,D}$	Dämpfungskraft/ tangential	[N]
g	Erdbeschleunigung	[m/s ²]
$G_{M,ij}$	Schermodul	[Pa]
m	Masse	[kg]
M	Lacey Index	[-]
μ	Zusammensetzung der Grundgesamtheit	[-]
$\mu_{Roll,ij}$	binärer Rollreibungskoeffizient	[-]
$m_{P,M}$	Gemittelte Partikelmasse	[kg]
N	Probenzahl	[-]
$n_{Pix_Weiß}$	Anzahl der weißen Pixel	[-]

$n_{Pix_Schwarz}$	Anzahl der schwarzen Pixel	[-]
$r_{P,M}$	minimaler Partikelradius	[m]
ν	Poissonverhältnis	[-]
S	Genäherte Standardabweichung	[Größe]
s	Weg	[m]
S^2	Genäherte Varianz	[Größe ²]
σ	Standardabweichung	[Größe]
σ^2	Varianz	[Größe ²]
σ_0^2	Varianz bei völliger Entmischung	[Größe ²]
σ_R^2	Varianz der Zufallsmischung	[Größe ²]
t	Zeit	[s]
t_{crit}	Kritischer Zeitschritt	[s]
t_r	Rayleigh-Zeitschritt	[s]
t_{sim}	Simulationszeit	[s]
v	Geschwindigkeit	[m/s]
$v_{N,rel}$	Relative Stoßgeschwindigkeit	[m/s]

$v_{T,rel}$	Relative Stoßgeschwindigkeit (tangential)	[m/s]
v_{post}	Geschwindigkeit nach Kollision	[m/s]
v_{pre}	Geschwindigkeit vor Kollision	[m/s]
\bar{x}	Mittelwert	[-]
x_w	Anteil der weißen Kugeln	[-]

1 Einführung

1.1 Allgemeine Ausgangssituation

Die pharmazeutische Industrie unterliegt gerade einer immensen Veränderung in der Vorgehensweise bei der Produktenwicklung, die weg vom Weg des Versuchs und Irrtums führen soll. Neue Methoden werden angewandt, um eine wissenschaftsbasierte Entwicklung von Prozessen und Produkten zu ermöglichen [1]. Dieses neue Konzept mit dem Namen „Quality by Design“ (QbD) soll es ermöglichen die Produktqualität zu steigern und mit wachsender Kenntnis über Ursache und Wirkung immer komplexere Prozesse vorhersagbar zu machen [21]. Dadurch können Entwicklungskosten und Zeit gespart, sowie der wissenschaftliche Fortschritt beschleunigt werden.

Mischen ist eine der kritischsten Operationen in vielen Herstellungsverfahren. Zeit- und kosteneffiziente Produktion von Pulvermischungen ist oft ein entscheidender Verfahrensschritt in Bereichen wie der pharmazeutischen Industrie, Kosmetik, Nahrungsmittelherstellung und Metallurgie. Weil die notwendige Homogenität einer Mischung meist von der Anwendung abhängt, ist sie gerade in der pharmazeutischen Industrie ein sehr wichtiger Faktor. Es gibt unzählige Einflüsse, die einen Mischvorgang beeinflussen können; diese nicht zu kontrollieren kann dazu führen, dass sich Pulver nur schlecht mischen oder wieder entmischen. Daraus resultierende Über- und Unterkonzentrationen können dann eine Gefahr für den Endverbraucher bedeuten. Deshalb ist es wichtig, dass man ein gutes Verständnis für Mischprozesse und die Parameter wie Materialeigenschaften, Umgebungsbedingungen und den Aufbau des Mixers hat [22].

Um Mixer nun effektiv nutzen zu können und die Homogenität einer Mischung zu gewährleisten, ist es wichtig, ihr Verhalten zu charakterisieren. Dies kann ermöglicht werden, indem man vorausschauende Modelle erstellt, die Aussagen über Mischgüte innerhalb eines gewissen Vertrauensbereiches erlauben. Ergänzend zu Fortschritten in der experimentellen Beobachtung und analytischen Techniken ist die Entwicklung einer Reihe von rechnerischen Methoden wie der Diskrete-Elemente-Methode (DEM) stark vorangeschritten [27, 28].

Durch die Diskrete Elemente Methode konnte in den letzten Jahren ein leistungsfähiges Werkzeug zur Beschreibung von granularen Strömungen entwickelt werden. Steigende

Rechenleistung und neuartige Software ermöglichten Simulationen, die das Verhalten von vielen Millionen Partikeln beschreiben können [38, 30].

Innerhalb von QbD können Simulationswerkzeuge eine wichtige Rolle spielen. Beispielsweise können Prozesscharakterisierung, Studien zur Evaluierung der Auswirkungen von kritischen Materialeigenschaften und Prozessparametern in bisher unerreichter Genauigkeit durchgeführt werden [36].

1.2 Anwendungsgebiete der DEM

Mit steigender Bedeutung von Simulationsmodellen steigt auch die Anzahl der Personen, die mit Auswirkungen der Ergebnisse solcher Simulationen in Berührung kommen [32].

In der Literatur wird schon heute eine große Zahl an Anwendungsmöglichkeiten der Diskrete-Elemente-Methode angegeben [5, 17]. Einige der bedeutendsten sind im Folgenden aufgezählt:

- Schüttgutindustrie
 - Bergbau
 - Metallurgie
 - Landwirtschaft
- Partikelformulierungsprozesse
 - Pharmazie
 - Düngemittelindustrie
 - Lebensmittelindustrie
- Mechanische und Thermische Verfahrenstechnik

Die Verfahrenstechnik nutzt die DEM bereits seit Längerem zur Simulation von Prozessen wie Mischen, Sichten und Klassieren, der Trocknung und der Ermittlung von Schüttguteigenschaften.

In der Fördertechnik wird die DEM in den letzten Jahren immer populärer. Sie ermöglicht die Untersuchung des Fließverhaltens von Schüttgütern auf Förderanlagen und bietet die Möglichkeit interessierende Größen berührungslos zu „messen“ [17].

Nun besteht im Rahmen dieser Anwendungen ein Bedürfnis des Nachweises, ob die Ergebnisse auch „korrekt“ sind, da gerade im Pharma- und Lebensmittelbereich besondere

Anforderungen an die Produkte gestellt werden. Dieser Nachweise sind meist nur mit Hilfe von Modellverifizierung und Validierung zu erbringen [32].

1.3 Zielsetzung

Eine Simulation ist nur dann zur breiten Anwendung brauchbar, wenn es gelingt, der Industrie eine ergebnisgerechte Lösung anzubieten. Das bedeutet validiert im intrinsischen, extrinsischen, sowie im ökonomischen Sinn. Eine wichtige Anforderung sind Lösungen, die in einem gewissen Ergebniskorridor und nebenbei in einem klar umrissenen Kosten- und Zeitrahmen liegen [24].

Diese Arbeit beschäftigt sich im ersten Schritt mit der Erstellung eines einfachen Laborversuchsstandes und dessen CAD-Modellierung. Im Weiteren gilt es das erstellte 3D-CAD Modell in eine Diskrete-Elemente-Simulationssoftware (EDEM, DEM Solutions Ltd, Edinburgh, UK) zu importieren und unter Anwendung von vorab vermessenen Materialparametern, Simulationen von Mischversuchen durchzuführen.

Zum Zweck der Analyse der Labormischung ist ein Probenahmeverfahren zu entwickeln, das einen möglichst präzisen Rückschluss auf die örtliche Zusammensetzung der Mischungen erlaubt.

Im Anschluss an Simulation und Laborversuch gilt es die die Ergebnisse mit Hilfe statistischer Methoden zueinander in Bezug zustellen. Ziel ist die Entwicklung eines Verfahrens zur Validierung vergleichbarer Mischprozesse, sowie eine Aussage über die Zuverlässigkeit der Berechnungsmethode im betrachteten Bereich.

2 Grundlagen

2.1 Validierung von Simulationsmodellen

Waren Simulationen aufwändiger, physikalischer Vorgänge vor einigen Jahren nur wenigen, spezialisierten Personen vorbehalten, so ist es heute bei immer schneller werdender Hardware und ausgereifter, bedienerfreundlicher Simulationssoftware auch einer breiteren Masse an Forschern möglich, diese fortschrittlichen Werkzeuge zu nutzen.

Den schlussendlichen Durchbruch kann eine solche Software jedoch nur erlangen, wenn Simulationsergebnisse auch dem Vergleich mit Messdaten aus der Realität standhalten, also validiert werden können. Eine Validierung ist aber nur dann möglich, wenn genügend experimentelle Daten vorhanden sind, um Simulationsergebnisse nach wissenschaftlicher Beweisführung zu bestätigen.

Um nun eine Validierung so durchzuführen, dass die Ergebnisse mit großer Zuversicht betrachtet werden können, muss man einige Regeln einhalten, die auch als die drei Stützen der Simulation bezeichnet werden [24].

2.1.1 Die drei Stützen der Simulation^[24, 32]

Unter den drei Stützen einer Simulation versteht man im Allgemeinen drei Bereiche, die man beachten muss, wenn man eine erfolgreiche Simulation eines realen Vorgangs erhalten will. Hierzu zählen der intrinsische Bereich, der extrinsische Bereich, und oft auch der ökonomische Bereich.

2.1.1.1 Intrinsische Bedingungen.

Unter intrinsischen Bedingungen (Computerized, Conceptual and Operational model validation/ verification) versteht man Voraussetzungen, die eine Software erfüllen muss. Also die Mindestanforderungen, die an die Funktionalität einer Software gestellt werden. Dazu zählen:

- **Programmierfehler (Computerized model verification):** Jede Software sollte frei von größeren Programmierfehlern, falscher Adressierung von Subroutinen und Speicherzuordnungen sein.
- **Numerische Fehler:** Löser von Gleichungssystemen müssen stabil und geeignet sein.

- **Diskretisierungsfehler (Operational validation):** Gleichungssysteme müssen gut diskretisierbar sein und problemabhängig modifizierbar sein. Eine Simulation muss also fähig sein für den betrachteten Bereich Ergebnisse mit ausreichender Genauigkeit zu liefern.
- **Physikalische Fehler (Conceptual model validation):** Es müssen Modelle implementiert sein, die problemabhängig auch die passenden Berechnungsvorschriften befolgen können. Zum Beispiel kann man kein turbulentes Strömungsmodell für eine laminare Strömung anwenden.

Es muss also in erster Linie klargestellt sein, dass ein simuliertes Modell den zu simulierenden Vorgang mit bestmöglicher Genauigkeit abbildbar macht. Die Software darf keine widersprechenden Eingaben zulassen.

2.1.1.2 Extrinsische Bedingungen (Data validity)

Hierzu zählen Bedingungen, die nicht mit der Qualität der Programmierung der Software in Zusammenhang stehen. Vielmehr fällt hier der individuelle Umgang mit der Software und den Messwerten ins Gewicht. Auch die Art der Messwertbeschaffung und die Interpretation der Daten sind ausschlaggebend. Es betrifft also:

- **Modellierungsfragen:** Selten wird es der Fall sein, dass ein System exakt abgebildet, oder modelliert werden kann. Man wird also im Zuge der Modellbildung zur Vernachlässigung bestimmter Eigenschaften, oder Vorgänge genötigt sein.
- **Ressourcen:** Gerade in der Strömungssimulation und bei Diskrete Elemente Modellen sind hohe Hardwareanforderungen an Simulationsrechner gestellt. Da auch ein leistungsfähiger Simulationsrechner relativ schnell an seine Grenzen stößt und die Berechnungen daher sehr zeitaufwendig werden, kann ein System nur eine gewisse Ausdehnung haben und mit beschränkter Auflösung arbeiten, um in einem vertretbaren Zeitrahmen zu bleiben.
- **Unzureichende Messwerte:** Um einen aussagekräftigen Nachweis zu liefern, braucht man natürlich eine gewisse Anzahl an vertrauenswürdigen Messwerten.
- **Randbedingungen:** Ein sehr wichtiger Schritt zur erfolgreichen Simulation ist es eine bestmögliche Annäherung an die Startwerte eines simulierten Systems zu finden. Eine genaue Abbildung der Anfangsbedingungen kann nie erfolgen, da ein reales System meist unzähligen Einflüssen unterliegt.

In Abbildung (2-1) ist der vereinfachte Prozess der Modellerstellung und Validierung dargestellt.

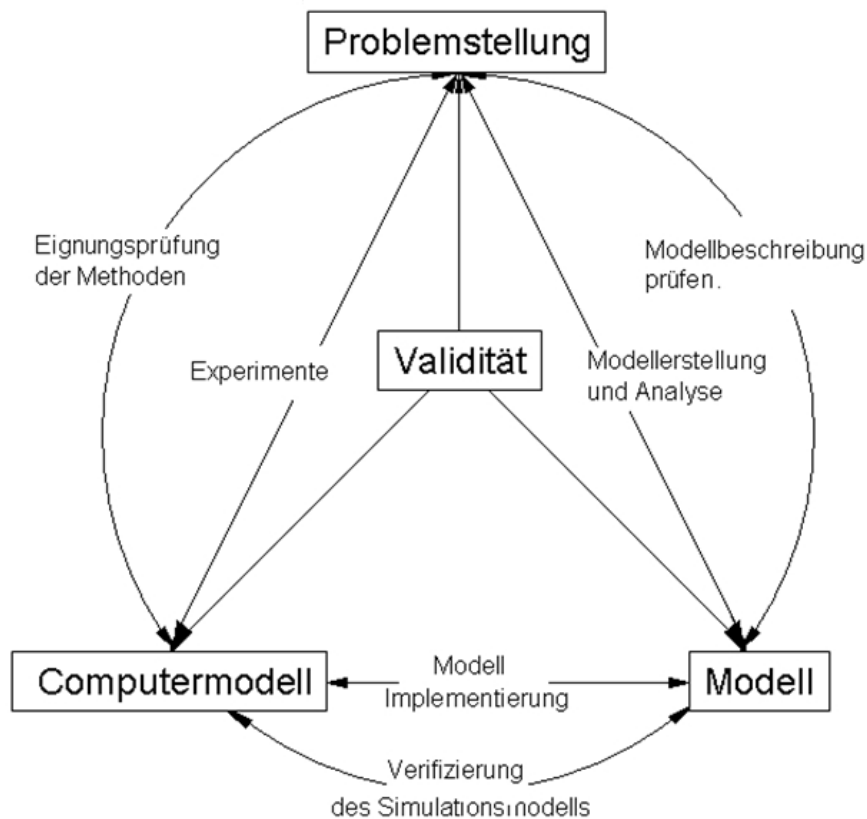


Abbildung 2-1: Vereinfachte Darstellung des Validierungsprozesses [32]

2.1.1.3 Ökonomische Bedingungen

Nach den technischen Einflüssen folgen bei manchen Autoren [24] nun auch ökonomische Gesichtspunkte, die den Erfolg und den Nutzen einer Simulation schmälern können. Hierbei betrachtet man:

- Welchen Nutzen bringt die Simulation?
- Welche Kosten erwachsen daraus für Lizenzen und Personal?
- Welchen Aufwand habe ich zur Datenerfassung?

Der ökonomische Aspekt beschäftigt sich demnach mit Aufwand und Nutzen einer Simulation. Da der mögliche Mitteleinsatz nicht unbegrenzt sein kann, erkennt man schnell, dass man auch beim Versuchsaufbau, der Auswertung und der Modellbildung eines Aufbaus Abstriche und in Kauf nehmen muss, um innerhalb eines vertretbaren Rahmens zu bleiben [24].

2.1.2 Methoden der Validierung^[32]

Simulationsergebnisse können entweder quantitativ, oder qualitativ bewertet werden. In qualitativen Analysen wird das Verhalten der Ergebnisse in Hinsicht auf deren Ausrichtung, sowie deren Angemessenheit bewertet. Quantitative Analysen erfordern hingegen die richtige Ausrichtung, und auch exakte Größen.

2.1.2.1 Vergleich von Ausgabegrößen

Es gibt drei wichtige Methoden, wie man Ergebnisse aus Simulationsmodellen mit anderen Modellen und realen Systemen vergleichen kann.

- Die Verwendung von Graphiken um einen subjektiven Überblick über das Verhalten zu bekommen. Hier kommen meist Histogramme oder Punktwolkendarstellungen zur Anwendung.
- Die Anwendung von Konfidenzintervallen, um eine objektive Aussage zu erhalten. Konfidenzintervalle und Konfidenzregionen können für Mittelwerte, Varianzen und Verteilungen unterschiedlicher Simulationen, oder Auswertungen erhalten werden. Diese Werkzeuge können hilfreich bei der Bestimmung der Genauigkeit eines Modells sein.
- Die Erstellung von Hypothesentests. Sie können zum Vergleich von Mittelwerten, Varianzen, Verteilungen und Zeitfolgen der Ausgabewerte eines Systems angewendet werden, um die notwendige Genauigkeit eines Modells zu bestimmen. Nähere Angaben über die Durchführung von Hypothesentests sind in Abschnitt (2.3) Probenahme und Mischen beschrieben.

2.2 Die Diskrete Elemente Methode

Interaktionen zwischen Partikeln in granularen Strömungen sind in zwei grobe Gruppen aufgetrennt. Zum einen sind das der impulsive Kontakt (Kollision) mit dem Austausch von Impulsen und zum anderen der andauernde Kontakt mit Austausch von Kräften [34, 25]. Eine granulare Strömung in der der impulsive Kontakt vorherrscht wird als kollisionsdominierte Strömung bezeichnet, während eine Strömung mit andauerndem Kontakt als reibungsdominierte Strömung bezeichnet wird. Diese Typen des granularen Fließens finden sich beispielsweise auf einer schiefen Ebene, auf der sich eine Kugelschüttung befindet. Die Partikel verharren in Ruhe, solange der Winkel der Ebene gering ist. Wenn der Winkel einen

gewissen Wert erreicht, so beginnen die Partikel zuerst eine reibungsdominierte Strömung auszubilden. Die Strömung wird erst dann kollisionsdominiert, wenn der Winkel noch größer wird [15, 25].

Zur Simulation solch granularer Dynamik kommen hauptsächlich zwei unterschiedliche Methoden zur Anwendung.

Das unelastische Hard-Sphere-Modell (Siehe Abbildung (2-2, a)) in dem Kollisionen zwischen Partikeln und anderen Geometrien so abgebildet sind, als ob sie augenblicklich ablaufen. Der Stoßvorhang kann hier durch wenige Parameter beschrieben werden, da man von binären Kollisionen unter Partikeln ausgeht [7]. Deshalb ist das Hard-Sphere-Modell ein sehr effizienter Algorithmus um diese Art von Strömungen zu beschreiben. Jedoch kann man aber Modelle mit andauerndem Kontakt nicht beschreiben [14, 25].

Das elastische Soft-Sphere-Modell (Abbildung (2-2, b)), dass auch oft als die Diskrete-Elemente-Methode bezeichnet wird. Hier überlappen sich die Partikel während der Kollision und die Dynamik ist durch die Kräfte zwischen den Kollisionspartnern geprägt. Es können hier im Gegenteil zum Hard-Sphere-Modell auch viele Partikel zur selben Zeit interagieren und dabei Kollision und Reibung beschrieben werden [25, 29, 20, 9].

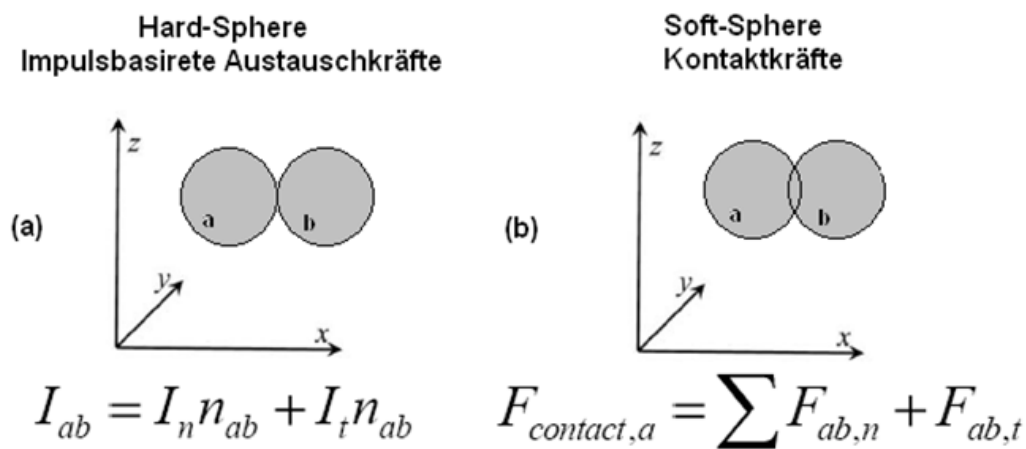


Abbildung 2-2: (a) Das Impulsbasierte Hard-Sphere-Modell resultiert aus der Summe der Impulse / (b) Das auf Überlappung basierende Soft-Sphere-Modell als Summe der Kontaktkräfte [5].

Bei der Diskrete-Elemente-Methode (DEM) handelt es sich also um ein numerisches Lösungsverfahren, mit dessen Hilfe man das Verhalten von bewegten und ruhenden Schüttgütern als Reaktion aller Partikelkontakte beschreiben kann. Es werden alle Partikel-Partikel- und Wand-Partikel-Interaktionen errechnet und dadurch aus dem mikroskopischen das makroskopische Verhalten eines Schüttgutes bestimmt [35].

Zur Berechnung müssen an den Berührungspunkten der Teilchen alle entscheidenden mikromechanischen Einflüsse gegeben sein. In Abbildung (2-3) sind die grundlegenden Partikulären und interpartikulären Einflussgrößen gegeben, die zur Berechnung notwendig sind [35].

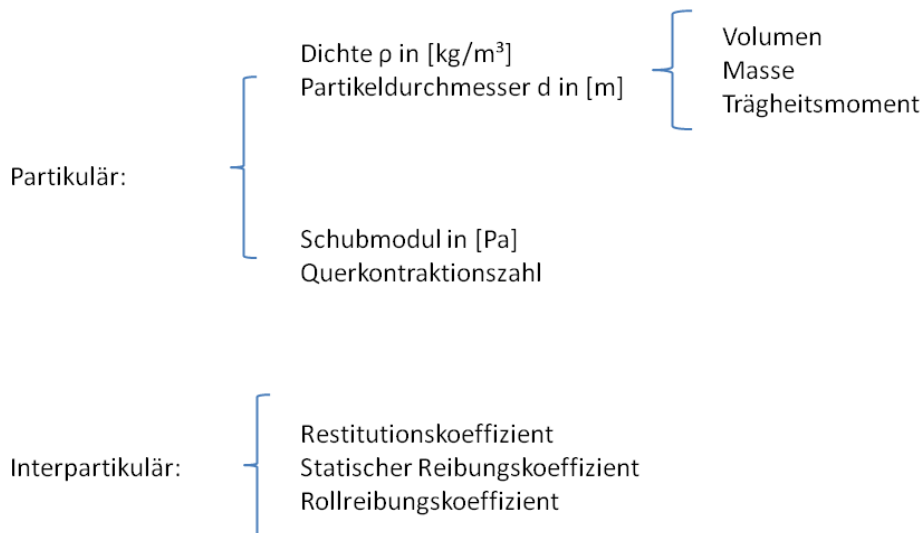


Abbildung 2-3: Notwendige Stoffeigenschaften zur Berechnung nach dem Diskrete-Elemente-Modell

Zusätzlich zu den bereits genannten Einflüssen müssen alle Feldkräfte bekannt und die Ausgangspositionen sowie die Anfangsgeschwindigkeiten aller Partikel und deren Richtungen gegeben sein (Startwerte) [35].

Die Ideen, die der DEM zu Grunde liegen sind im Weiteren, dass man sich eine Schüttung aus vielen, einfach aufgebauten Partikeln (meist Kugeln) vorstellt, die sich an den Kontaktstellen virtuell überlappen. Aus dem Grad der Überlappung errechnen sich durch Lösung der Newtonschen Bewegungsgleichungen, unter Einbezug aller oben genannter Einflüsse, Kräfte und Momente dann Beschleunigungswerte.

Dabei kann durch Integration über einen winzigen Zeitschritt mittels eines Finite-Differenzen-Schemas die Geschwindigkeit und aktuelle Koordinate jedes Partikels erfasst werden.

Ein wichtiger Punkt ist die Wahl der Größe des Zeitschritts, um auch jeden Kontakt abbildbar zumachen. Bei zu großen Zeitschritten kommt es dazu, dass vereinzelt Kontakte nicht erfasst werden, wodurch falsche Ergebnisse resultieren. Der Vorgang aus Kontaktdetektion und Lösung der Bewegungsgleichung wird so oft ausgeführt, bis die gewünschte Simulationszeit erreicht ist. Die Grundlegenden Ideen dieser Methode gehen auf Cundall und Strak [6] zurück und sind in [35,4] erläutert.

2.2.1 Kontaktmodelle^[5, 11, 19]

Um das Interagieren der Partikel zu beschreiben gibt es eine Reihe von Kontaktmodellen. Eines der bewährtesten ist das Hertz-Mindlin-Modell, das in dieser Arbeit verwendet wurde. In diesem Modell wird der Kontakt zwischen Partikeln mit Hilfe eines Feder-Dämpfer-Systems modelliert, das auch die Reibungskräfte berücksichtigt.

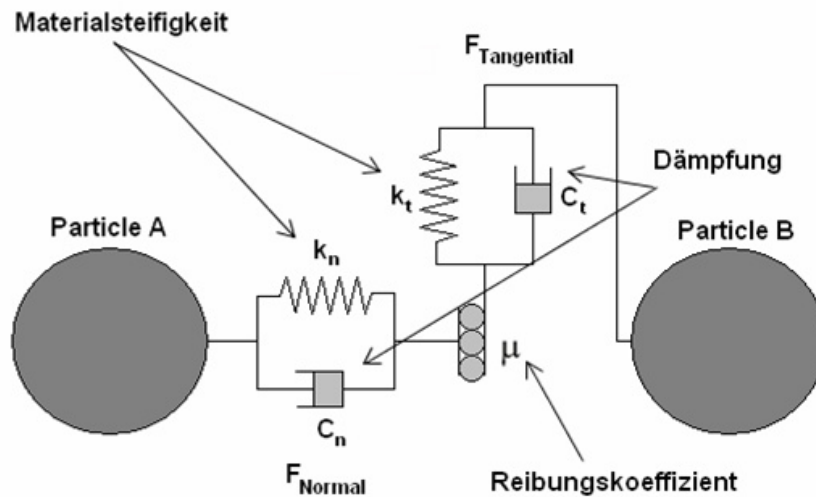


Abbildung 2-4: Herz-Mindlin Modell der Interaktion zweier Partikel [11,19]

Die Kästchen in Abbildung (2-4) symbolisieren nichtlineare Öldämpfer, die mit den Federn unter Beachtung der Reibungskräfte interagieren. Das gesamte System soll das elastische Zusammentreffen zweier Kugeln beschreiben [5].

Eine weitere wichtige Möglichkeit zur Kontaktbeschreibung ist das „Linear spring“-Modell. Dieses Modell ähnelt dem nach Hertz-Mindlin, beinhaltet aber nicht die „no slip“-Bedingung. Es basiert zum Teil auf unphysikalischen Annahmen für Federsteifigkeiten.

Im Vergleich zu Herz-Mindlin kommt es aber schneller zu einer Lösung. Es kann als eine Erweiterung des Hertz-Modells durch Cundall 1979 [5] gesehen werden.

2.2.2 Grundlegender Berechnungsablauf einer DEM-Simulation

In der 3D-Diskrete Elemente Methode müssen die drei Newtonschen Bewegungsgesetze für sechs Freiheitsgrade der Partikel mit den stoffspezifischen Parametern verknüpft werden, um dann für das vorgegebene System über die Zeitschritte gesteuert gelöst zu werden [35].

Die resultierenden Kräfte und Momente finden dann Anwendung im Kraft-Verschiebungsgesetz, wobei die Relativbewegungen errechnet werden, die dann erneut von

den Bewegungsgleichungen gelöst werden [35, 6, 4] Abbildung (2-5) gibt einen Überblick über den Ablauf einer DEM-Simulation.

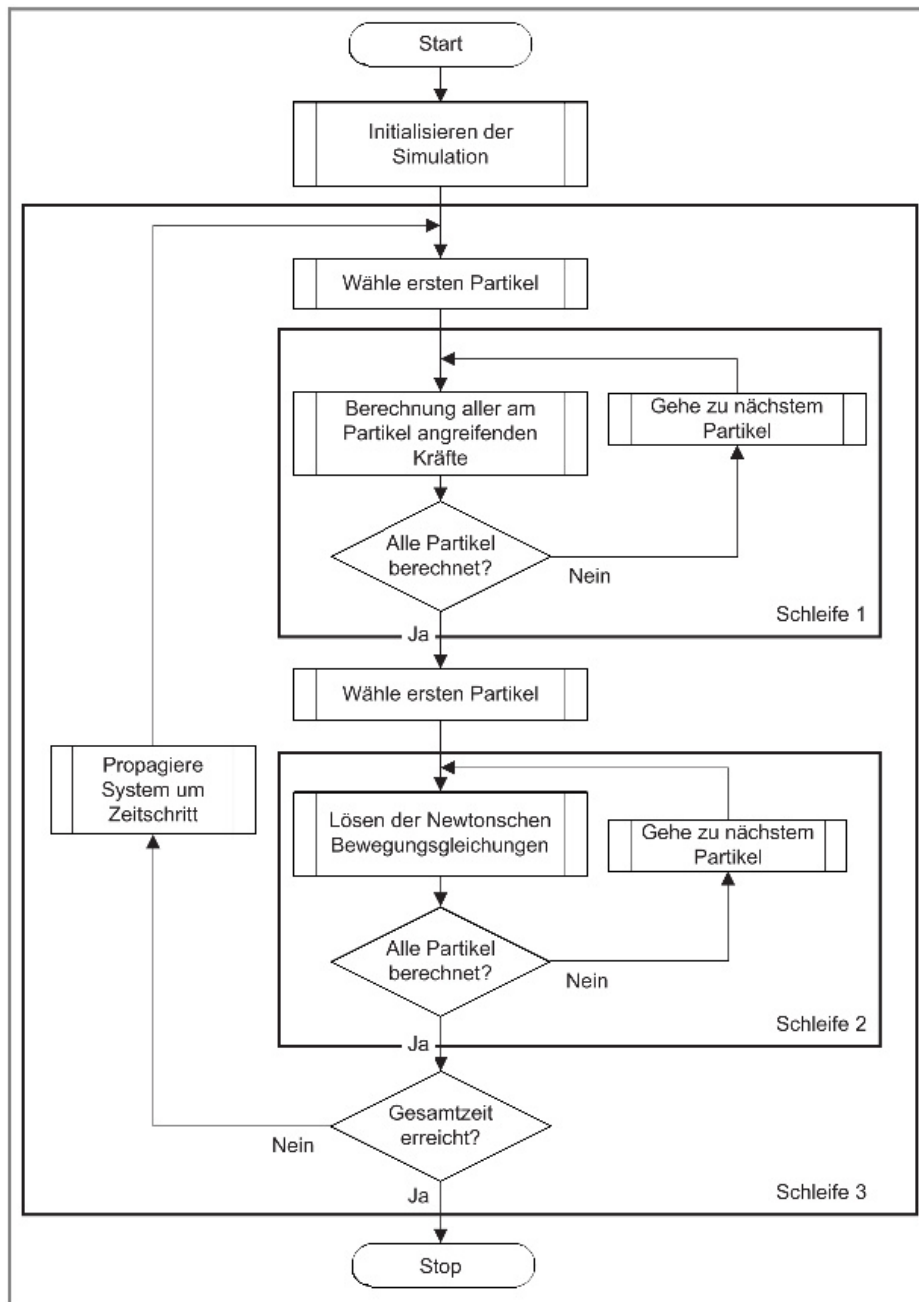


Abbildung 2-5: Flussdiagramm des Berechnungskreislaufs einer DEM-Simulation [35]

Als Partikel kommen meist einfache geometrische Körper wie Kugeln zur Anwendung, die den Rechenaufwand wegen ihrer guten Beschreibbarkeit gering halten. Will man andere Körper darstellen, dann kann das durch Verkettung von mehreren Kugeln realisiert werden [35].

2.2.3 Genauere Betrachtung des Hertz-Mindlin Modells^[35]

Zur Abbildung der Wechselwirkungen zwischen Partikeln und Bauteilen wird meist das Kontaktmodell nach Hertz und Mindlin verwendet. Dieses Modell beinhaltet Materialparameter und bietet eine Berechnungsvorschrift für Normal - und Tangentialkräfte, die zwischen den Kontaktstellen wirken. Um Kräfte überhaupt berechnen zu können, wird als grundlegende Einflussgröße einer DEM-Simulation die Erdbeschleunigung und deren Wirkrichtung benötigt [35], die in Gleichung (2-1) zur Berechnung von Massenkäften eingesetzt wird.

$$F_G = m \cdot g = V_P \cdot \rho_P \cdot g \quad (2-1)$$

Zur Bestimmung der Normalkräfte findet Gleichung (2-2) Anwendung.

$$F_N = \frac{4}{3} \cdot E_{M,ij} \cdot \sqrt{r_{P,M} \cdot \delta_N^{3/2}} \quad (2-2)$$

Hier steht $E_{M,ij}$ für den mittleren Elastizitätsmodul der Materialien i und j, $r_{P,M}$ für den gemittelten Partikelradius und δ_N für die Überschneidung der Kontaktpartner normal zur Kontaktstelle (Siehe Abbildung 2-6). Im Weiteren wird die Dämpfungskraft des Feder-Dämpfer- Systems benötigt. Die Normalkomponente der Dämpfung ist gegeben als

$$F_{N,D} = -2 \cdot \sqrt{\frac{5}{6}} \cdot \frac{\ln e}{\sqrt{\ln^2 e + \pi^2}} \cdot \sqrt{2 \cdot E_{M,ij} \cdot \sqrt{r_{P,M} \cdot \delta_N} \cdot m_{P,M} \cdot v_{N,rel}} \quad (2-3)$$

Hierin bedeuten $e_{i,j}$, die Stoßzahl in Form eines binären Materialparameters, $m_{P,M}$ die gemittelte Partikelmasse und $v_{N,rel}$ die relative Stoßgeschwindigkeit im rechten Winkel zum Kontrapunkt.

Für die Tangentialkraft, welche auf die Kontaktfläche wirkt, gilt

$$F_T = -8 \cdot G_{M,ij} \cdot \sqrt{r_{P,M} \cdot \delta_N} \cdot \delta_T \quad (2-4)$$

Der hier verwendete Schermodul $G_{M,ij}$ kann über Gleichung (2-5) mit Hilfe des E-Moduls ermittelt werden, wobei ν das Poissonverhältnis, also die Querkontraktion darstellt:

$$G = \frac{E}{2 \cdot (1 + \nu)} \quad (2-5)$$

Der Dämpfungsgrad, tangential zum Berührungspunkt, errechnet sich analog zu Gl. (2-3)

$$F_{T,D} = -2 \cdot \sqrt{\frac{5}{6}} \cdot \frac{\ln e}{\sqrt{\ln^2 e + \pi^2}} \cdot \sqrt{8 \cdot G_{M,ij} \cdot \sqrt{r_{P,M} \cdot \delta_N} \cdot m_M \cdot v_{T,rel}} \quad (2-6)$$

Nach Berücksichtigung des Coulombschen Gesetzes wird auch die Haftreibung zwischen den Kontaktpunkten einbezogen:

$$F_C = \mu_{Haft,ij} \cdot F_N \quad (2-7)$$

In Gleichung (2-7) ist $\mu_{Haft,ij}$ der Haftreibungskoeffizient der Kontaktpartner. Auch der Wert der Rollreibung $\mu_{Roll,ij}$ wird berücksichtigt.

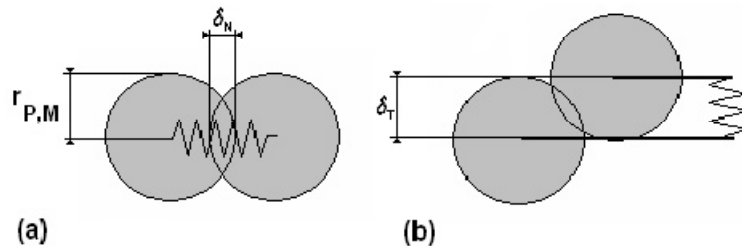


Abbildung 2-6: (a) Darstellung der Definition des minimalen Partikelradius und der Normalüberlappung. (b) Definition der Tangentialüberlappung bei azentrischem Stoß.

2.2.4 Der Zeitschritt

Neben den Anforderungen an das Kontaktgesetz ist ein geeigneter Zeitschritt zur erfolgreichen Durchführung einer Simulation erforderlich. Der Zeitschritt ist auch essentiell für die numerische Stabilität einer Simulation. Er stellt die Zeitspanne zwischen den Iterationen dar und bleibt während der Simulation konstant. Der hierfür gewählte Wert ist einerseits absolut in Sekunden und andererseits als Prozentanteil des Rayleigh-Zeitschrittes angegeben. Der Rayleigh-Zeitschritt ist die Zeit, die eine Schubwelle zur „Durchquerung“ eines Partikels benötigt. Dabei wird vorausgesetzt, dass sich die Welle in Form einer Rayleigh-Welle entlang der Oberfläche des Partikels bewegt [35, 26]. In Abbildung (2-7) ist der Zusammenhang zwischen Zeitschritt und der Schubwelle graphisch dargestellt. Werden unterschiedliche Partikel für eine Simulation vorgegeben, so muss zur Berechnung des kritischen Zeitschrittes nach Gleichung (2-9) das Partikel verwendet werden, für das der Zeitschritt am geringsten ausfällt [35].

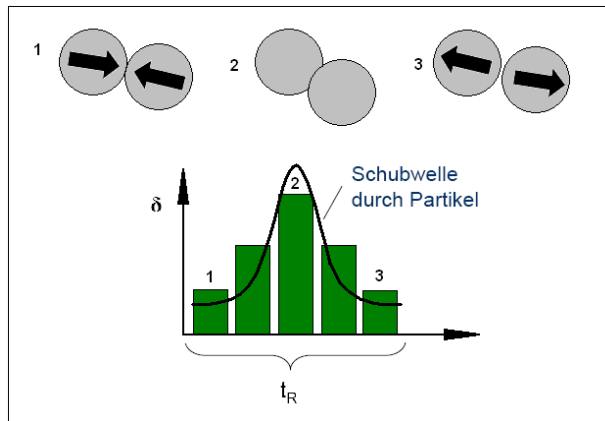


Abbildung 2-7: Darstellung der Rayleighwelle während der Phasen des Partikelkontaktes [5]

Bei der Wahl des Zeitschrittes muss man bedenken, dass die Simulationszeit mit der Verringerung des Zeitintervalls wächst. Wenn der Zeitschritt jedoch zu groß ist, dann entstehen durch das große Beobachtungsintervall extreme Überlappungen, die zu übermäßigen Ergebnissen für die Beschleunigung führen und daher falsche Lösungen liefern [8]. In der Literatur konnte für hinreichende Genauigkeit das Verhältnis

$$t_{sim} < 0.25 t_R \quad (2-8)$$

gefunden werden, worin t_{sim} die verwendete Zeitschrittlänge und t_r die Länge des Rayleigh-Zeitschrittes darstellen [5]. Der Rayleigh-Zeitschritt beschreibt die Zeitspanne, um die das System nach jeder Iteration vorangebracht wird. Er errechnet sich hierbei aus Gl. (2-9):

$$t_R = \frac{\pi \cdot r_{P,\min} \cdot \sqrt{\frac{\rho_{s,\min}}{G_{,\max}}}}{0,1631 \cdot v_{\max} + 0.8766} \quad (2-9)$$

Hierin stehen $r_{P,\min}$ für den minimalen Partikelradius, v_{\max} für die maximale Querkontraktion und $G_{,\max}$ für den maximalen Schubmodul.

Nach erfolgtem Simulationsstart werden die Kräfte für jedes Partikel ermittelt. Resultierende Kräfte werden aus den Überlappungen der Partikel errechnet. Nun erfolgt die Lösung der Bewegungsgleichungen für jedes Partikel, wobei die neuen Raumkoordinaten ermittelt werden. Das System wird dann um die Länge des kritischen Zeitschritts propagiert und Kräfteberechnung, sowie Lösen der Bewegungsgleichungen wird wiederholt. Ein Ende findet die Schleife, wenn ein vorgegebenes Abbruchkriterium, wie die erreichte Simulationszeit, überschritten wird. Nach [6] erläutert in [35].

2.3 Mischen und Probenahme

2.3.1 Der Mischzustand^[31]

Das Erreichen einer guten Durchmischung bei Mischvorgängen von pulverförmigen Feststoffen, die über unterschiedliche Größen und Dichten verfügen, ist oft nicht auf einfachem Weg möglich. In frei fließenden Pulvermischungen tendieren größere Partikel, oder Partikel mit geringerer Dichte sich vom restlichen Pulver zu separieren. Diese Eigenschaften machen Mischvorgänge oft zu schwierigen Herausforderungen, wenn eine gewisse Mischgüte erreicht und auch erhalten werden soll.

In einer perfekten Partikelmischung wird eine wahllos gezogene Probe immer die Zusammensetzung der Grundgesamtheit aufweisen. Diese Mischungsqualität kann aber in der Wirklichkeit nicht erreicht werden. In der Praxis ist es das Ziel, den Zustand einer Zufallsmischung zu Erreichen. Das bedeutet, dass die Wahrscheinlichkeiten eine Partikelart in der Probe zu finden gleich groß sind, wie der Anteil der gefragten Partikelspezies in der gesamten Mischung. In Pulvern die keine Neigung zur Entmischung aufweisen, ist die Zufallsmischung die bestmögliche Mischung. Wenn die Komponenten jedoch physikalische Unterschiede aufweisen, dann wird ein Anteil in den Proben stärker vertreten sein. In Abbildung (2-8, a) ist das Erscheinungsbild einer perfekten Mischung zu sehen. Abbildung (2-8, b) zeigt eine Zufallsmischung, wobei in Abbildung (2-8, c) bereits Entmischung zu erkennen ist.

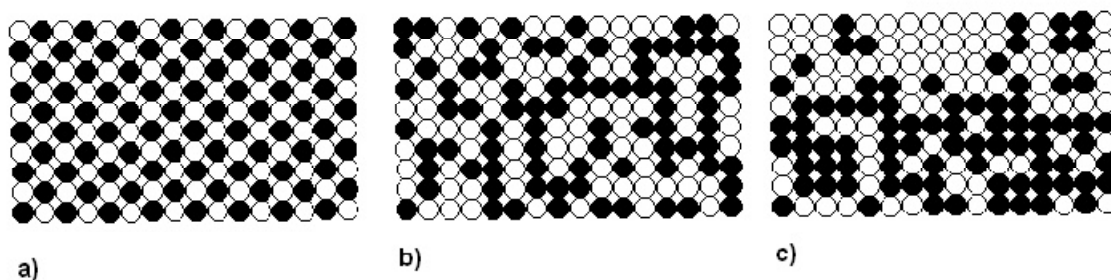


Abbildung 2-8: a) Perfekte Mischung, b) Ideale Mischung, c) Anzeichen für Entmischung

2.3.2 Entmischung^[31]

Wenn die Partikel einer Mischung über dieselben mischungsrelevanten, physikalischen Parameter wie Größe, Dichte und Form verfügen, so ist unter Voraussetzung von ausreichender Mischzeit, die Verteilung einer Zufallsmischung erreichbar. Da aber Partikel in realen Systemen meist stark unterschiedliche Eigenschaften aufweisen, treten in der Praxis oft Entmischungsphänomene auf. Partikel mit ähnlichen physikalischen Eigenschaften

gruppieren sich dabei in separaten Zonen der Mischung und verhindern somit das Erreichen der Zufallsverteilung. Solche Mischungen tendieren auch nach erfolgtem Mischprozess zur Entmischung, die beispielsweise durch Transport oder Weiterverarbeitung hervorgerufen werden kann.

Unter den zahlreichen Einflussgrößen auf Entmischungserscheinungen ist die Differenz der Partikelgrößen die am stärksten beeinflussende Eigenschaft und überwiegt die Dichte im Einfluss auf das Mischungsverhalten. Sind alle Partikel einer Mischung kleiner als 30 µm, so treten andere Einflussgrößen wie elektrostatische Kräfte, flüssigkeitsbedingte Kräfte und van-der-Waals-Kräfte in den Vordergrund, die den Schwerkrafteinfluss und die interpartikulären Kräfte um ein Vielfaches überwiegen, wodurch hier keine Entmischung zu erwarten ist.

2.3.3 Probenahme^[31]

Der spätere Verwendungszweck einer Mischung ist ausschlaggebend für die erforderliche Mischgüte. Um etwas über die Qualität einer Mischung aussagen zu können, ist es notwendig ihre Zusammensetzung zu prüfen. Hierzu bedarf es der vorherigen Festlegung, wie groß eine Entmischungszone sein darf, um die Mischung als schlecht zu bezeichnen.

Beispielsweise sollte sich die Zusammensetzung einer Packung Waschpulver vom ersten bis zum letzten Messbecher nicht wesentlich unterscheiden. Ebenso darf sich die Zusammensetzung einer Tablette, oder der Inhalt einer Kapsel so wenig wie möglich in eine Richtung der Komponenten verlagern. Die Probengröße hängt also auch wesentlich vom Verwendungszweck ab.

In der Praxis wird eine Korngrößenanalyse vieler Tonnen eines Pulvers meist aus Proben von wenigen Gramm erstellt. Dabei ist es unerlässlich, dass die Proben repräsentativ für die Grundgesamtheit des Pulvers sind. Durch Entmischungsvorgänge bei Transport und Lagerung wird eine verlässliche Probenahme zusätzlich erschwert. Um nun trotzdem eine aussagekräftige Probe zu erhalten, kann man unter Beachtung der „goldenen Regeln des Probeziehens“^[31] die Fehlerquellen verringern:

- Proben sollten nur aus einem bewegten Schüttgut gezogen werden
- Zur Probenahme sollte über ein kurzes Zeitintervall der Gesamtstrom des bewegten Gutes entnommen werden und nicht ständig ein Teilstrom abgezweigt werden.

2.3.3.1 Statistik der Probenahme^[31]

Probenziehen und Analyse der Probenqualität verlangen nach der Anwendung von statistischen Methoden. Die Grundlagen und Begriffe zur Analyse von binären Zufallsmischungen sind unten zusammengefasst.

Der Mittelwert. Die Zusammensetzung der Grundgesamtheit μ ist meist nicht bekannt, kann aber mit Hilfe von Proben näherungsweise bestimmt werden. Wenn N Proben der Zusammensetzung x_1 bis x_n gezogen werden, so kann die Zusammensetzung der gesamten Mischung mit Hilfe des Mittelwertes \bar{x} geschätzt werden:

$$\bar{x} = \frac{1}{N} \cdot \sum_{i=1}^N x_i \quad (2-10)$$

Die Standardabweichung und die Varianz der Zusammensetzung der Mischung sind quantitative Messungen der Qualität der Mischung. Die wirkliche Varianz ist meist unbekannt, kann aber unter der Voraussetzung der bekannten Zusammensetzung der Grundgesamtheit unter Anwendung von Gleichung (2-11) abgeschätzt werden, oder wenn diese nicht bekannt ist, mit Hilfe von Gleichung (2-12) genähert werden.

$$S^2 = \frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \mu)^2}{N} \quad (2-11)$$

$$S^2 = \frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2}{N - 1} \quad (2-12)$$

Die Standardabweichung ist die Quadratwurzel der Varianz.

Die theoretischen Grenzen der Varianz. Für ein binäres Gemisch sind die obere und untere Grenze der Varianz einer Mischung nach Gleichung (2-13) und (2-14) definiert. Hierin bedeuten σ_0^2 die Varianz im vollkommen entmischten Zustand, σ_r^2 die Varianz einer idealen Mischung.

$$\sigma_0^2 = p(1 - p) \quad (2-13)$$

$$\sigma_R^2 = \frac{p(1-p)}{n} \quad (2-14)$$

p und $(1-p)$ stellen die Verhältnisse der beiden Komponenten dar, wobei n für die Anzahl der Partikel in der Probe steht. Werte für die Varianz der Mischung liegen also immer innerhalb dieser beiden Grenzen.

2.3.4 Definitionen der Mischgüte^[31]

Der Lacey Index wird häufig zur Charakterisierung von Mischungen verwendet. Er stellt das Verhältnis der erreichten Mischgüte zur theoretisch erreichbaren Mischgüte dar (siehe Gleichung (2-15)). Das bedeutet, dass ein Lacey Index von Null eine totale Entmischung, eins eine Zufallsmischung beschreibt. In der Praxis liegt der Lacey Index meist zwischen 0,75 und 1,0. Daher ist er auch kein besonders geeignetes Mittel um Mischgüten zu vergleichen, da auch schlechte Mischungen einen Wert nahe eins erreichen können [31].

$$M = \frac{\sigma_0^2 - \sigma^2}{\sigma_0^2 - \sigma_R^2} \quad (2-15)$$

Die Varianzen der Grenzen werden hier nach den Gleichungen (2-13) und (2-14) berechnet.

Ein anderes Mischgütemaß ist der Poole et al.- Mischgüteindex. Dieser Index ermöglicht eine bessere Vergleichbarkeit von praktischen Mischungen. Der Poole et al.- Mischgüteindex wird nach Gleichung (2-16) berechnet, wobei σ für die momentane Standardabweichung der Probe und σ_R für die untere Grenze der Standardabweichung steht [31].

$$Poole = \frac{\sigma}{\sigma_R} \quad (2-16)$$

Die Standardabweichung der Varianz einer Probe wird auch als Standardfehler $E(S^2)$ bezeichnet.

2.3.5 Test der Genauigkeit des Ergebnisses für die Zusammensetzung einer Mischung und deren Varianz^[31]

Die Mischungszusammensetzung und die Varianz die man aus Proben ermittelt, bestehen ebenso nur aus Proben der Normalverteilung der Mischung und den Varianzen. Es ist notwendig ein sicheres Konfidenzintervall zu ermitteln, um die Genauigkeit der Messwerte zu

belegen. Vorausgesetzt, dass die Probenzusammensetzungen normalverteilt sind, kann man ein Konfidenzintervall nach Gleichung (2-17) berechnen.

$$\mu = \bar{x} \pm \frac{t \cdot S}{\sqrt{N}} \quad (2-17)$$

t steht hier für den Student t-Test der statistischen Signifikanz, deren Wert von der geforderten Konfidenz abhängt.

2.3.4.1 Varianz

Wenn mehr als 50 Proben gezogen werden, so kann man von Normalverteilung ausgehen und den Student t-Test wählen. Die beste Annäherung an die wirkliche Varianz ist hier gegeben durch

$$\sigma^2 = S^2 \pm [t \times E(S^2)] \quad (2-18)$$

Die Standardabweichung der Mischungsvarianz ist meist unbekannt, kann aber für diesen Test nach:

$$E(S^2) = S^2 \cdot \sqrt{\frac{2}{N}} \quad (2-19)$$

ermittelt werden

Werden weniger als 50 Proben gezogen, so ist die Verteilung nicht mehr als Normalverteilung anzunehmen. Hier kann von einer Chi-Quadrat-Verteilung ausgegangen werden. In diesem Fall sind die Grenzen der Zuverlässigkeit nicht mehr symmetrisch. Die Anzahl der Werte der Mischungsvarianz ist hier durch obere (Gleichung (2-20)) und untere (Gleichung (2-21)) Grenze definiert.

$$\sigma_u^2 = \frac{S^2 \cdot (N-1)}{\chi_\alpha^2} \quad (2-20)$$

$$\sigma_o^2 = \frac{S^2 \cdot (N-1)}{\chi_{1-\alpha}^2} \quad (2-21)$$

α ist hier das Signifikanzlevel. Die oberen und unteren Chi-Quadrat-Verteilungswerte für das geforderte Konfidenzniveau kann Tabellen entnommen werden.

2.4 Feststellung der Einflüsse auf Mischprozesse

Es gibt zahlreiche Faktoren, die auf die Eigenschaften einer Mischung Einfluss nehmen können. Abbildung (2-12) zeigt einen Überblick über wichtige Quellen.

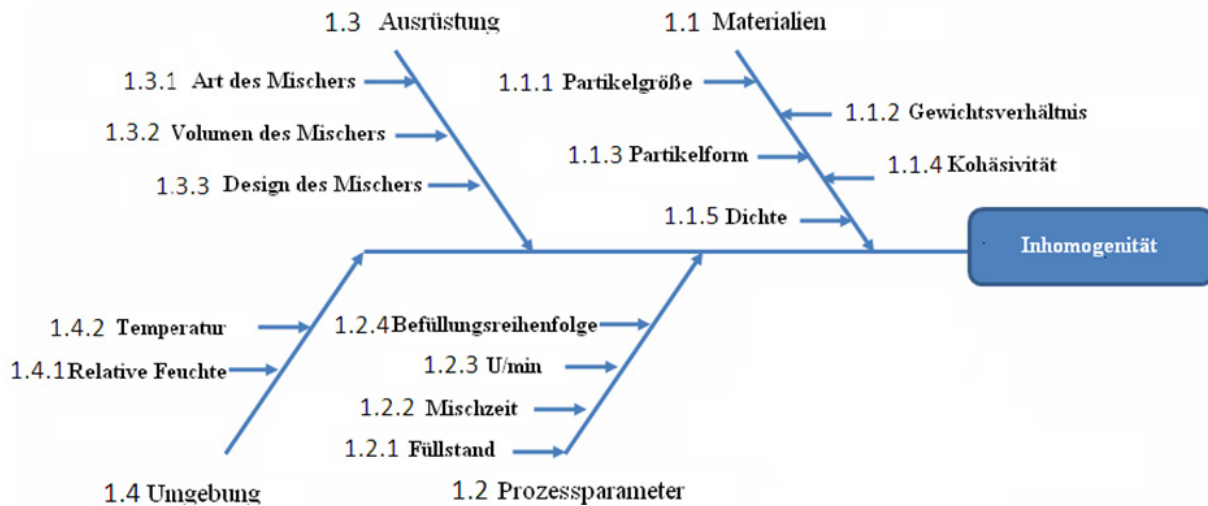


Abbildung 2-9: Fischgrätendiagramm für Einflussquellen auf den Mischprozess [1]

Die Kenntnis der Gewichtung dieser Einflüsse ist gerade bei Validierungsaufgaben wesentlich. In Tabelle (2-1) kann man den Einflussgrad der Quellen aus Abbildung (2-12) erkennen. Die Skala geht dabei von 1 (schwacher bis kein Einfluss) bis 5 (starker Einfluss).

Tabelle 2-1: Einflussquellen auf das Mischverhalten nach ihrer Gewichtung [1]

1.1 Materialien	1.1.1 Partikelgröße	5
	1.1.2 Massenverhältnis	5
	1.1.3 Partikelform	5
	1.1.4 Kohäsivität	5
	1.1.5 Dichte	4
1.2 Prozessparameter	1.2.1 Füllstand	4
	1.2.2 Mischzeit	5
	1.2.3 U/Min	1
	1.2.4 Befüllungsreihenfolge	3
1.3 Ausrüstung	1.3.1 Art des Mixers	4
	1.3.2 Volumen des Mixers	3
1.4 Umgebung	1.4.1 Rel. Feuchte	3
	1.4.2 Temperatur	2

2.5 Überblick über Validierungsmethoden der DEM

In der Literatur finden sich zahlreiche Arbeiten, die sich mit der Validierung der Diskrete-Elemente-Methode beschäftigt. Viele Ansätze arbeiten hierzu mit Versuchsaufbauten, die die Beobachtung des Mischprozesses durch transparente Wände erlauben. Die Auswertung erfolgt dann im Vergleich der beobachteten Fläche mit der Simulation dieses Aufbaus. Vorteilhaft an dieser Methode ist die kontinuierliche Beobachtbarkeit. Negativ ist der Umstand, dass kein Einblick in das Innere der Mischung genommen werden kann. Deshalb können diese Betrachtungen nur für Systeme herangezogen werden, die einen zweidimensionalen Charakter haben. In Abbildung (2-9) sind ein solcher Aufbau und seine Simulation dargestellt [37].

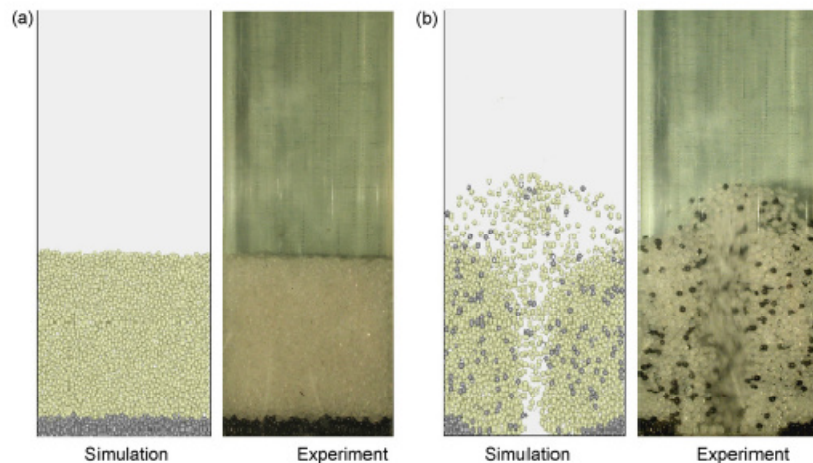


Abbildung 2-10: Darstellung eines Wirbelschichtbetts (rechts) und der zugehörigen Simulation (links) [37]

Es ist hier ein Wirbelschichtbett zu sehen, das links im unbegasteten Zustand und rechts mit Gasdurchsatz dargestellt ist. Die Auswertung erfolgt hier mittels analytischen Vergleichs der Bilder einer Hochgeschwindigkeitskamera mit Zeitschritten einer Simulation.

In [33] wird statt dem Einblasen von Gas beispielsweise eine Art Stiftbalken verwendet, dessen Balken vertikale, periodische Bewegungen ausführen. Auf diese Weise kann der Prozess erneut zweidimensional betrachtet werden, da der Einfluss auf die dritte Dimension wegfällt. Die Auswertung und der Vergleich zur Simulation werden auch hier ebenfalls mit Hilfe von Bildauswertung des Mischvorgangs erreicht [33]. In Abbildung (2-10) sind links der Mischversuch und rechts die dazugehörige Simulation dargestellt.

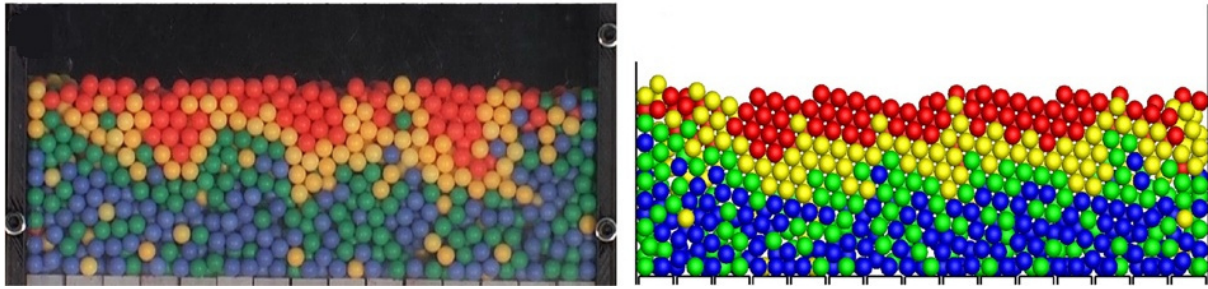


Abbildung 2-11: Glaskasten zur 2D-Analyse einer Kugelschüttung mit darunterliegendem Stiftbalken [33]

Dieses Modell der Versuchsauswertung wird vereinzelt auch in dreidimensionalen Bereich angewandt. Ein Nachteil der Methode ist hier aber, dass man nur die Oberfläche der Mischung betrachten kann, wobei sich das Innere mit diesen Methoden nicht erfassen lässt. Deshalb kommen im 3D-Bereich auch oftmals Probenahmeverfahren zum Einsatz. In der Arbeit von Manickam et al. [18] wird beispielsweise zur Analyse zusätzlich ein Probenstecher verwendet. Dieser wird durch eine Lochmatrix in die Mischung eines Doppelkonusmischers eingeführt, um Proben von genau definierten Stellen zu erhalten. Die Auswertung erfolgt mittels Vergleichs der Probenahmen und der beobachtbaren Oberflächen der Mischungen. In Abbildung (2-11) ist der Doppelkonusmischer aus der Arbeit von Manickam et al. [18] dargestellt. Links ist der Versuchsaufbau mit der realen Mischung zu erkennen. Auf der rechten Seite sieht man die simulierte Mischung.



Abbildung 2-12: Realer Doppelkonusmischer (links) mit Simulation (rechts) [18]

3 Materialien und Methoden

3.1 Der Versuchsaufbau

Grundlegendes Ziel bei der Planung des Versuchsaufbaus war eine klar und eindeutig definierte Geometrie. Unnötige Einflussfaktoren, die ein Abweichen der Laborergebnisse von der späteren Simulation verursachen könnten, sollten im Vorhinein möglichst minimiert werden.

3.1.1 Der Rührbehälter

Als Rührbehälter diente ein handelsübliches Abflussrohr DN 100 aus PVC, dessen Geometrie gut beschreibbar war und daher die Erstellung eines zuverlässigen CAD-Modells möglich machte. Ein weiterer Vorteil des PVC-Rohres ist, dass es im Kontakt mit den verwendeten Materialpaarungen zu keinen wesentlichen elektrostatischen Aufladungen kommt und der Werkstoff PVC gegen das verwendete Polyesterharz chemisch beständig ist. Ladungsverschiebungen haben sich in Vorversuchen mit Rührbehältern aus Glas und Plexiglas als großes Problem herausgestellt. Obwohl der elektrostatische Einfluss zwar simulierbar ist, stellte er aber einen weiteren Einflussfaktor dar, der nicht im Rahmen der Arbeit untersucht werden konnte.

Um das „Mitziehen“ des gesamten Behälterinhalts mit dem Rührer zu verhindern, wurden in diesen Rührbehälter vier Störbleche aus Eisen (6x6x100 mm) jeweils um 90 Grad versetzt eingebaut. Die genaue Positionierung der Strombrecher gelang mit Hilfe eines Rundtisches, der über eine Gradskala zur Einrichtung von Werkstücken auf Fräsmaschinen verwendet wird. Diese Bleche dienten später auch zum Auffinden der genauen Nullposition des Vierblattrührers im Behälter, wodurch für den Rührer eine exakt reproduzierbare Positionierung gewährleistet werden konnte.

Das untere Ende des Rohrs musste mit einem Deckel aus demselben Werkstoff verschlossen werden, da die Anzahl an Materialpaarungen wegen der Minimierung von Fehlerquellen so gering wie möglich gehalten werden sollte. In Abbildung (3-1, b) ist der fertige Rührbehälter mit den integrierten Strombrechern zu sehen. Die Darstellungen in Abbildung (3-1, a) zeigen die Abmessungen des Mischbehälters, wobei in Abbildung (3-1, c) bereits das 3D-CAD-Gitternetzmodell des Behälters zu sehen ist, das später in der Simulation eingelesen wurde.

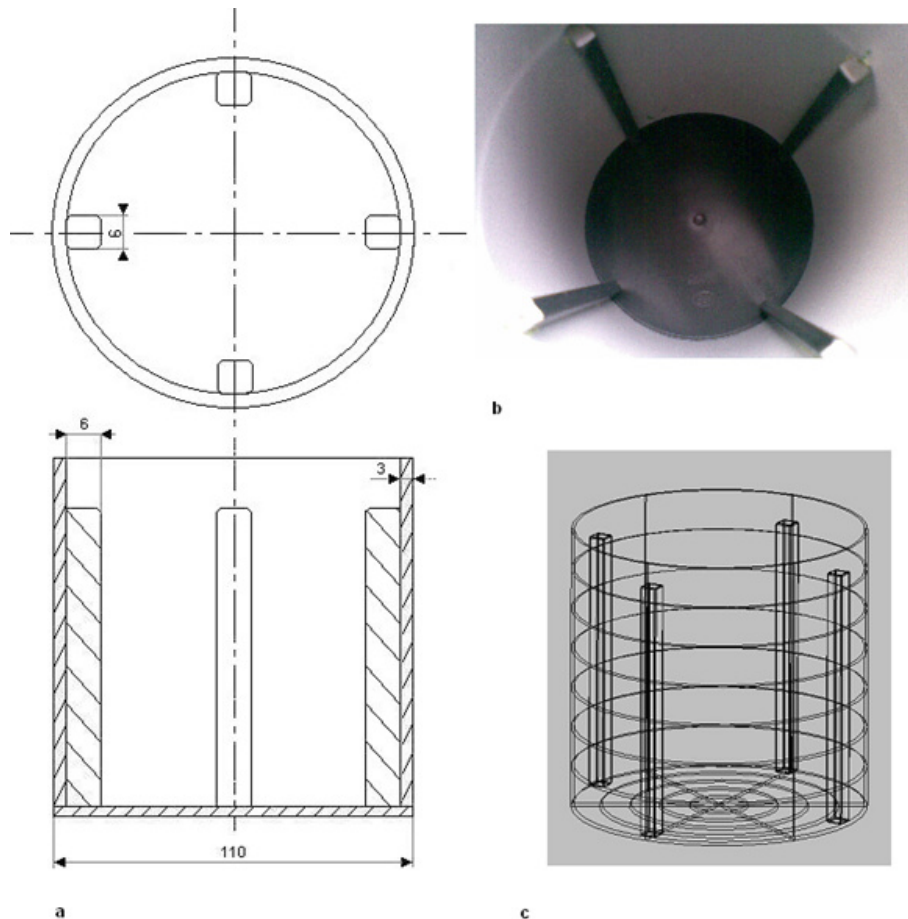


Abbildung 3-1: a) Aufriss und Grundriss des Rührbehälters, b) Darstellung des realen Behälters, c) 3D-CAD-Gitternetzmodell des Behälters.

3.1.2 Der Vierblattrührer

Um gemäß Abschnitt 2.1.1 den extrinsischen Bedingungen zu genügen, war es notwendig einen Vierblattrührer zu fertigen, dessen geometrische Eigenschaften klar definiert waren. Dies war notwendig, da handelsübliche Laborrührer entweder zu fragil ausgeführt (Wellenbiegung) sind, oder wegen der Verwendung von gewundenen Blechen unzuverlässig zu modellieren sind. Durch die eigens für die Laborversuche durchgeführte Neukonstruktion des Rührorgans entstand auch parallel zur Herstellung ein 3D-CAD Modell des Rührers, das wiederum in der Simulation Anwendung fand.

Zur Modellierung sämtlicher Geometrien kam AutoCAD[®] Mechanical 2008 zur Anwendung. In Abbildung (3-2) sind die wichtigsten Schritte der Konstruktion des Vierblattrührers zu sehen. Der Rührer ist teils aus Edelstahl und Aluminium gefertigt. Als Grundkörper diente ein Aluminiumzylinder, der um 90° versetzt und einem Winkel von 40° eingefräst wurde. Für die Bor und Fräsarbeiten kam eine Bohr-Fräsmaschine WMD20LV der Firma Weiß (Weiß Werkzeugtechnik, Kolbingen, Deutschland) zum Einsatz.

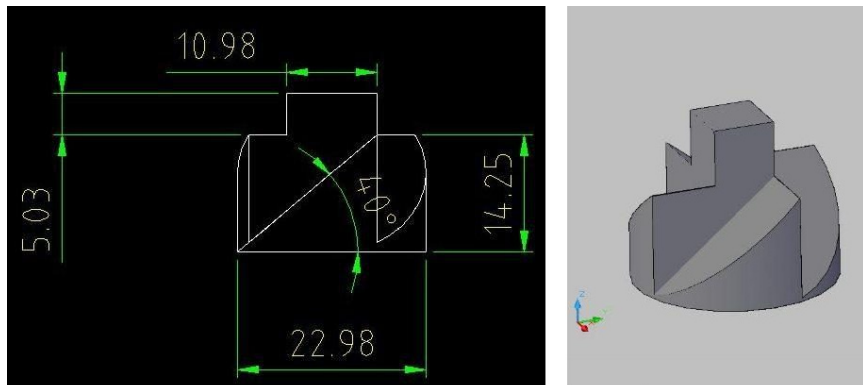


Abbildung 3-2: Konstruktionszeichnung des Grundkörpers des Vierblattrührers mit den wichtigsten Maßen (links), 3D-Modell des Grundkörpers (rechts)

Die vier Blätter sind mit Hilfe von vier M3 Innensechskantschrauben auf den durch den Fräsvorgang erstellten Schrägflächen (40°) befestigt.

Zur Fixierung der Rührwelle ($d=12\text{mm}$) musste der Grundkörper axial durchbohrt werden und die Welle mit Hilfe einer Mutter auf einem M5 Gewinde gegengeschraubt werden. Zusätzlich war es erforderlich den Rührkopf radial mit einer M3 Wurmschraube gegen Verdrehen gegenüber der Welle zu sichern. Abbildung (3-3) zeigt die wichtigsten Abmessungen, das fertige 3D-CAD-Modell und den fertigen Vierblattrührer.

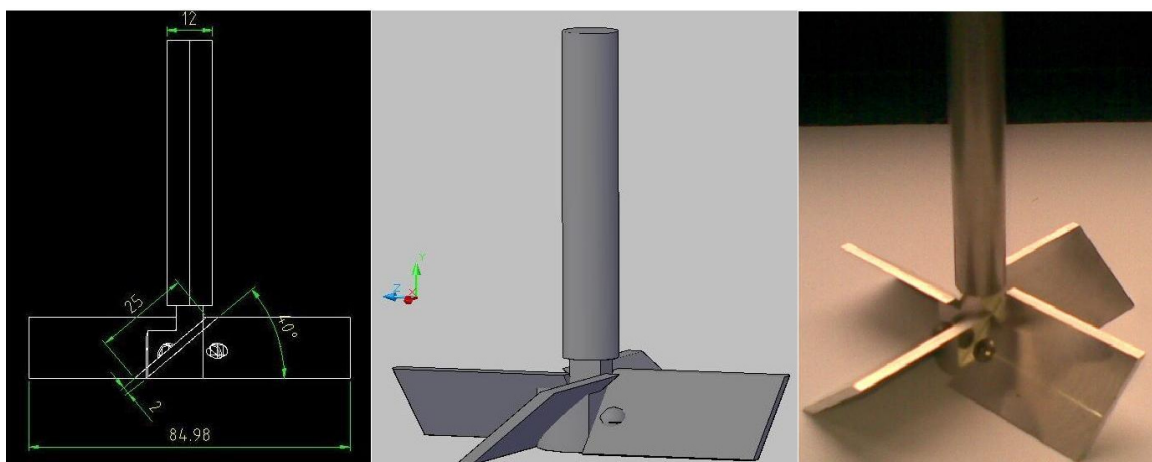


Abbildung 3-3: (links) Konstruktionszeichnung mit den wichtigsten Maßen des Laborrührers, (mitte) 3D-CAD-Modell des fertiggestellten Rührers, (rechts) Abbildung des gefertigten Vierblattrührers.

3.2 Die Stoffeigenschaften

Parallel zur Erstellung des Modells und dem Bau des Versuchsstandes wurden die Werkstoffkennwerte ermittelt, die später in der Simulation Anwendung fanden. In Abbildung (2-3) sind die geforderten Eingabewerte zusammengefasst.

3.2.1 Der Restitutionskoeffizient

Der Restitutionskoeffizient (COR) stellt das Verhältnis der Geschwindigkeiten eines Körpers vor einem Stoß zu der nach dem Stoß dar:

$$COR = \frac{v_{post}}{v_{pre}} \quad (3-1)$$

Es gibt in der Literatur zahlreiche Methoden den Restitutionskoeffizienten zu ermitteln. In dieser Arbeit wurde ein Versuchsaufbau genutzt um die Geschwindigkeiten vor und nach dem Zusammenstoß der Partikel mit einer festen Wand zu messen.

Als Partikel kamen dabei Kunststoffkugeln der Firma Umarex (UMAREX Sportwaffen GmbH & Co. KG, Donnerfeld 2, Arnsberg, Deutschland) zum Einsatz. Diese erwiesen sich wegen ihrer präzisen Fertigung als sehr gut geeignete Partikel für sämtliche Mischprozesse dieser Arbeit. Es kamen zwei unterschiedliche Sorten zur Anwendung. Weiße Kugeln mit 0,208 Gramm pro Kugel und schwarze Kugeln mit 0,114 Gramm pro Kugel wurden gewählt. Alle Kugeln hatten einen Durchmesser von 6 mm.

Die zu untersuchende Kugel wurde von einer definierten Höhe aus einer Haltevorrichtung fallen gelassen und prallte dann vertikal gegen eine Granitplatte, wovon sie in dieselbe Richtung zurücksprang. Dabei filmte eine MotionScope[®] M3 high-speed Kamera der Firma Redlake (1202 E Park Ave, Tallahassee, FL 32301, USA) den gesamten Vorgang der Annäherung und Reflektion.

Die Kamera hat eine maximale Auflösung von 1280 x 1024 bei 500 Bildern pro Minute. Es können bei geringerer Auflösung aber auch 32000 Bilder pro Minute erzeugt werden [12]. Aus dieser großen Anzahl von Einzelbildern wurde dann jeweils eine Serie von Aufnahmen unmittelbar vor dem Aufprall und nach dem Aufprall herausgesucht.

Mit Hilfe von händischer Bildauswertung konnte über den Vergleich der zurückgelegten Wegstrecken (in Pixel) das Verhältnis der Geschwindigkeiten vor und nach dem Stoß ermittelt werden (siehe Abbildung (3-4)).

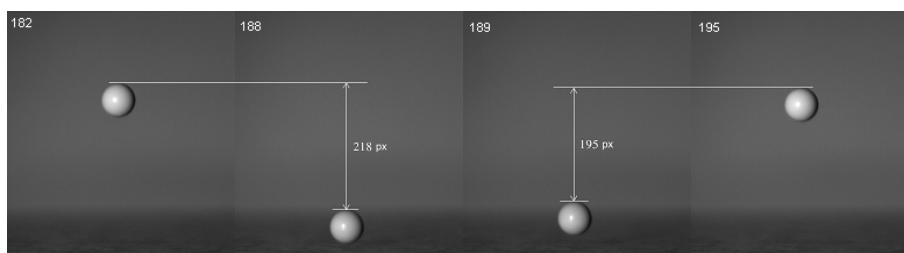


Abbildung 3-4: Einzelbilder der Hochgeschwindigkeitskamera mit Ermittlung der Geschwindigkeiten über zurückgelegten Weg pro Einzelbild

Um ein aussagekräftiges Ergebnis zu erhalten wurden sieben Messungen je Sorte durchgeführt. Die Ergebnisse der Messungen sind in Tabelle (3-1) zusammengefasst.

Tabelle 3-1: Ergebnisse der Vermessung des Restitutionskoeffizienten

	Weiss (6mm Kunststoffkugel)	Schwarz (6mm Kunststoffkugel)
Mittelwert des COR	0,880	0,960
Standardabweichung	0,007	0,005

3.2.2 Der Haftreibungskoeffizient

Als weiterer erforderlicher Stoffwert war der statische Reibungskoeffizient zu ermitteln. Dazu diente das Rheometer Physica MCR 300 der Firma Anton Paar (Anton-Paar-Str. 20, Graz, Österreich). Um die Messungen durchführen zu können musste der vorhandene Rheometer modifiziert werden, da solche Geräte hauptsächlich zur Vermessung der physikalischen Eigenschaften von Flüssigkeiten eingesetzt werden. Diese Modifikation umfasste einen simplen Aufbau, der es ermöglichen sollte die zu vermessenden Kugeln in radialer Richtung zu fixieren und gleichzeitig eine axiale Verschiebung zu ermöglichen. Dazu war die Fertigung der in Abbildung (3-5) gezeigten Kugelhalterung erforderlich. Die Halterung besteht aus einem zylindrischen Aluminiumgrundkörper, der eine exzentrische Bohrung enthält, in der ein Stift aus dem Werkstoff Polyetheretherketon (PEEK) auf einer Feder frei gleitet. PEEK (Polyetheretherketon) weist einen geringen Reibungskoeffizienten auf [10] und erwies sich deshalb als geeigneter Werkstoff für diese Aufgabe.

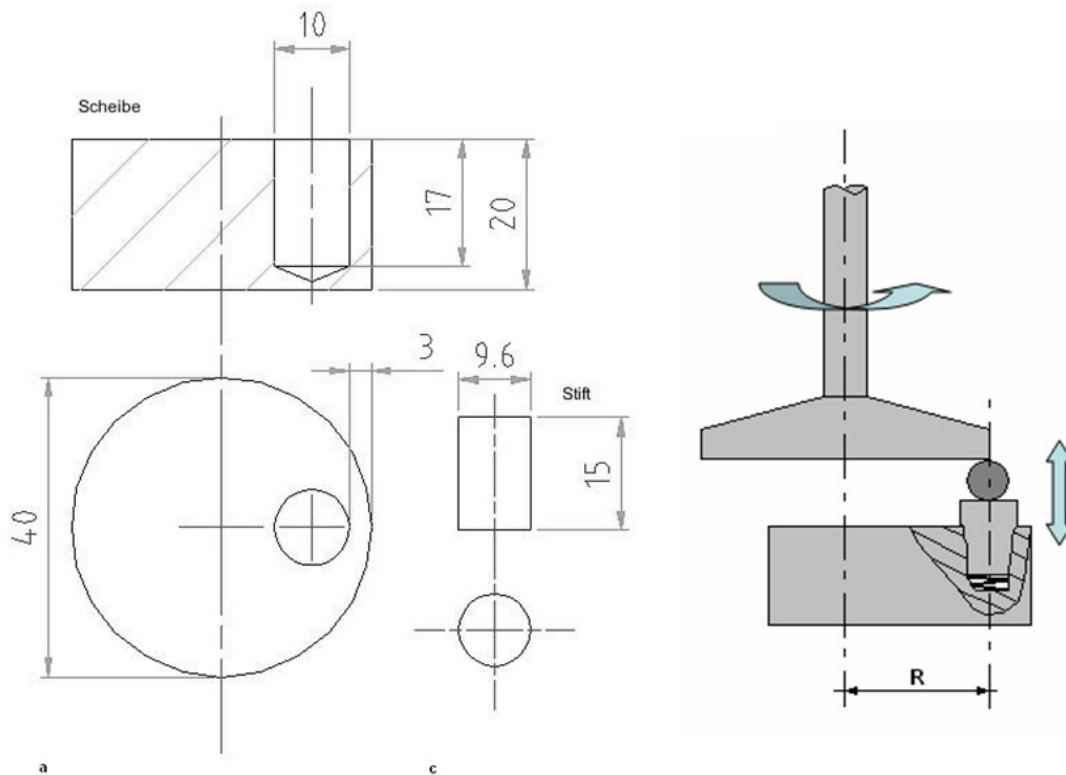


Abbildung 3-5: Grundriss und Aufriss der Kugelhalterung (links), Schematische Darstellung der Funktionsweise der Haltevorrichtung (rechts).

Das zur Messung verwendete Rheometer verfügt über sehr sensible Sensoren, die die Vertikalkraft und das anliegende Drehmoment erfassen und für jeden Zeitpunkt des Messvorgangs aufzeichnen. Aus der Aufzeichnung konnte dann mittels einfacher Berechnung aus dem Coulombschen Reibungsgesetz (Gleichung 3-2) und der Definition des Drehmoments der Reibungskoeffizient der geprüften Kugel mit seiner Unterlage errechnet werden (Siehe Gleichung (3-3).

$$F_R = \mu_H \cdot F_N \quad (3-2)$$

$$\mu_H = \frac{M}{R \cdot F_N} \quad (3-3)$$

In Abbildung (3-6) sind die Ergebnisse des Haftreibungskoeffizienten für den Kontakt zweier Kugeln dargestellt. Es sind je vier Messreihen bei unterschiedlicher Normalkraft zu je zweitausend Punkten aufgezeichnet worden.

Die Datenpunkte konnten mittels Ausgabe des Rheometers für Moment und Normalkraft nach Gleichung (3-3) errechnet werden. Wie man erkennt, streuen die erhaltenen Werte über einen weiten Bereich, wodurch kein eindeutiger Haftreibungskoeffizient angegeben werden konnte. Dies liegt vor allem daran, dass die häufig verwendete Gl. (3-2) mit konstantem Koeffizienten ein vereinfachtes Modell darstellt. Um dieses Problem zu umgehen, war es notwendig eine

Formel zu finden, die das Versagen der Haftreibung, das letztendlich der bestimmende Faktor ist, für die Summe der Messpunkte bestmöglich beschrieb. Da hier kein Auswahlkriterium für „einen richtigen Wert“ bestehen kann, wurden nur alle Werte oberhalb des arithmetischen Mittelwertes in die Mittelung des Reibungskoeffizienten einbezogen.

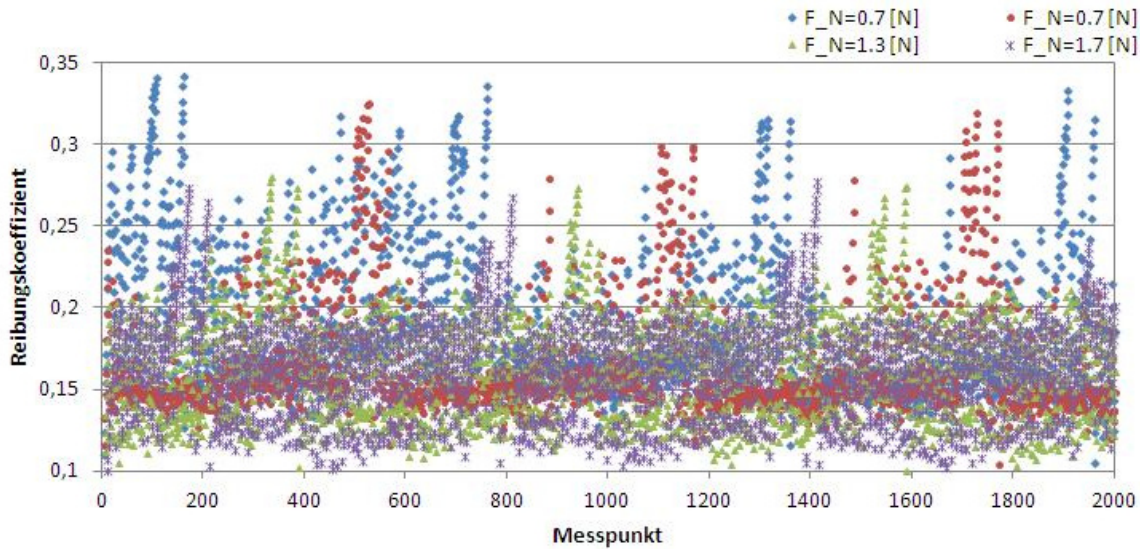


Abbildung 3-6: Messpunkte des Haftreibungskoeffizienten für unterschiedliche Normalkräfte.

In Tabelle (3-2) sind die Ergebnisse der Haftreibungskoeffizienten der Kugeln mit Stahl und mit Kunststoff (Beschreibung der Haftreibung Kugel-Kugel) zusammengefasst. Im Vergleich mit Literaturdaten [23] (Kunststoff auf Metall: 0,25-0,4 und Kunststoff auf Kunststoff: 0,3-0,4) sind die aus den Messdaten gemittelten Werte eher im niedrigen Bereich angesiedelt.

Tabelle 3-2: Ergebnisse für Haftreibungskoeffizienten der verwendeten Materialpaarungen

Schwarz & Stahl		Weiß & Stahl		Schwarz & Kunststoff		Weiß & Kunststoff	
1	0,32	1	0,32	1	0,23	1	0,26
2	0,32	2	0,24	2	0,22	2	0,28
3	0,23	3	0,22	3	0,27	3	0,33
4	0,33	4	0,34	4	0,23	4	0,24
5	0,27	5	0,29				
Stabw:	0,04	Stabw:	0,05	Stabw:	0,02	Stabw:	0,03
Mittelwert:	0,29	Mittelwert:	0,28	Mittelwert:	0,24	Mittelwert:	0,28

3.2.3 Rollreibungskoeffizient, Schubmodul, Dichte und Querkontraktionszahl

Nun galt es den Rollreibungskoeffizienten, das Schubmodul und die Querkontraktionszahl (=Poissonverhältnis) zu ermitteln. Da die Ermittlung des Poissonverhältnisses im Rahmen dieser Arbeit nicht möglich war und zahlreiche Literaturwerte vorhanden sind, kam hier zur Beschreibung ein Literaturwert zur Anwendung. Die Poissonzahl ist nach Gleichung (3-4) definiert, wobei l und d die ursprünglichen Längenmaße und Breitenmaße darstellen. Δl und Δd beschreiben die Änderung der Längen und Breitenmaße unter Krafteinfluss. Für die meisten Kunststoffe (Thermoplaste und Duromere) kann hier ein Wert von ungefähr 0.33 - 0.45 [2] angenommen werden.

$$\nu = \frac{\frac{\Delta d}{d}}{\frac{\Delta l}{l}} \quad (3-4)$$

Gleichermaßen wurde wegen der schwierigen, experimentellen Bestimmbarkeit des Schermoduls ebenfalls auf Literaturwerte zurückgegriffen. Der Schermodul ist eine Materialkonstante und beinhaltet die Information über die lineare elastische Verformung eines Körpers unter einer Querkraftwirkung oder Schubspannung. Zwischen Poissonverhältnis (ν), Schermodul (G) und Elastizitätsmodul (E) (Zusammenhang zwischen Spannung und Dehnung) besteht das in Gleichung (3-5) dargestellte Verhältnis [16]. Man kann für die meisten Kunststoffsorten von einem Wert von ca. $5.55 \cdot 10^8 \text{ Pa}$ ausgehen.

$$E = 2 \cdot (1 + \nu) \cdot G \quad (3-5)$$

Die Dichte des verwendeten Kunststoffes konnte unter Zuhilfenahme einer Bügelmessschraube und einer Analysenwaage festgestellt werden. Um den Mittelwert der Dichte der Kugelsorten zu bestimmen wurden 5 Stück je Sorte auf der Analysenwaage abgewogen und dann der das arithmetische Mittel gebildet. Das so erhaltene Ergebnis stimmte auch mit dem Mittelwert über 50 Kugeln überein. Die Ergebnisse sind in Tabelle (3-3) aufgelistet.

Tabelle 3-3: Ermittlung der Kugeldichte

Kugel	Masse [g]	Standardabweichung [g]	Durchmesser [mm]	Dichte [kg/m ³]
Schwarz	0,114	0,002	6	1009,5
Weiß	0,2008	0,0003	6	1775,5

Für die Auswahl des Rollreibungskoeffizienten sind in der Literatur nur wenige Daten vorhanden. Ein allgemeiner Wert für den Rollreibungskoeffizienten von Kugeln konnte jedoch zwischen 0,001 und 0,005 gefunden werden [23].

3.3 Versuchsdurchführung

3.3.1 Der Versuchsstand

Als Antrieb des in Abschnitt 3.1.2 beschriebenen Versuchsrührers diente ein Rührerantrieb (Siehe Abbildung (3-7), 1) RZR 2102 Control der Firma Heidolph (Heidolph Instruments GmbH&Co.KG Starenstrasse 23 D-93309 Kelheim). Es handelt sich hierbei um einen Antrieb, der eine genaue Drehzahlregelung zulässt und dabei auch dank speziellem Planetengetriebe bei großen Viskositäten diese Drehzahl aufrechterhalten kann [13].

Vor Versuchsbeginn mussten der Rührerantrieb und der Mischbehälter horizontal sowie vertikal ausgerichtet werden, um eine genaue Positionierung der Wellenachse zu gewährleisten. Zum Zentrieren des Rührers dienten die vier Strombrecher im Rührbehälter, die aufgrund des geringen Spiels zwischen Rührblatt und Störblech beim Auffinden einer Nullposition geeignet waren, die dann analog in der Simulation als Startpunkt diente. Ebenso war die Kenntnis der Bodenfreiheit des Rührers zur späteren Simulation entscheidend, da nur bei bestmöglicher Übereinstimmung von Modell und Realität ein brauchbares Ergebnis zu erwarten war. Als Wert für die Bodenfreiheit wurde der Kontakt mit der Bodenplatte des Rührbehälters (Siehe Abbildung (3-7), 2 und 3) gewählt, da die Reproduzierbarkeit hier optimal war.



Abbildung 3-7: (1) Rührwerk, (2) Rührbehälter, (3) Innenansicht des Rührbehälters, (4) Befüllter Rührbehälter

3.3.2 Versuchsablauf

In Summe wurden neun Mischversuche im Labor durchgeführt. In Tabelle (3-4) sind die jeweiligen Rührwerkseinstellungen und Zusammensetzungen angegeben.

Tabelle 3-4: Ablaufschema der Laborversuche.

Versuch	Konditionen	Versuchsreihe I	Versuchsreihe II	Versuchsreihe III
1	Verhältnis (w :s)	50:50	40:60	50:50
	Umdrehungen	5	6	5
	U/min	4	4	6
2	Verhältnis (w :s)	50:50	40:60	50:50
	Umdrehungen	8	9	5
	U/min	4	4	8
3	Verhältnis (w :s)	50:50	40:60	50:50
	Umdrehungen	12	13	5
	U/min	4	4	12

Nach genauer Ausrichtung und Positionierung aller Geometrien mit Hilfe einer speziellen Wasserwaage, wurde der Mischbehälter mit bereits eingeführtem Vierblattrührer befüllt (Siehe Abbildung (3-7), 4). Um bei der Befüllung des Behälters möglichst analog zur Simulation zu verfahren, musste eine ebenmäßige Fläche der beiden Kugelspezies aufgeschüttet werden. Dabei bildeten die leichten Kugeln (Schwarz) die untere Schicht. Durch diese Anordnung war zu erwarten, dass die maximale Durchmischung wegen des relativ hohen Dichteunterschiedes zu den weißen Kugeln schnell eintritt und sich darauf eine beschleunigte Entmischung zeigen würde.

Bei Versuchsstart wurde das Rührwerk eingeschaltet und für den jeweiligen Versuch mit den Stellwerten aus Tabelle (3-4) betrieben. Nach erfolgter Durchmischung war es notwendig, den Rührer aus der Mischung zu entfernen, da eine Auswertung andernfalls nicht möglich gewesen wäre. Dieser Vorgang war so genau wie möglich per Hand durchzuführen, um den Einfluss auf die Mischung reproduzierbar und simulierbar zu machen. Ebenso war nach dem Mischvorgang ein sorgfältiges Hantieren mit dem befüllten Mischbehälter notwendig. Um die Mischung nicht nachträglich zu verändern, wurde sie vor dem Eingießen provisorisch fixiert. Dies war auch erforderlich um die Kugeln gegen Auftriebskräfte im verwendeten Harz zu sichern.

Das Eingießen der Kugelmischung erfolgte unter Verwendung eines Polyesterharzes der Firma Presto (MOTIP TUPU GmbH, Kurt-Vogelsang-Str.6, Hassmersheim, Deutschland). Durch schnelles Aushärten innerhalb von drei Stunden, hohe Endfestigkeit, gute Bearbeitbarkeit und die geringe Giftigkeit; eignete sich dieses Harz besonders gut für diese Anwendung.

3.3.3 Die Versuchsauswertung

Nach dem Aushärten verblieb nun ein zylindrischer Körper (Siehe Abbildung (3-8)) mit einem Durchmesser von 104 mm, der nun dank seiner Härte und gleichzeitig guter Zerspanbarkeit zur Auswertung auf einer PM- 2700 Getriebe-Drehbank 250 x 700 der Firma PAULIMOT (Zeppelinstraße 389231 Neu-Ulm, Deutschland) geeignet war.



Abbildung 3-8: Harzeinguss einer Kugelmischung.

Zur Auswertung standen eingangs zwei Drehverfahren zu Auswahl.

Beim so genannten „*Abstechen*“ wird ein sehr schmaler Drehmeißel radial von außen nach innen geführt. Dabei trennt sich eine Scheibe des bearbeiteten Werkstücks ab, (Abbildung (3-9), b) die dann durch die Drehbewegung der Arbeitsspindel gegebenenfalls weggeschleudert wird und dadurch zerstört werden kann. Deshalb ist für diese Vorgehensweise eine Konstruktion erforderlich, die das Durchbohren der Harzzyylinder notwendig macht, um die abgetrennten Scheiben aufzunehmen, wodurch aber für die Auswertung Informationen verloren gehen. Ein weiterer Nachteil dieser Methode ist, dass Harzscheiben unter sechs Millimeter zum zerbrechen neigen und damit wiederum Daten für die Auswertung verloren gingen.

Beim „*Plandrehen*“ wird der Drehmeißel an der Vorderkante des Werkstücks angesetzt (Abbildung (3-9), a) und dann radial zum Zentrum bewegt. Durch die Drehbewegung der Spindel wird durch die Schneidplatten des Meißels eine dünne Schicht entfernt. Die Dicke

dieser Schicht ist hier nahezu beliebig wählbar. Der einzige Nachteil dieses Vorgehens ist das restlose Vernichten der Probe, da der Körper komplett weggedreht wird.

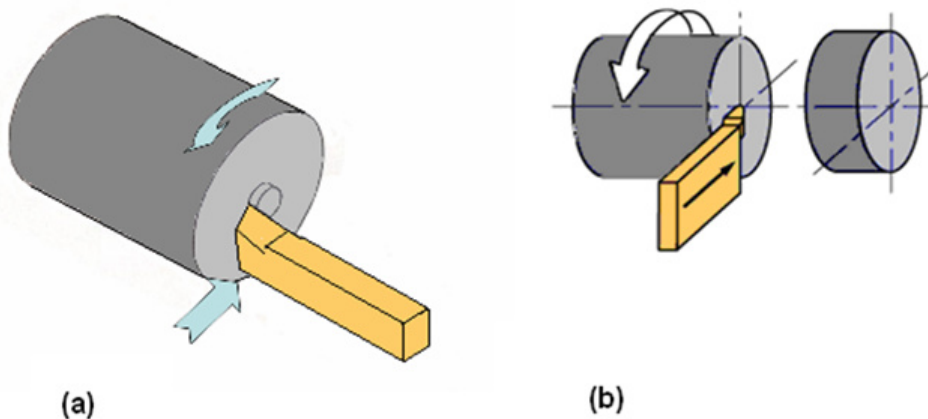


Abbildung 3-9: Schematische Darstellungen des Plandrehverfahrens (a) und des Abstechverfahrens (b) auf einer Drehbank.

Wegen der zahlreichen Vorteile des Plandrehens für dieses Vorhaben, kam es auch bei der Auswertung der Proben (ausgenommen Probe II/1) zur Anwendung. Um das Ausreißen vieler Kugeln aus dem Harzbett zu verhindern musste entweder eine hohe Drehzahl gewählt werden, oder eine geringe Schnittgeschwindigkeit bei kleinerer Drehzahl. In ersten Fall war die höchste erreichbare Drehzahl 2600 U/min. Zusätzlich konnte pro Arbeitsgang (Werkzeug bewegt sich vom Außendurchmesser bis zum Zentrum) nur eine Schicht von 0,5 mm entfernt werden, da sonst ebenfalls Kugeln zum Ausbrechen neigten. Dies waren auch die Gründe, warum ein Probennameintervall von ungefähr drei bis vier Millimeter gewählt wurde. Das Entstehen eines unregelmäßigen Intervalls erklärt sich durch zahlreich ausgebrochene Kugeln, die ein weiteres Abdrehen sinnvoll machten. Nach den abgeschlossenen Arbeitsgängen an der Drehmaschine war es notwendig die Proben zu schleifen und zu polieren, um die Sichtbarkeit der eingeschlossenen Kugeln zu erhöhen. Zur schlussendlichen Auswertung der Querschnitte wurde ein Flachbettscanner verwendet, um hochauflösende Bilder der Schnitte zur späteren Betrachtung aufzunehmen.

3.3.3.1 Bildanalyse via Matlab

Zur Auswertung der zahlreichen Proben kam eine Bildauswertung mit der Software Matlab[®] (R2009b, The MathWorks, Inc., Natick, USA) zur Anwendung. Wie in Abbildung ((3-12), a) zu sehen ist, heben sich die schwarzen Kugeln kaum von der Farbe des Harzes und den durchscheinenden Schwarzen Kugeln aus unteren Schichten ab.

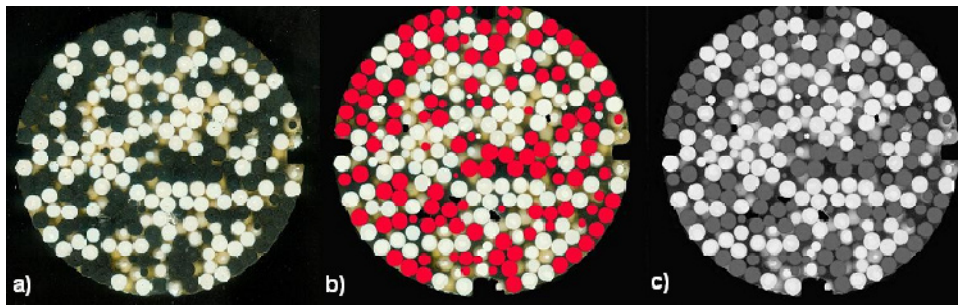


Abbildung 3-10: a) Original Abbildung einer Schnittebene, b) Nachbearbeitete Abbildung, c) In Matlab eingelesenes Graustufenbild.

Diese fließenden, farblichen Übergänge machen eine automatische Bildauswertung des Rohmaterials unpraktikabel. Aus diesem Grund wurden die Kugeln in einem Bildbearbeitungsprogramm händisch eingefärbt (Abbildung (3-10), b), sodass sie sich klar vom Rest des Bildes abhoben. Eine anschließende automatische Farberkennung erwies sich bei diesen eingefärbten Kugeln als sehr wirkungsvoll, hatte aber Schwächen bei den Weißtönen und deren Abgrenzung zu den Kugeln in unteren Schichten. Deshalb war es der einfachste und effizienteste Weg die Bilder in ein Graustufenformat (Abbildung (3-10), c) zu überführen, da die Auswertung hier am effektivsten erfolgte.

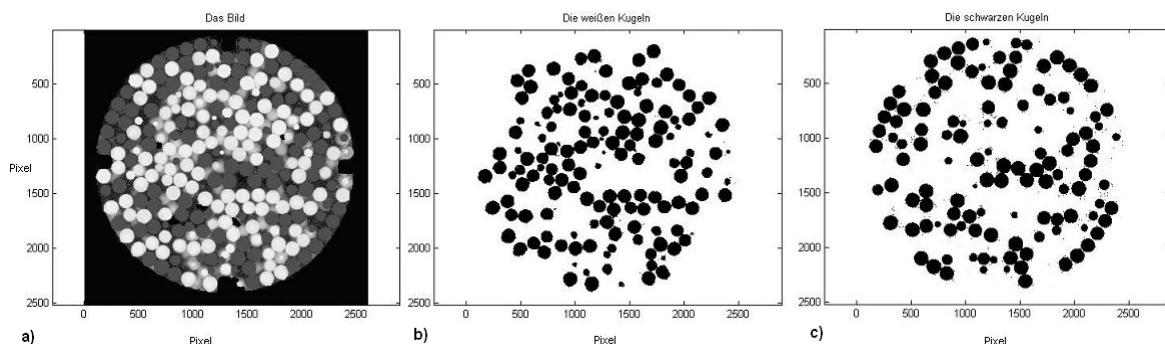


Abbildung 3-11: a) Das Umgewandelte Graustufenbild, b) Die herausgefilterten, weißen Kugeln, c) Die herausgefilterten, schwarzen Kugeln.

In Abbildung (3-11, a) ist der in Matlab eingelesene Querschnitt in Graustufen zu sehen. Das Bild wird dabei in eine Matrix übergeführt, in der jeder Pixel einen Eintrag darstellt, dessen Graustufe durch eine Zahl von 1 (Schwarz) bis 256 (Weiß) gekennzeichnet wird. Mit Hilfe einer Histogrammdarstellung der Grauwerte war es möglich, die Bereiche zu finden, die die beiden Kugelfarben repräsentieren, da an diesen Stellen ein Peak in den Grauwerten erkennbar ist.

Alle Kugeln mit dem Grauwert größer als 205 waren nun den weißen Kugeln zuzuordnen, die eine Schnittfläche mit der Oberfläche teilten. Die Graustufe der eingefärbten Kugeln hatte

hingegen einen Wert von 81, da der verwendete Rotton in eine einzelne Graustufe überführt werden konnte. Nach Isolation der Kugelspezies konnte man die Matrixfelder der betreffenden Kugeln in ein binäres System überführen, sodass für die Information Kugel eine Null in die Matrix eingetragen wurde und für den Hintergrund eine Eins. Dieses Vorgehen war nun für beide Kugelfarben anzuwenden. Die Einsen der ausgegebenen Matrizen wurden summiert, um den Anteil der jeweiligen Pixel am Gesamtbild nach Gleichung (3-6) errechnen zu können. In Abbildung (3-11, b) sind die Pixel aller weißen Kugeln getrennt von denen der Schwarzen (in Abbildung (3-11, c)) dargestellt.

$$x_W = \frac{n_{Pix_Weiß}}{n_{Pix_Weiß} + n_{Pix_Schwarz}} \quad (3-6)$$

3.4 Die Simulation

Nach der Auswertung galt es nun die Labormessdaten mit den Ergebnissen der Simulation abzugleichen. Als Simulationssoftware kam das Simulationsprogramm EDEM[®] der Firma DEM Solutions (49 Queen Street, Edinburgh, UK) zur Anwendung. EDEM ist eines der ersten 3D- Diskrete Elemente Modelle- Simulationsprogramme, welches für eine große Anzahl von Anwendungen genutzt werden kann. In dieser Arbeit wurde mit der Academic Version 3.2.1 gearbeitet.

Vor Simulationsbeginn musste das unter 3.1 beschriebene CAD-Modell in EDEM importiert werden (Siehe Abbildung (3-12)). Dazu war es erforderlich die Geometrie aus AutoCAD[®] in einem für EDEM lesbaren Format (*.stp) zu exportieren. In EDEM war nach dem Import der Geometrie eine vektorielle Verschiebung notwendig um alle Teile wie in Abbildung (3-12) gezeigt positionieren zu können.

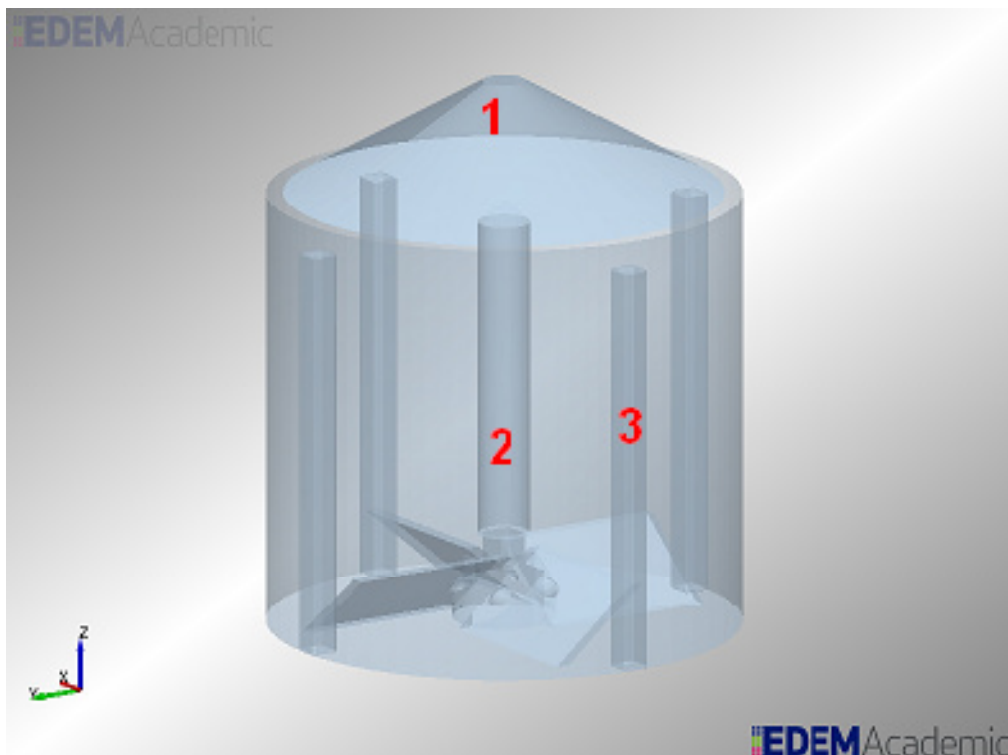


Abbildung 3-12: Darstellung des in die Simulationssoftware importierten 3D-Modells des Versuchsstands. Der Kegelförmige Körper (1) stellt die Quelle dar, aus der nach Simulationsbeginn die Partikel erzeugt werden und unter Schwerkrafteinfluss nach der unten fallen. Ebenso wie für die Rotation des Rührers (2) ist auch hier ein Startwert erforderlich. Die Störbleche (3) beschleunigen die Durchmischung.

Nach Eingabe des passenden Kontaktmodells (Hertz-Mindlin (no slip)), wurden die unter Abschnitt (3.2) ermittelten Materialparameter eingetragen. Dabei konnten die Parameter für

Stahl aus der Datenbank von EDEM entnommen werden. In Tabelle (3-5) sind nochmals alle in der Simulation verwendeten Materialparameter zusammengefasst.

Tabelle 3-5: Zusammenfassung der wichtigsten Simulationsparameter.

	Allgemein	Weiß	Schwarz
Erdbeschleunigung [m/s ²]	-9.81	-	-
Poisson-Verhältnis [-]	-	0.4	0.4
Schermodul [Pa]	-	$5.55 \cdot 10^{-8}$	$5.55 \cdot 10^{-8}$
Dichte [kg/m ³]	-	1775,5	1009,5
Rückprallkoeffizient [-]	-	0.88	0.96
Statischer Reibungskoeffizient [-]	-	S. Tabelle (3-2)	S. Tabelle (3-2)
Rollreibungskoeffizient [-]	-	0.001	0.001

3.4.1 Der Zeitschritt

Aus Gleichung (2-9) und den oben ermittelten Stoffdaten ergibt sich der Rayleigh-Zeitschritt zu

$$t_R = \frac{\pi \cdot r_{P,\min} \cdot \sqrt{\frac{\rho_{s,\min}}{G_{,\max}}}}{0.1631 \cdot v_{\max} + 0.8766} = \frac{\pi \cdot 0,003 \cdot \sqrt{\frac{1009}{5.55 \cdot 10^8}}}{0.1631 \cdot 0.4 + 0.8766} \approx 1.35 \cdot 10^{-5} \text{ s}$$

Und der erforderliche Simulationszeitschritt nach Gleichung (2-12) zu $3.24 \cdot 10^{-6} \text{ s}$.

3.4.2 Die Zellengröße

Ein weiterer, wichtiger Eingabewert ist die Zellengröße des Berechnungsgitters. Die größte Herausforderung der DEM-Simulation ist die Kontaktregistrierung zwischen den Partikeln. Hierbei gilt, dass der Simulator am effizientesten arbeitet, wenn die minimale Anzahl an Partikeln in einer Gitterzelle ist. Deshalb ist die optimale Einstellung für eine Gitternetzelle der doppelte, minimale Partikelradius. Im vorliegenden Fall sind das sechs Millimeter.

3.4.3 Ablauf der Simulation

Um ein Ergebnis zu erhalten, dass mit den im Labor ausgewerteten Daten vergleichbar war, musste die Dynamik des Rührantriebes im Labor exakt nachgebildet werden. In Tabelle (3-6) sind die Simulationsbedingungen für jeden Versuch dargestellt.

Tabelle 3-6: Wichtige Daten zur Simulation der Versuchsreihen. Alle Mischungen bestanden in Summe aus 2000 Kugeln.

Versuch	Konditionen	Versuchsreihe I	Versuchsreihe II	Versuchsreihe III
1	Verhältnis (w : s)	50:50	40:60	50:50
	Umdrehungen	5	6	5
	U/min	4	4	6
	Start der Quelle-Weiß [s]	0.2	0.2	0.2
	Start der Quelle-Schwarz [s]	0	0	0
	Rotationsstart [s]	0.7	0.7	0.7
	Beschleunigung [Grad/s ²]	0	0	~0
	Rotation [Grad/s]	- 24	- 24	-36
	Translation [m/s]	0.025	0.025	0.025
2	Verhältnis (w : s)	50:50	40:60	50:50
	Umdrehungen	8	9	5
	U/min	4	4	8
	Start der Quelle-Weiß [s]	0.2	0.2	0.2
	Start der Quelle-Schwarz [s]	0	0	0
	Rotationsstart [s]	0.7	0.7	0.7
	Rotation [Grad/s]	- 24	- 24	- 48
	Beschleunigung [Grad/s ²]	0	0	- 5,55
	Translation [m/s]	0.025	0.025	0.025
3	Verhältnis (w : s)	50:50	40:60	50:50
	Umdrehungen	12	13	5
	U/min	4	4	12
	Start der Quelle-Weiß [s]	0.2	0.2	0.2
	Start der Quelle-Schwarz [s]	0	0	0
	Rotationsstart [s]	0.7	0.7	0.7
	Beschleunigung [Grad/s ²]	0	0	- 8
	Rotation [Grad/s]	- 24	-24	- 72
	Translation [m/s]	0.025	0.025	0.025

Das verwendete Rührwerk war zwar stufenlos einstellbar, hatte aber bei höheren Drehzahlen (> 6 U/min) eine Beschleunigungsphase. Dieser Abschnitt dauerte für alle Drehzahlen oberhalb von vier Umdrehungen pro Minute ungefähr neun Sekunden.

EDEM ermöglicht für solche Zwecke die Eingabe eines linearen Beschleunigungswertes für die Rührerdrehzahl. Mit ausreichender Genauigkeit konnte man unter Zuhilfenahme des linearen Beschleunigungsgesetzes und dessen erster Ableitung (Gleichungen (3-7) und (3-8)) für den verwendeten Drehzahlbereich ein passendes Modell finden.

Dabei war das Vorgehen so, dass man die Endgeschwindigkeit des Rührwerks in Gleichung (3-8) als v einsetzte und die Beschleunigungszeit als t . Als Resultat konnte nach Umformung der Gleichung der Beschleunigungswert erhalten werden, der dann mit den restlichen Werten in Gleichung (3-7) eingesetzt den zurückgelegten Weg beschrieb, dessen Kenntnis war wiederum zur Berechnung der erforderlichen Simulationszeit und des Beginns der Rührerentnahme notwendig. In Abbildung (3-13) stellt das Geschwindigkeits-Zeit-Diagramm des Mischvorgangs bei acht Umdrehungen/Minute dar. Die Abschnitte der Rotationsgeschwindigkeit des Rührers sind hier durch eine rote Linie dargestellt. Der Abstellvorgang konnte als sofortiger Stopp simuliert werden.

$$s = 0.5 \cdot a \cdot t^2 \tag{3-7}$$

$$v = a \cdot t \tag{3-8}$$

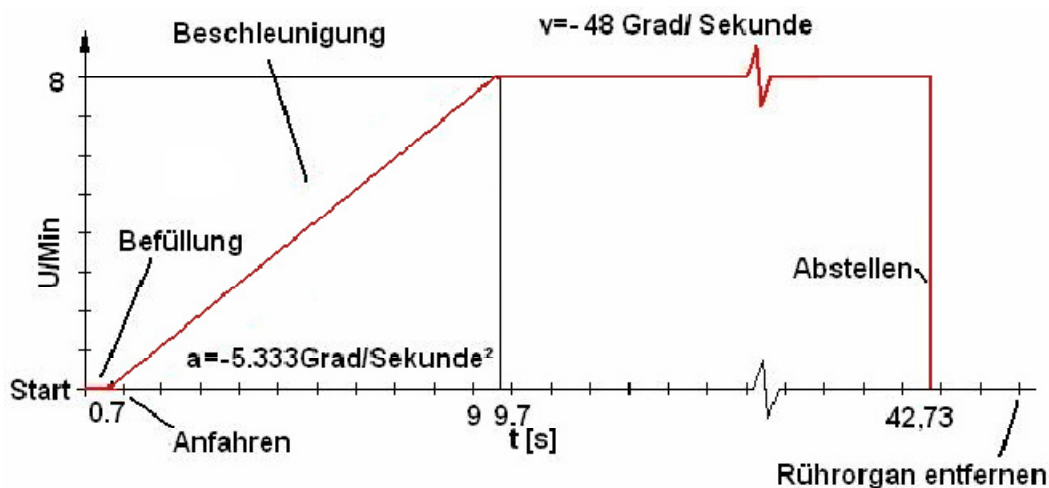


Abbildung 3-13: Beispielhafte Darstellung der Rührwerksdynamik für einen Versuch über acht U/min

3.4.4 Simulationsauswertung

Nach erfolgter Simulation konnte man die erhaltenen Simulationsdaten im csv-Format (comma-separated value) exportieren. Die Daten setzten sich aus den Raumkoordinaten der Kugeln zu jedem der gesicherten Zeitschritte zusammen. In diesem speziellen Fall waren nur

die Daten des letzten Zeitschrittes von Interesse, da der Rührer für die Auswertung analog zum Laborversuch bereits aus der Mischung entfernt sein musste.

Zur Aufarbeitung der Daten kam erneut Matlab[®] zur Anwendung. Hier mussten die Koordinaten in Zeilenform der EDEM-Ausgabe in eine Matrixform umgebildet werden, in der jede Zeile die X-, Y- und Z-Koordinaten eines der Partikel zu einem bestimmten Zeitschritt eingetragen sind. In Abbildung (3-14) ist ein 3D-Plot der Mischung zu sehen. Die kleinen Kreise stellen dabei die Zentren der Kugeln dar. Um nun einen Schnitt in einer gewissen Höhe zu setzen, wurden vier Ebenen eingeführt, deren Bedeutungen in der Darstellung erläutert sind.

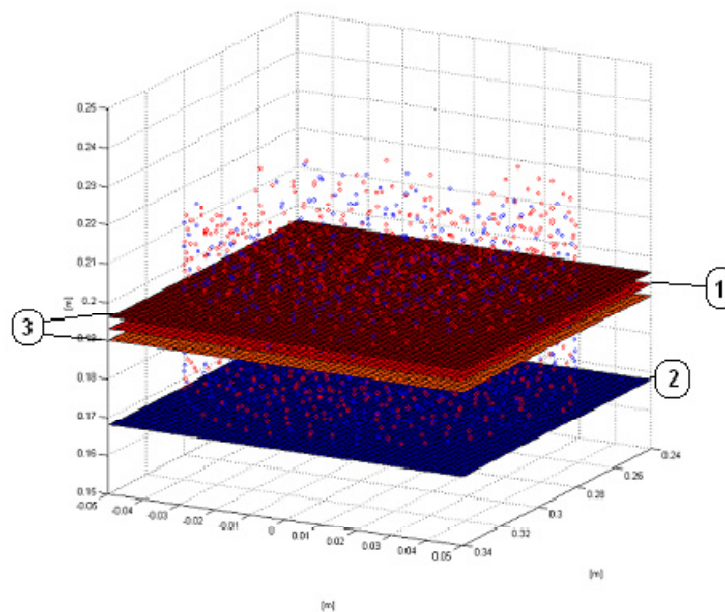


Abbildung 3-14: Darstellung der Schnittebene (1), der Bodenebene des Behälters (2) und der Begrenzungsebenen (3)

Da nun für jeden Schnitt nur die Kugeln von Bedeutung waren, die ihren Mittelpunkt zwischen den beiden Begrenzungsebenen hatten, konnten alle restlichen Kugeln von der Betrachtung des einzelnen Schnittes ausgeschlossen werden. Übrig blieben also nur jene Kugeln, die von der Schnittebene durchtrennt oder berührt wurden (Abbildung (3-15, b)).

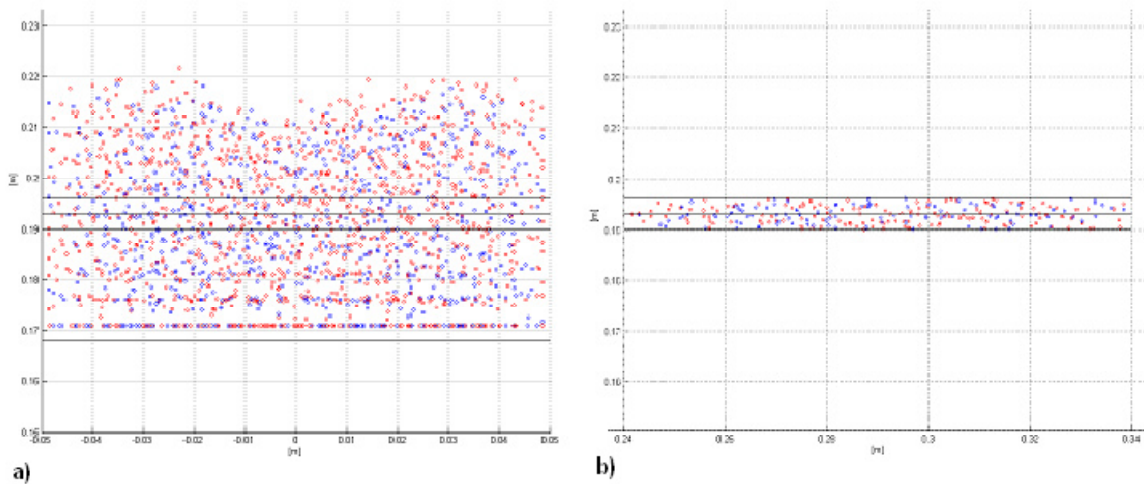


Abbildung 3-15: a) Seitenansicht der Kugelzentren einer kompletten Mischung, b) Auswahl aller Kugelzentren, die durch Schnittebene durchtrennt werden.

Die Suche nach Kugeln mit dieser Eigenschaft gelang hier mit Hilfe der Z-Koordinaten der einzelnen Partikelmittelpunkte und dem Vergleich ihres Normalabstandes (h) zur Schnittebene. Mit der Kenntnis dieses Normalabstandes und der Kugelradien (r) konnte nun unter Anwendung des Pythagoreischen Lehrsatzes (siehe Abb. (3-16)) der Radius (r') der Schnittflächen und damit die Fläche aller Schnittflächen der Kugelspezies ermittelt werden.

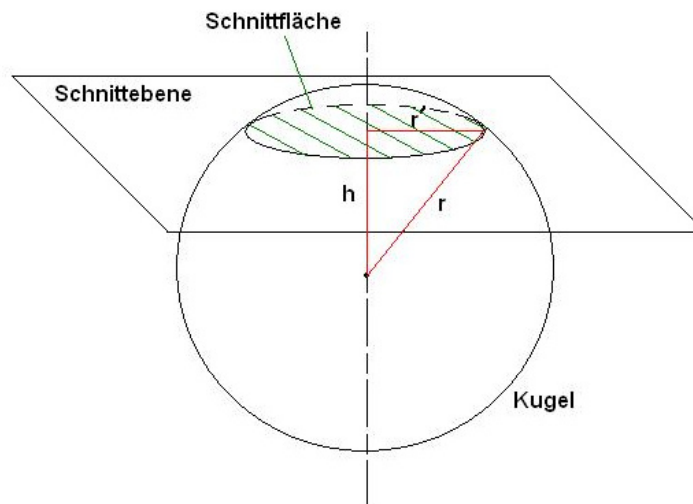


Abbildung 3-16: Darstellung der Schnittflächenermittlung durchtrennter Kugeln

Analog zu der in Abschnitt 3.3.3.1 beschriebenen Bildauswertung der Schnitte, konnte nun der Anteil der Kugelsorten an den Schnittflächen aller Kugeln ermittelt und mit den Laborproben verglichen werden. Abbildung (3-17) zeigt beispielhaft, wie der Vergleich

zwischen Wirklichkeit (rechts) und simulierten Schnitten (links) aussieht. Die schwarzen Kugeln sind hier zum Zweck der späteren Bildauswertung rot eingefärbt.

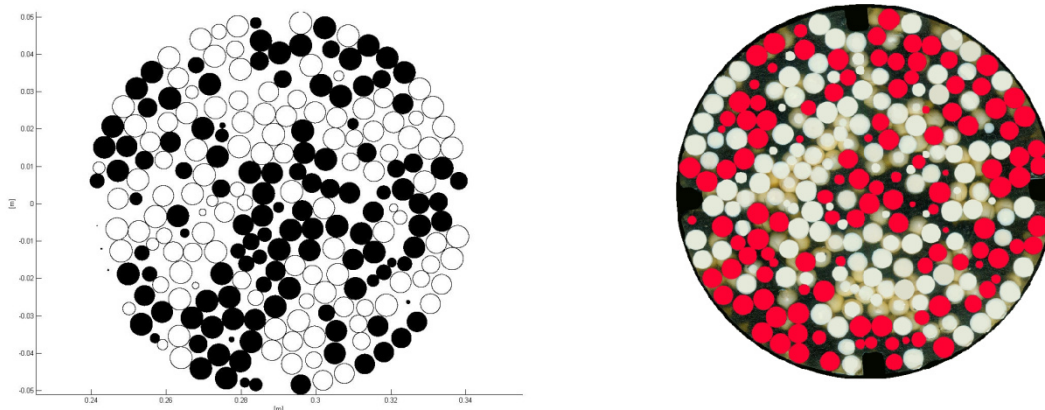


Abbildung 3-17: Vergleich einer simulierten Schnittfläche (links) mit ihrem realen Gegenstück (rechts)

3.4.5 Kalibrierung und Justierung der Messmethode

Unter Kalibrieren versteht man die Ermittlung des Zusammenhangs zwischen gemessenen Größen und Ausgabegrößen. Kalibrieren stellt also keinen direkten Eingriff in Messgeräte dar, sondern soll einen Rückschluss auf Abweichungen ermöglichen. Justieren stellt im Gegenteil das Abgleichen zwischen bekanntem Eingangssignal und ausgegebenem Ausgangssignal dar [3].

Zur Sicherstellung von hinreichend genauen Bildauswertungen des erstellten Matlab-Programms war es erforderlich, die Messmethode zu kalibrieren. Da der wirkliche Flächenanteil der in der Werkstatt erstellen Schnitte nicht bekannt sein konnte, mussten hierfür Schnittbilder erstellt werden, deren Erscheinung analog zu tatsächlichen Schnitten beschaffen waren. Auf diese Testbilder konnten nun Kreisflächen mit bekannter Pixelzahl in den Farben der Kugeln aufgebracht werden.

Die Anforderung an die Bildauswertung war es nun den Anteil weißer Flächen in einer Menge an weißen und roten Flächen zu ermitteln und dabei das Hintergrundrauschen, sowie andere Störeinflüsse zu unterdrücken. Durch Anwendung von Rauschfiltern, sowie der Adaptierung der Grauwertdiskriminierung, konnte das Messergebnis jeweils auf die bekannten Anteile des dafür erstellten Testbildes eingestellt werden. In Abbildung (3-8, a) ist eines der Testbilder dargestellt. Die Abbildungen Abbildung (3-8, b) und Abbildung (3-8, c) zeigen die binären Darstellungen der Matlabauswertungen eines Bildes, wobei hier jeweils nur die getrennten Pixelmengen der Kugelspezies ausgegeben werden sollten.

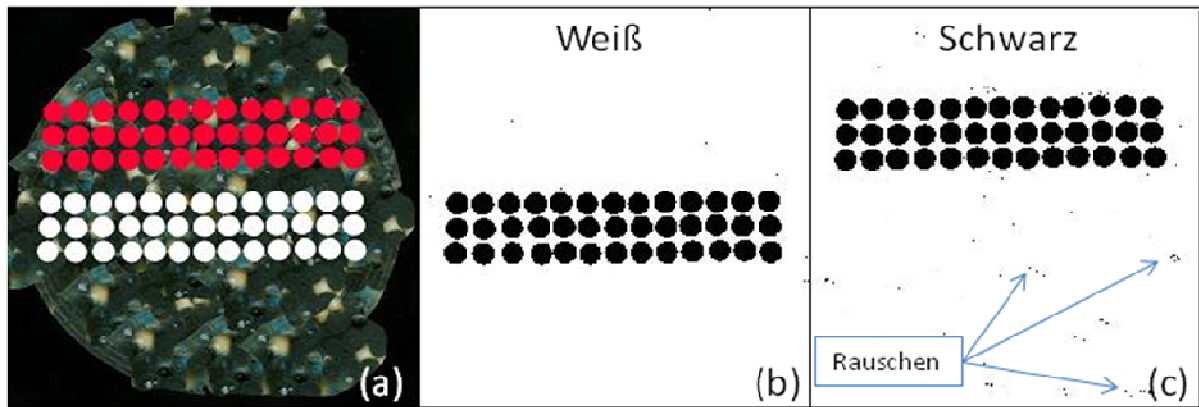


Abbildung 3-18: a) Testbild zur Kalibrierung der Bilderkennung, b) Die isolierten, weißen Pixel, c) die isolierten, roten Pixel mit Rauschen.

In Abbildung (3-18, c) ist klar zu erkennen, dass bei manchen Auswertungen trotz mehrfacher Rauschunterdrückung Zonen mit falschen Pixeln zurückbleiben. Das Entstehen dieser Pixel kommt durch zufälliges Auftreten desselben Grauwertes zustande, der bei der Auswertung aus dem verwendeten Rotton umgewandelt wird. Zur Ermittlung des Einflusses dieser Erscheinung auf das Ergebnis war die Erstellung der Kalibrierkurve in Abbildung (3-19) hilfreich. Hier sind tatsächliche Anteile der weißen Fraktion (y-Achse) gegen die Anteile, die durch die Farberkennung registriert wurden (x-Achse) aufgetragen.

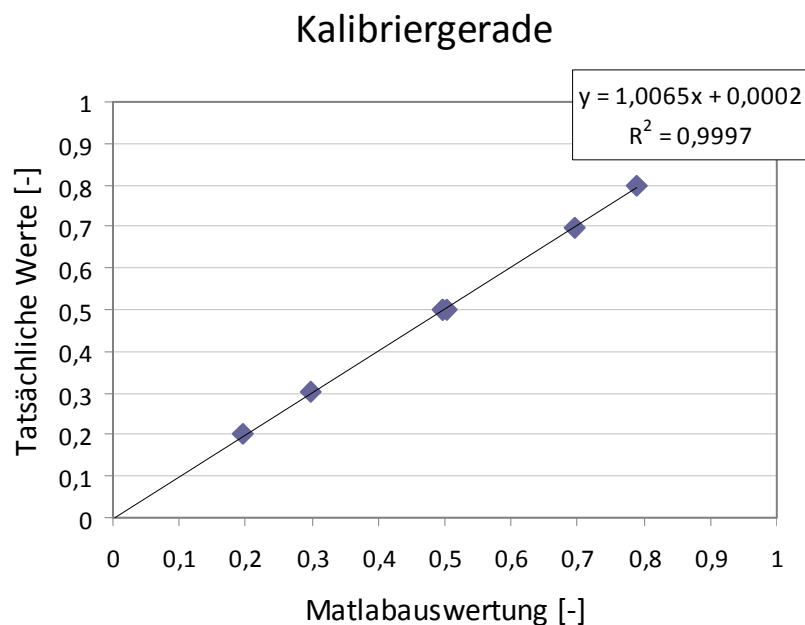


Abbildung 3-19: Kalibriergerade zur Abschätzung der Auswirkung von Rauschen auf das Ergebnis

Die in Abbildung (3-19) dargestellte Gerade entsteht durch Auftragung der Messdaten aus Tabelle (3-7), gegen die zuvor bekannten Pixelanteile der weißen Kugeln in den Ausgewerteten Testbildern.

Tabelle 3-7: Messreihe zur Kalibrierung der Auswertungsmethode

Tatsächlicher Anteil [-]	Anteile aus Bildanalyse [-]
0,20	0,197
0,50	0,5025
0,50	0,4963
0,50	0,4967
0,697	0,6946
0,303	0,299
0,80	0,7902

Im optimalen Fall einer Kalibrierung decken sich die Auswertungsdaten mit den vorgegebenen Eingangsdaten, wodurch der Steigungswinkel der Kalibriergeraden einen Winkel von 45° erreicht. Aus der Geradengleichung der Trendlinie in Abbildung (3-19) kann man mit Hilfe der Werte für Steigung und der Bestimmtheit auf eine sehr genaue Auswertung schließen ($44,81^\circ$ bei 99,97%iger Bestimmtheit). Auswertungsbedingte Fehler haben die Tendenz in Richtung der schwarzen Kugeln abzuweichen.

3.4.5.1 Einfluss ausgebrochener Kugeln auf das Ergebnis

Ein anderer Einflussfaktor auf die Zuverlässigkeit der Auswertung war die Tendenz der Kugeln während der Auswertung aus dem Harz auszubrechen. Die meisten Kugeln konnten dank ihrer oberhalbliegenden Scans wieder zugeordnet und in einem Zeichenprogramm eingefügt werden. Dennoch blieben Leerstellen (Siehe Abbildung 3-20) zurück, die keiner Kugelsorte zuordenbar blieben.

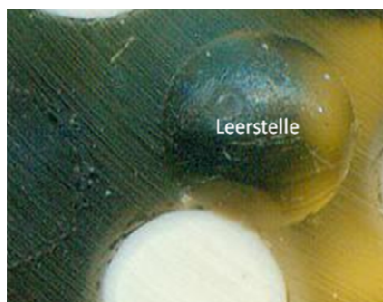


Abbildung 3-20: Leerstelle durch ausgebrochene Kugel

Durch Entfernen von Kugelflächen aus bereits ausgewerteten Scans und erneuter Auswertung, konnte eine Abschätzung erhalten werden, welcher Fehler maximal auf Kugelleerstellen zurückführbar ist. Dabei würden ausschließlich Kugelquerschnitte entfernt, deren Schnittebene nahe dem Mittelpunkt verläuft (= maximale Flächen). Kugeln mit kleineren Schnittflächen verursachen wegen dem Quadrat in der Flächenformel einen wesentlich geringeren Fehler.

In Tabelle (3-8) sind die Versuchsergebnisse dieser Abschätzung beispielhaft für eine 50:50 – Probe zusammengefasst, da die meisten Mischungen in dieser Arbeit nahe dieser Zusammensetzung liegen. Es ist schnell zu erkennen, dass eine Fehlstelle einen Fehler von ungefähr 0,25% verursacht. Weil weiße Kugeln eine stärkere Neigung zum Ausbrechen aufwiesen, verursacht dieser Fehler eine Verschiebung in Richtung der schwarzen Fraktion.

Tabelle 3-8: Auswirkung von Leerstellen auf das Gesamtergebnis

Anzahl der Leerstellen	Anteil der Weißen [-]	Differenz [-]	Fehlersumme [-]
0	0,4702	-	-
1	0,4726	0,0024	0,0024
2	0,4751	0,0025	0,0049
3	0,4777	0,0026	0,0075
4	0,4800	0,0023	0,0098
5	0,4825	0,0025	0,0123

3.4.5.2 Einfluss der Genauigkeit des Markierens der schwarzen Kugeln.

Weitere Abweichungen der Messwerte können durch unsauberes Markieren der schwarzen Kugeln entstanden sein, da dies per Hand durchgeführt werden musste. Um den Einfluss dieses Fehlers abzuschätzen war es erforderlich eine Vorlage zu generieren, deren Flächenanteile genau bekannt waren. Hierzu diente eine Matlabauswertung eines Edem-Simulationslaufs, wie er in Abbildung (3-17) zu sehen ist. Im ersten Schritt mussten die schwarzen Flächen rot markiert werden, um dann analog zu den Schnittebenen in Matlab ausgewertet zu werden. Nun konnte man zwischen Versuchsauswertung und Probenauswertung vergleichen.

Der Fehler durch ungenaues Markieren erwies sich als sehr gering. Es konnten bei drei Proben im Durchschnitt 99,34% der Pixel von schwarzen Kugeln markiert werden. Es ist hierdurch also eine unwesentliche Abweichung in Richtung der weißen Anteile zu erwarten.

3.4.5.3 Zuverlässigkeit der Auswertungsmethode

Zusammenfassend kann man nun aussagen, dass der Fehler durch die Bilderkennung dazu führt, dass 99,6% der weißen Kugeln richtig erkannt wurden. Der Beitrag durch Fehlstellen (~0,25% pro Kugel) ist nicht klar einer Spezies zuordenbar, kann aber dennoch eher den weißen Kugeln abgerechnet werden, da dies bei der Auswertung öfter ausbrachen. Der Einfluss von unsauberem Markieren führte dazu, dass 99,34% der schwarzen Flächen registriert werden konnten. Im Weiteren werden die Fehler durch Ausmahlen und Bilderkennung vernachlässigt, da sie sich gegenseitig aufheben und sehr gering sind.

4 Ergebnisse und Diskussion

Zur Auswertung der Simulationen war es erforderlich die genaue Schnittebene der Mischungsproben zu kennen. Dazu musste nach jedem Abdrehvorgang des Harzzylinders mit einem Messschieber die genaue Z-Koordinate der Schnittebene ermittelt werden. Diese Koordinaten konnten dann wiederum in dem zur Datenanalyse erstellten Matlabprogramm eingegeben werden. In Matlab dienen diese Koordinaten zum Auffinden derselben Position in der Simulierten Mischung. Der Ablauf der Messdatengenerierung ist in Abbildung (4-1) zusammengefasst.

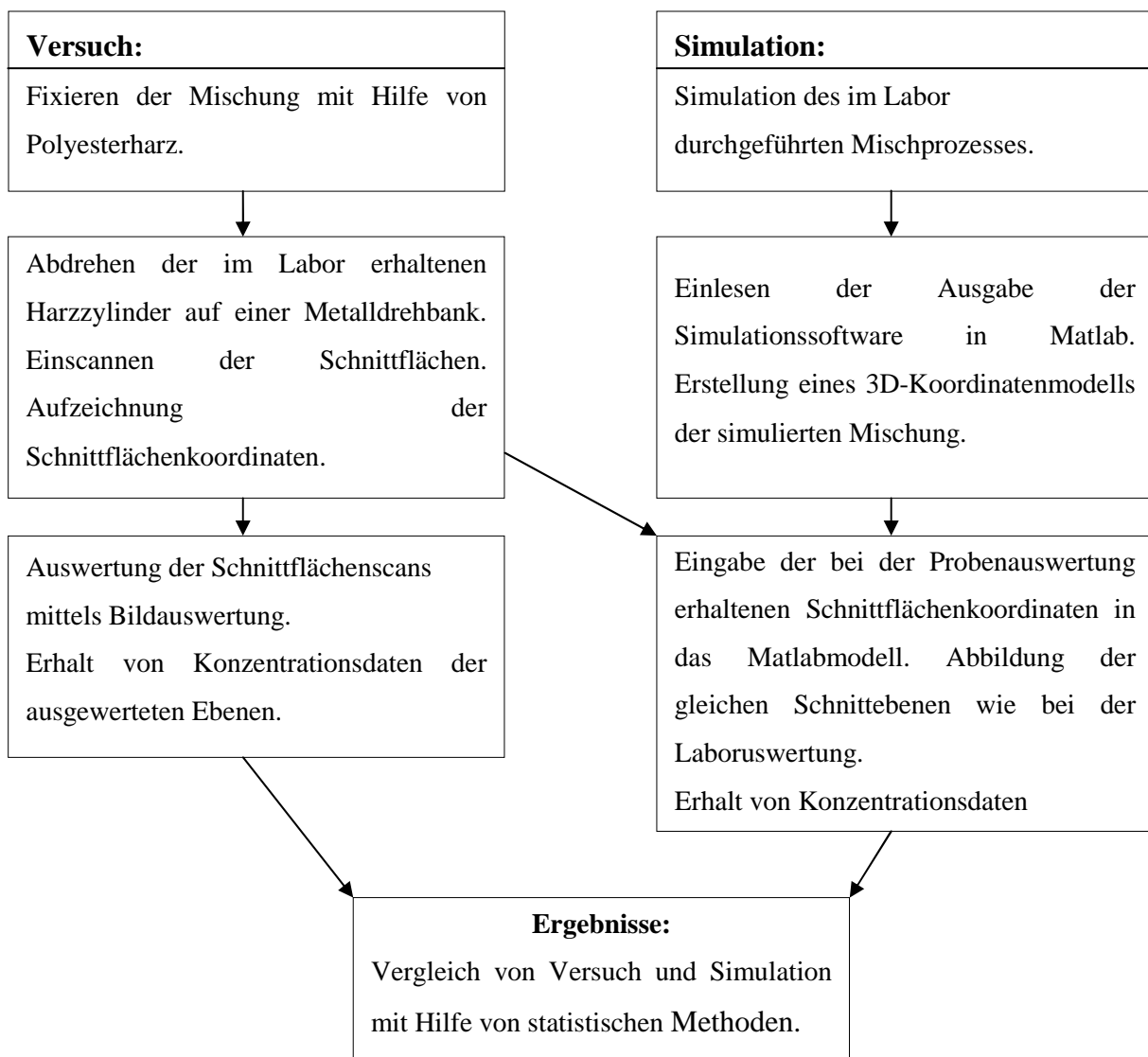


Abbildung 4-1: Zusammenfassung der Struktur der Datenerstellung

Wie schon in Kapitel 2.3 beschrieben, bedient sich die mechanische Verfahrenstechnik zur Analyse von Mischungseigenschaften unterschiedlicher Methoden aus der Statistik. Die hier geeigneten Methoden werden auf die zahlreichen Messwerte angewandt, um eine Aussage über die Vergleichbarkeit von Versuch und Simulation zuzulassen.

4.1 Versuchsreihe I

4.1.1 Vergleich der Konzentrationsprofile

Der Vergleich von Konzentrationsprofilen über die Höhe der angefertigten Harzzylinder mit den Simulationen gibt einen eher qualitativen Überblick über die Übereinstimmung der Simulationen mit den Laborergebnissen. Dennoch kann schnell abgeschätzt werden, ob Modell und Realität Resultate hervorbringen, die in der Tendenz übereinstimmen. Die Betrachtung und der Vergleich unterschiedlicher Simulationsläufe ist dabei eine große Hilfe. Wegen des zufallsbedingten Charakters des Mischprozesses können Modellergebnisse mit gleichen Ausgangssituationen teils beträchtliche Schwankungen aufweisen. Deshalb war es notwendig die Labormessdaten zumindest mit zwei voneinander unabhängigen Simulationsläufen zu vergleichen. Je mehr Simulationsläufe ausgewertet werden, desto genauer kann man entscheiden, ob sich die Versuchsdaten in das Schwankungsspektrum der Modelldaten eingliedern lassen.

4.1.1.1 Erster Versuch

Mit Hilfe der ersten Versuchsreihe sollte beobachtet werden, wie sich eine 50:50- Mischung von Kugeln unterschiedlicher Dichte in Experiment und Simulation nach fünf, acht und zwölf Umdrehungen verhalten. In Abbildung (4-2) ist das Konzentrationsprofil des ersten Laborversuchs und den dazugehörigen Simulationen abgebildet. Alle wichtigen Daten hierzu finden sich in Tabelle (3-6).

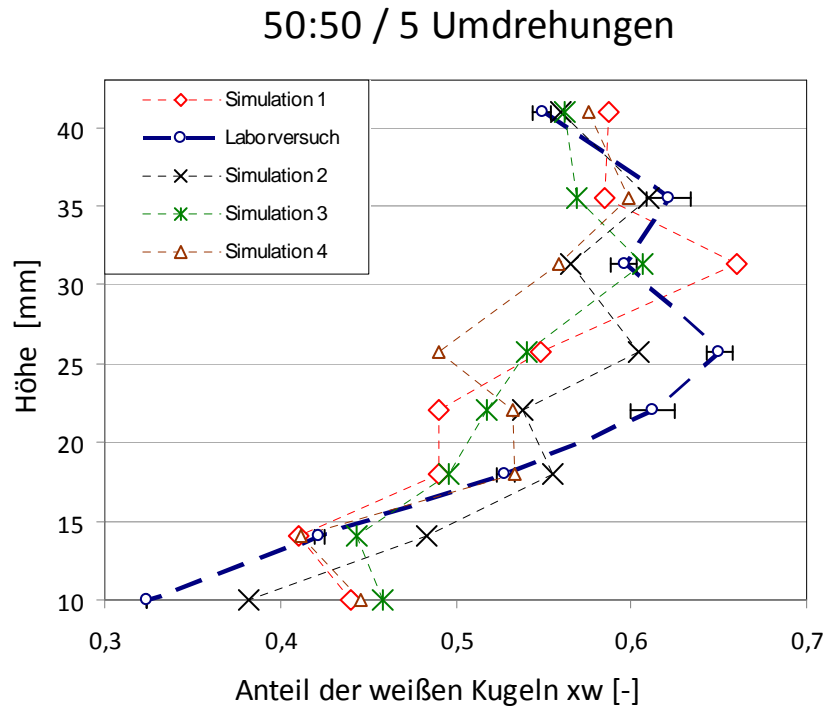


Abbildung 4-2: Konzentrationsprofile von Simulation und Versuch einer 50:50 Mischung nach fünf Umdrehungen.

Die Konzentrationen des Versuchs lassen hierbei in Abbildung (4-2) keine größeren Abweichungen von den aus dem Modell erhaltenen Werten erkennen. Einzig im mittleren Bereich weichen die Labormesswerte von den Ergebnissen des Computermodells ab. Das Maximum der Konzentrationswerte ist hier noch im oberen Bereich angesiedelt und zeigt, dass die Durchmischung nach fünf Umdrehungen eher schlecht ist. Gründe für geringe Abweichungen zwischen Experiment und Modell könnten unterschiedliche Reibungskoeffizienten oder leichte geometrische Unterschiede zwischen Modell und Versuchsaufbau sein. Es ist ebenso denkbar, dass es sich hierbei um nicht signifikante statistische Abweichungen handelt, da auch die Simulationen untereinander naturgemäß verschiedene Profile liefern.

4.1.1.2 Zweiter Versuch

In Abbildung (4-3) sind die Ergebnisse dieses Versuchs mit acht vollen Umdrehungen abgebildet. Einzig im oberen Bereich der Mischung ist eine stärkere Abweichung zu erkennen. Der Grund für diese Art von Abweichung liegt in der Art der Probenauswertung. Beim Eingießen der Proben kam es teilweise zu Bewegungen in der obersten Kugelschicht, da die Proben gegen Auftrieb gesichert werden mussten. Dabei fielen vereinzelt Kugeln vom

Rand des Behälters in das tieferliegende Zentrum der Mischung. Untermuert wird diese Annahme auch dadurch, dass sich darunterliegende Messwerte wieder gut in die Modellergebnisse einfügen lassen.

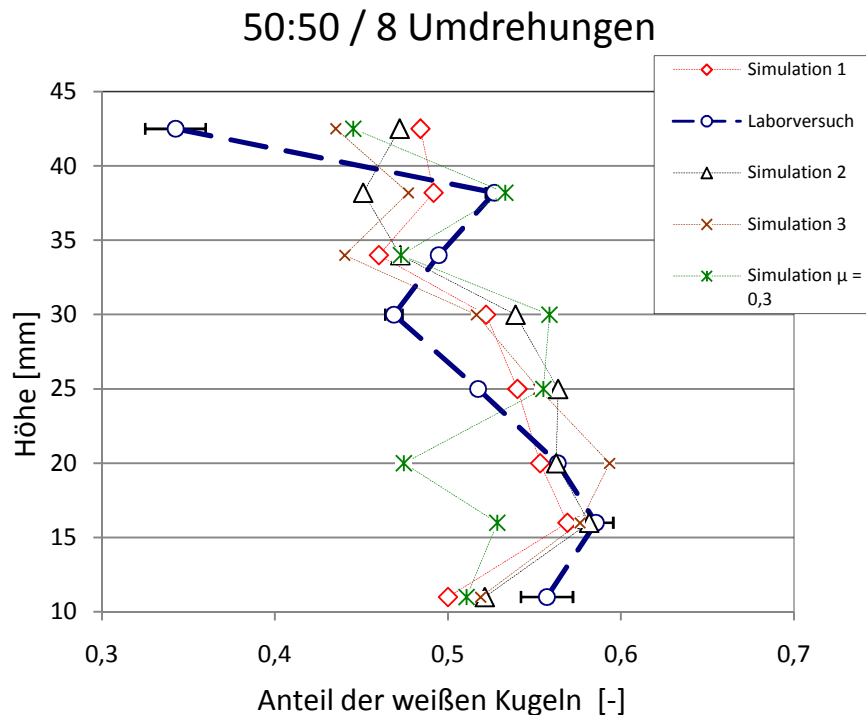


Abbildung 4-3: Konzentrationsprofile von Simulation und Versuch einer 50:50 Mischung nach acht Umdrehungen.

Man erkennt hier eine deutlich bessere Durchmischung als bei fünf Umdrehungen und kann aus dem eher senkrechten Konzentrationsprofil die Nähe zur maximalen Durchmischung erahnen. Die leichte Neigung nach links deutet auf bereits eingesetzte Entmischung hin. Auffällig ist die Abweichung des Simulationslaufs mit Literaturreibungskoeffizienten im unteren Bereich (Siehe Abbildung (4-3)). Diese höheren Reibungskoeffizienten (von den Werten aus Tabelle (3-2) erhöht auf $\mu=0,3$ für alle Paarungen) erschweren allen Partikeln der Mischung das Vorankommen während des Mischungsprozesses. Das Ergebnis ist eine geringere Konzentration im unteren Bereich. Diese Abweichung kann als Bestätigung der Labormessungen für die Reibwerte gedeutet werden, da sich die Versuchsreihen eher mit den Simulationen niedriger Reibungskoeffizienten decken.

4.1.1.3 Dritter Versuch

Da bei acht Umdrehungen auf gute Durchmischung geschlossen werden konnte, war nun anzunehmen, dass jede weitere Umdrehung zur Entmischung beitragen würde. Die an weißen

Kugeln verarmte, obere Zone und der Bereich mit Überkonzentration im unteren Abschnitt der Mischung in Abbildung (4-4) deuten bei zwölf Umdrehungen bereits auf fortgeschrittene Entmischung hin. Versuch und Simulation sind hier von den Konzentrationsprofilen ausgehend sehr ähnlich und zeigen keine signifikanten Ausreißer.

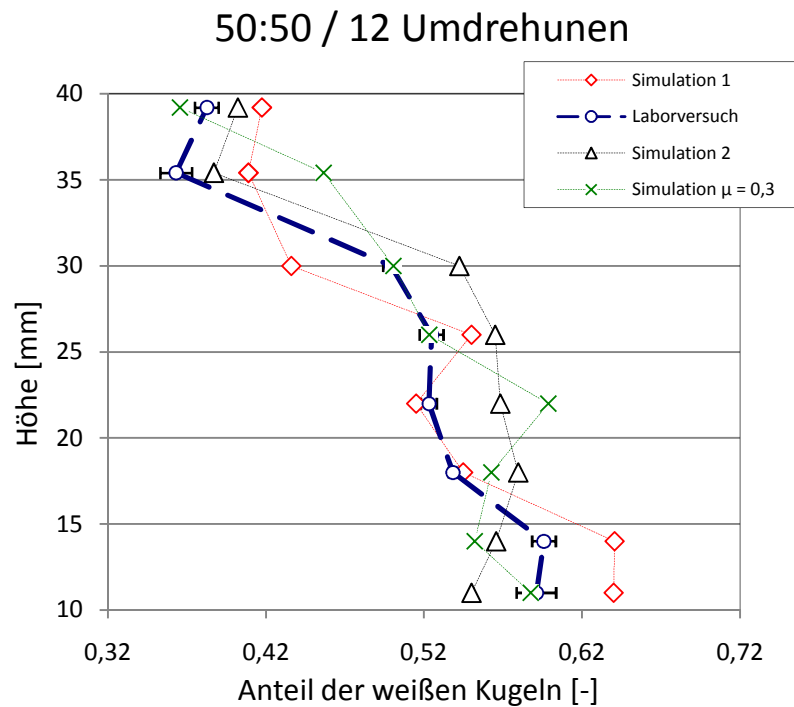


Abbildung 4-4: Konzentrationsprofile von Simulation und Versuch einer 50:50 Mischung nach acht Umdrehungen.

4.1.2 Die Mischungsgüte

Zu Ergänzung dieser eher qualitativen Analyse der Auswertungen sollen nun Mischgüteindizes zur Anwendung kommen, die eine genauere Aussage über die Vergleichbarkeit von Versuch und Simulation zulassen. Die Relative Standardabweichung sowie Varianz und Standardabweichung stellen rasche Möglichkeiten zum Vergleich der Mischungsgüte dar.

4.1.2.1 Die Standardabweichung

Die Auftragung der Standardabweichungen der ersten drei Versuche sowie deren Simulationen gegen die Rührwerksumdrehungen sind in Abbildung (4-5) dargestellt. Die Laborauswertungen der ersten beiden Proben zeigen bei fünf und acht Umdrehungen größere Streuung um den Mittelwert, was eine schlechtere Durchmischung bedeutet.

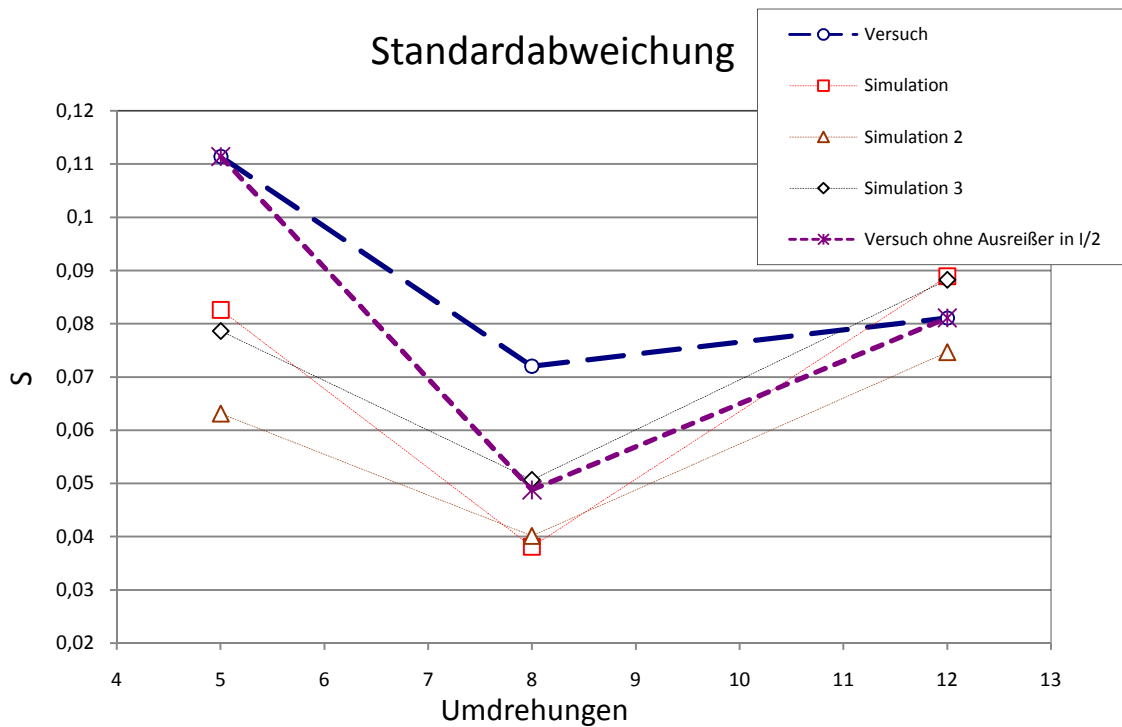


Abbildung 4-5: Die Standardabweichungen der ersten Versuchsreihe in Relation zur Standardabweichung mehrerer Simulationen gegen die Umdrehungen aufgetragen.

Aus Abbildung (4-5) kann herausgelesen werden, dass der Punkt der maximalen Durchmischung ungefähr im Bereich zwischen sechs und zehn Umdrehungen angesiedelt ist. Genauerer Hinweis auf die maximale Durchmischung gibt das Konzentrationsprofil des Versuchs (I/2) aus Abbildung (4-3). Es zeigt durch seine Linksneigung, dass bereits bei der achten Umdrehung Entmischungserscheinungen zu erkennen sind, wonach die beste Durchmischung zwischen der sechsten und achten Umdrehung anzunehmen ist.

Nach Erreichen der bestmöglichen Homogenität der Mischung beginnen sich die weißen Kugeln wegen dem hohen Dichteunterschied nach unten abzusetzen. Diese Erscheinung ist im rechten Teil von Abbildung (4-5) durch Anstieg der durchschnittlichen Streuung um den bekannten Mittelwert der Mischung zu erkennen.

Nicht unwesentlich ist bei dieser Betrachtung der Ausreißer in Versuch I/2 (Siehe Abbildung (4-2)) bei einer Höhe von 42,5 Millimetern. Da es sich hierbei um eine offenbare Verunreinigung handelt, sollte die Ausklammerung dieses Messwertes zumindest betrachtet werden. In Abbildung (4-5) kann man erkennen, dass das Weglassen dieses einen Ausreißers relativ starke Auswirkungen auf den Mischgüteverlauf hat. Die dadurch erhaltene Verbesserung der Mischgüte in Labormischung I/2 lässt Das Verhalten viel besser in den Verlauf des Modells eingliedern. Einzig der Grund der Abweichung aus Versuch I/1 bleibt

vorerst unklar. Die Ergebnisse dieser Versuchsreihe decken sich dennoch gut mit den Modelldaten.

4.1.2.2 Konfidenzintervalle für die Varianz

Die Varianz charakterisiert die Homogenität der Mischung. Der nach Gleichung (2-18) zu berechnende, minimale Wert steht hier für die maximal erreichbare Mischgüte. Um nun eine Abschätzung für die tatsächliche Lage der Varianzen der Grundgesamtheiten von Laborexperiment und Simulation erhalten zu können, ist es zweckmäßig Konfidenzintervalle der Varianzen zu errechnen. Wegen der geringen Probenanzahl musste hier nach Abschnitt 2.3.4 von einer Chi-Quadrat-Verteilung ausgegangen werden. Die Berechnung (Siehe Abschnitt 7.2) erfolgte daher nach den Gleichungen (2-24) und (2-25). In Abbildung (4-6) ist der Vergleich der 90%igen Konfidenzintervalle jeweils für die erste Versuchsreihe (Siehe Tabelle 3-6) dargestellt.

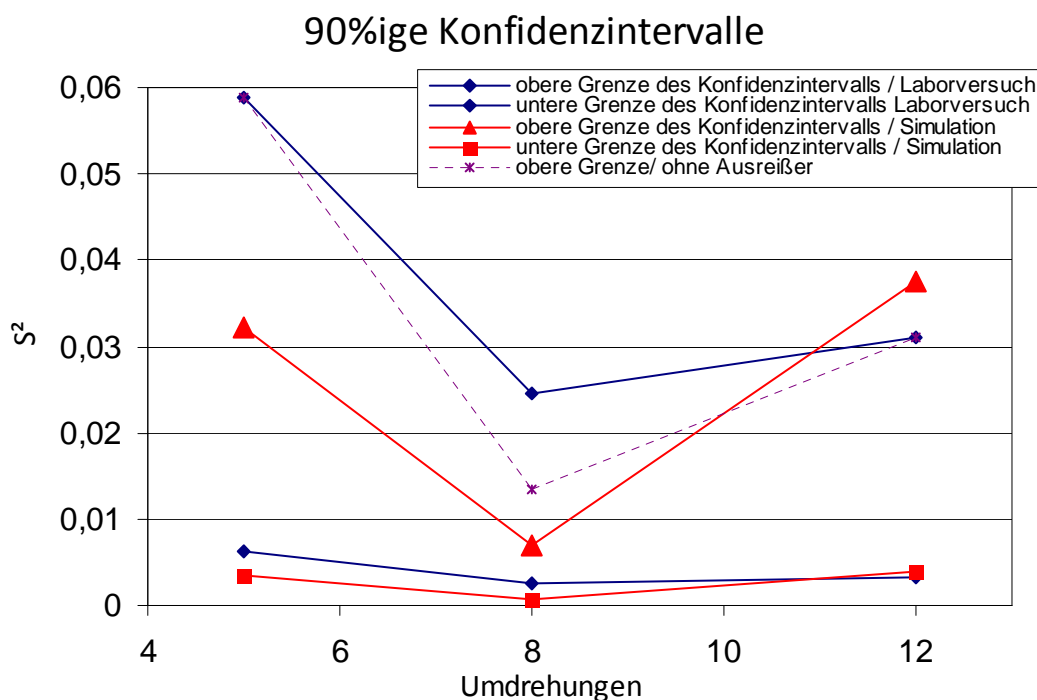


Abbildung 4-6: Vergleich der 90%igen Konfidenzintervalle für die Varianzen von Versuch und Simulation.

Obwohl die Grenzen der 90%igen Konfidenzintervalle der Varianz für die Laborproben etwas weiter auseinander liegen, ist eine klare Überschneidung der Bereiche erkennbar. Die Darstellung lässt bessere Durchmischung in der Simulation erahnen, wobei der simulierte Entmischungsvorgang scheinbar schneller abläuft als die des Laborgemisches. Wegen des

starken Ausreißers in Versuch I/2 ist diese Annahme aber relativiert. Die unterbrochene Linie in Abbildung (7-6) deutet die Verschiebung der oberen Grenze des Konfidenzintervalls der Varianz für diese Versuchsreihe an, wenn man diesen Ausreißer ausklammert.

4.1.2.3 Lacey Index

Der Lacey Index ist wie in Abschnitt 2.3.4 beschrieben nicht sonderlich geeignet um Mischungsgüten zu vergleichen. Dennoch gibt seine Darstellung in Abbildung (4-7) einen schnellen Überblick über den zeitlichen Verlauf des Mischprozesses und die Position der Messdaten in diesem Verlauf. Zur Erstellung des Diagramms wurden EDEM-Simulationen durchgeführt, für die keine Laborexperimente existieren. Dabei wird davon ausgegangen, dass im vollkommen entmischten Zustand (Schicht auf Schicht) der Index die Größe Null annimmt.

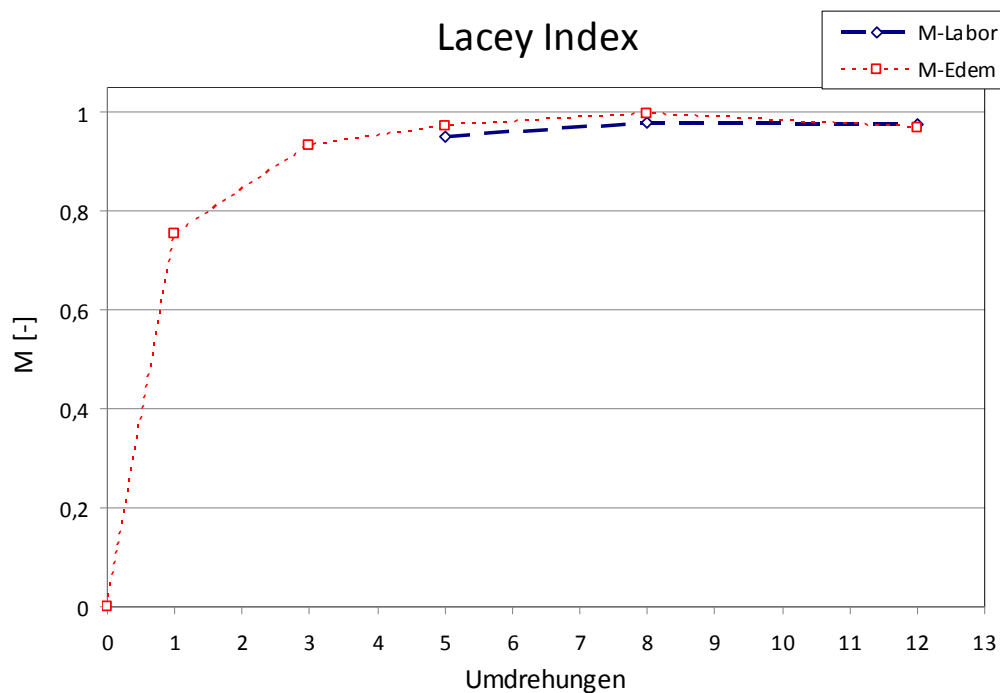


Abbildung 4-7: Lacey Index von Simulation und Versuch aufgetragen gegen die Rührwerksumdrehungen.

Die drei Laborproben weisen nach Lacey also Werte auf, die nahe an der maximal möglichen Durchmischung liegen.

4.1.2.4 Die relative Standardabweichung

Eine sehr aussagekräftige Darstellung bietet die relative Standardabweichung in Abbildung (4-8). Sie stellt das Verhältnis von erreichter Mischgüte zum Mittelwert der Konzentrationen dar. Gut erkennbar ist hier auch wieder die leichte Tendenz zur schnelleren Mischung und

Entmischung bei der Simulation. In der Abbildung sind wiederum zur Orientierung die zusätzlichen Messpunkte für null (theoretischer Wert), eine und drei Umdrehungen dargestellt. Die Darstellung beinhaltet hier ebenfalls den Fall der Ausklammerung aus Versuch I/2.

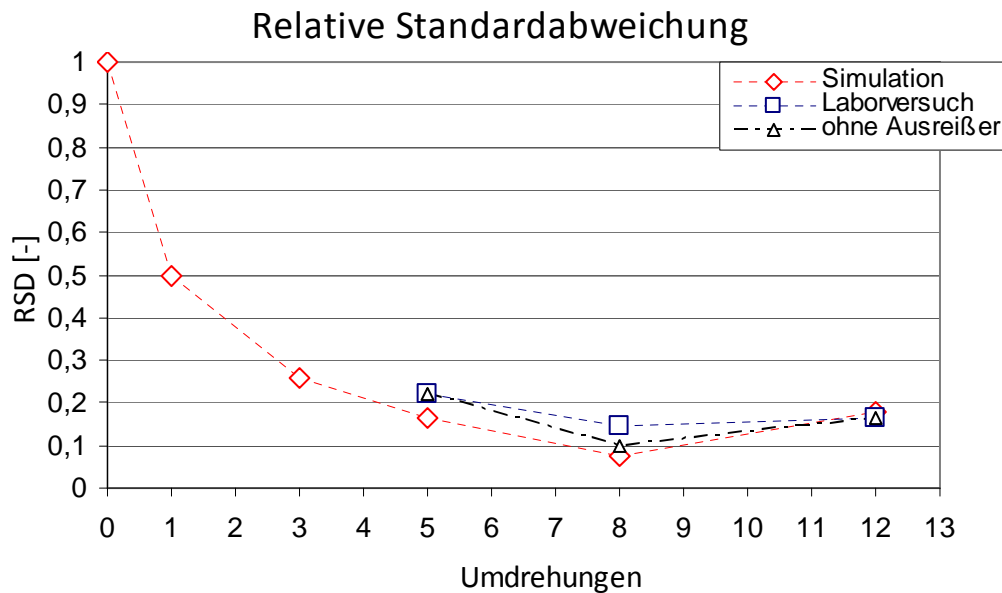


Abbildung 4-8: Relative Standardabweichung von Versuch und Simulation der ersten Versuchsreihe gegen die Umdrehungen.

4.1.2.5 Nachbetrachtung der Versuche I

Ziel dieser Versuchsreihe war es zu überprüfen, ob das Modell mit ausreichender Genauigkeit den Mischungsvorgang, sowie den Entmischungsvorgang beschreiben kann. Dabei galt das Interesse den Zeitpunkten der maximalen Durchmischung, sowie deren Mischgüte. Trotz geringer Versuchsanzahl konnte ein ähnlicher Mischgüteverlauf für Modell und Versuch nachgewiesen werden. Sowohl Simulation, als auch Versuch haben ihre maximale Durchmischung im Bereich von sechs bis acht Umdrehungen.

Der Verlauf der Mischgüten weicht etwas ab. Die Versuchsreihe erreicht scheinbar eine schlechtere Homogenität als das Modell. Nach Entfernung eines offenbaren Ausreißers kann dies jedoch minimiert werden.

4.2 Versuchsreihe II: Variation der Konzentrationen

4.2.1 Vergleich der Konzentrationsprofile

4.2.1.1 Erster Versuch

Diese Versuchsreihe soll einen möglichen Einfluss von Konzentrationsverschiebungen auf das Mischungsverhalten untersuchen. Es wurden auch hierfür drei Laborversuche durchgeführt. Die genauen Daten der Durchführung befinden sich in Tabelle (3-6). Abbildung (4-9) zeigt den Vergleich der Konzentrationsprofile des ersten Versuchs dieser Reihe bei sechs Umdrehungen mit den aus dem Modell ermittelten Profilen. Da diese Versuchsauswertung aus Gründen einer anderen Auswertungsmethode (Siehe 4.2.2.1) nur aus sechs Proben besteht, ist der Vergleich mit den Modellergebnissen nicht sehr zuverlässig. Dennoch ist zu erkennen, dass die aus den Proben erhaltenen Daten gut durch die Simulationen wiedergegeben sind.

Auffällig sind recht starke Unterschiede der beiden Simulationsläufe untereinander. Trotz gleicher Eingaben für die Stoffwerte, können relativ starke Konzentrationsunterschiede in den Profilen auftreten. Dies zeigt die generell stochastische Natur von Mischprozessen.

Das eher senkrechte Konzentrationsprofil ist ein Hinweis auf die unmittelbare Nähe zur maximalen Homogenität.

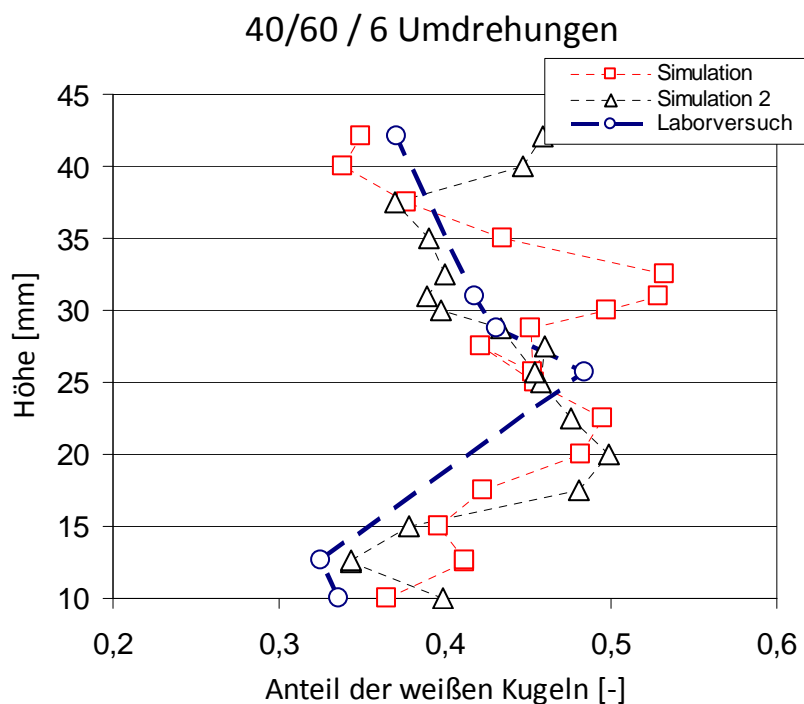


Abbildung 4-9: Konzentrationsprofile von Simulation und Versuch einer 40:60 Mischung nach sechs Umdrehungen.

4.2.1.2 Zweiter Versuch

Bei neun Umdrehungen zeigt das Profil der Konzentration im Vergleich zwischen Simulation und Versuch zumindest im oberen Bereich bessere Übereinstimmung (Siehe Abbildung (4-10)). Auch die Simulationen haben in dieser Region nur geringe Abweichungen voneinander. Unterhalb der Höhe von zwanzig Millimetern lassen sich jedoch Abweichungen der simulierten Ergebnisse von den Labordaten erkennen, wobei aber die Simulationen relativ konform verlaufen. Es macht den Anschein, als ob die reale Mischung nicht so schnell durchmischt wird, wie das Modell errechnet. Die Ursache für diese Erscheinung sind beispielsweise zu niedrige Haftreibungskoeffizienten, die das Vorankommen der Partikel in der Mischung fördern und dadurch zu schnellerer Durchmischung führen. Simulation 2 in Abbildung (4-10) zeigt beispielsweise ein ähnliches Konzentrationsprofil wie die Versuchsmischung, dass aber etwas weiter abgesackt ist. Die tiefere Lage ist ein klarer Hinweis auf zu niedrige Haftreibungskoeffizienten.

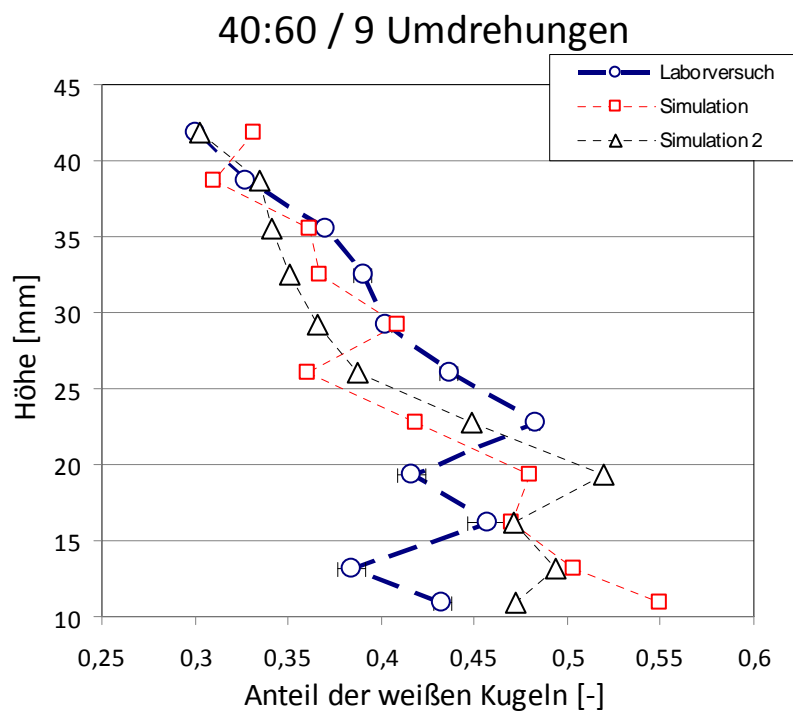


Abbildung 4-10: Konzentrationsprofile von Simulation und Versuch einer 40:60 Mischung nach neun Umdrehungen.

4.2.1.3 Dritter Versuch

Neben kleineren Differenzen sind im dritten Versuch, bei dreizehn Umdrehungen nur die üblichen Unterschiede erkennbar, die dem zugrundeliegenden stochastischen Charakter der

Mischprozesse zuzuschreiben sind. Abbildung (4-11) zeigt das Konzentrationsprofil bei fortgeschrittener Entmischung, das durch seine starke Schräglage charakterisiert ist.

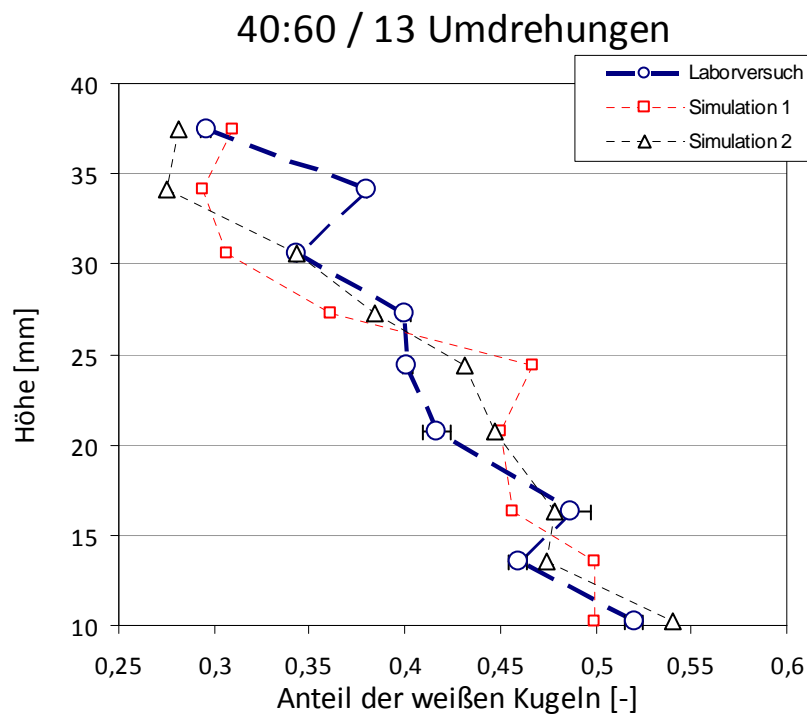


Abbildung 4-11: Konzentrationsprofile von Simulation und Versuch einer 40:60 Mischung nach dreizehn Umdrehungen.

4.2.2 Die Mischungsgüte

4.2.2.1 Die Standardabweichung

Wie nach der Betrachtung der Konzentrationsprofile zu erwarten war, zeigt die simulierte Mischung am Anfang des Mischprozesses ein etwas anderes Verhalten. Ausgehend von den Datenpunkten der Simulation, befindet sich der Zeitpunkt der maximalen Homogenität im Bereich der sechsten Umdrehung. Die Laborversuche deuten ebenso darauf hin, dass die Mischung nach dem Versuch II/1 maximal ist (Siehe Abbildung (4-9)). Zum Zweck der besseren Vergleichbarkeit ist die Darstellung zweier unabhängiger Simulationsläufe in Relation zum Versuch hilfreich. In Abbildung (4-12) kann man erkennen, dass beide Simulationen dieselbe Tendenz zeigen.

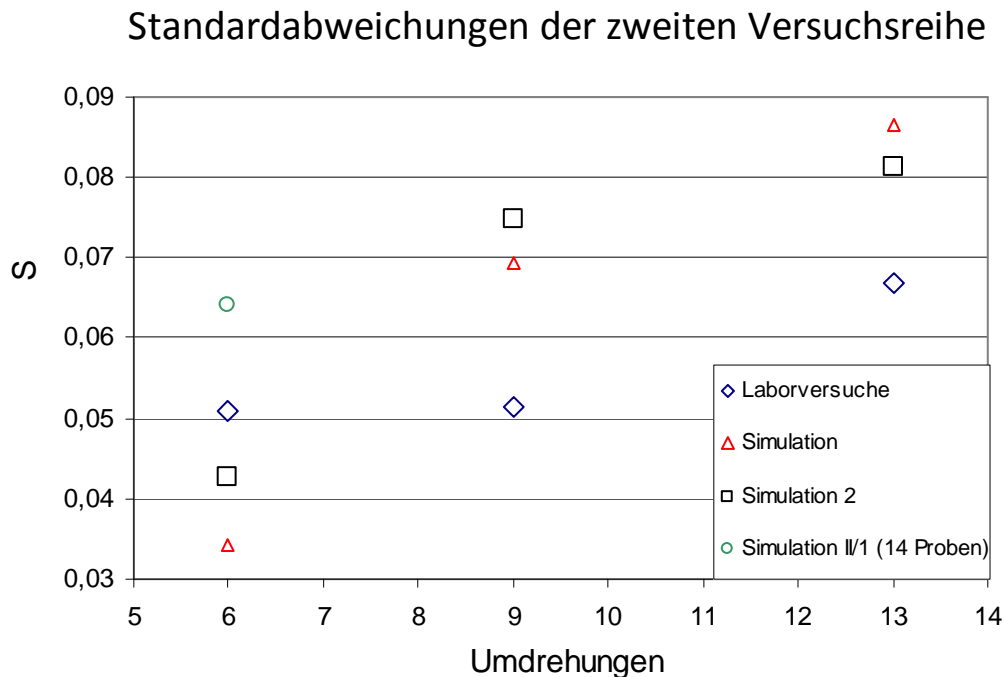


Abbildung 4-12: Die Standardabweichungen der zweiten Versuchsreihe in Relation zur Standardabweichung mehrerer Simulationen

Bei der Bewertung der Ergebnisse von Versuch II/1 muss man bedenken, dass dieser Versuch der chronologisch erste war und daher als einziger mit der in Abschnitt 3.3.3 beschriebenen Abstechmethode ausgewertet wurde. Dafür war eine zentrale Bohrung notwendig, wodurch einige Kugeln verloren gingen. Es konnten für diesen Versuch daher nur sechs Proben ausgewertet werden, was die Aussagesicherheit schmälert. Abgesehen von der geringen Probenzahl sind die Proben wegen der Auswertungsmethode unregelmäßig über die Höhe der Mischung verteilt. Das sind die Gründe, warum man die Mischgüte von Versuch II/1 nicht in Relation zu den Versuchen II/2 und II/3 setzen sollte. In Abbildung (4-12) ist die Relative Standardabweichung von Simulation II/1 nochmals über 14 Proben ermittelt aufgetragen. Man erkennt deutlich, dass sich wegen der höheren Probenzahl auch die Standardabweichung erhöht. Das resultiert daraus, dass es der statistische Fehler mit steigender Probenzahl unterdrückt wird.

4.2.2.2 Konfidenintervall für die Varianzen der Mischungen

Die in Abbildung (4-13) dargestellte Abgrenzung der Lage der tatsächlichen Varianzen der Mischungen mit 90%igem Konfidezniveau deutet hier im Gegensatz zur ersten Versuchsreihe auf bessere Durchmischung der Laborversuche hin. Zur Überschneidung bei sechs

Umdrehungen kommt es wegen geringer Probenzahlen und stärkerer Schwankung des Versuchs II/1 und dadurch steigender Unsicherheit.

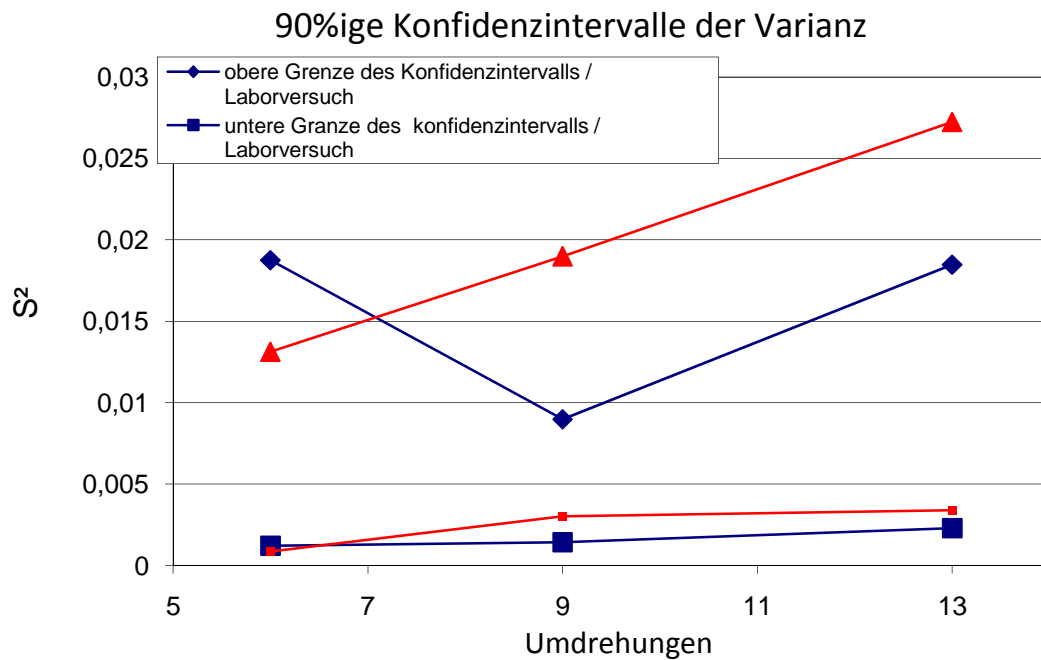


Abbildung 4-13: Vergleich der 90%igen Konfidenzintervalle der Varianzen von Versuch und Simulation.

4.2.2.3 Lacey Index

Die Darstellung des Lacey Indexes in Abbildung (4-14) gibt erneut Aufschluss über die zeitliche Position der Versuchsreihe im Mischprozess.

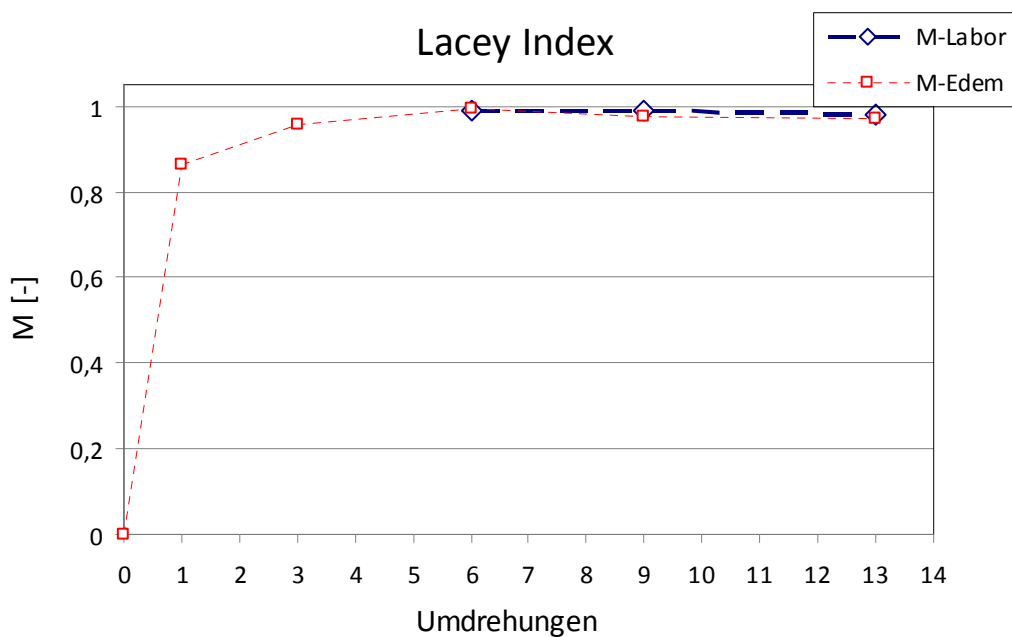


Abbildung 4-14: Lacey Index von Simulation und Versuch aufgetragen gegen die Rührwerksumdrehungen.

Man erkennt den besonders starken Anstieg der Geraden, welche die Datenpunkte der Simulation für null und eine Umdrehung verbindet. Im Vergleich zur ersten Versuchsreihe durchmischt sich demnach die simulierte 40:60- Mischung etwas schneller als die 50:50 Mischung. Während hier nach Lacey schon 84% der maximalen Durchmischung nach der ersten Umdrehung erreicht sind, erreicht die 50:50 Mischung ca. 78% (Vgl. Abbildung (4-7)). Als Ursache hierfür kann die geringere Anzahl an absinkenden, weißen Kugeln gedeutet werden. Da sich das Niveau im Mischbehälter nicht ändern kann, müssen immer gleich viele leichte Kugeln aufsteigen, wie schwere absinken diese gegengerichteten Bewegungen wirkt sich auf die Durchmischungsgeschwindigkeit aus.

4.2.2.4 Die relative Standardabweichung

Der relative Standardabweichung bzw. ihre Auftragung gegen die Umdrehungen in Abbildung (4-15) zeigt die qualitativen Unterschiede von Simulation und Versuch auf. Hier ist zur Orientierung zusätzlich die über 14 Proben ermittelte Standardabweichung von Simulation II/1 aufgetragen. Man kann also davon ausgehen, dass die Kurve eher durch diesen Punkt (grüne Linie) verläuft, als durch den darunterliegenden, (rot) der mit Hilfe von nur sechs Proben errechnet wurde. Das erklärt sich dadurch, dass der statistische Fehler mit steigender Probenzahl immer stärker unterdrückt werden kann. Deshalb sollte man auch nur gleiche Probenzahlen zueinander in Bezug stellen. Hierzu ist zu bemerken, dass die Mischgüten der Versuche bei sechs und neun Umdrehungen relativ eng zusammen liegen, wodurch eine Aussage über die Qualität der Übereinstimmung erschwert ist. Jedenfalls ist die Tendenz der Entmischung nach der neunten Umdrehung in den Modelldaten, sowie Versuchsdaten erkennbar.

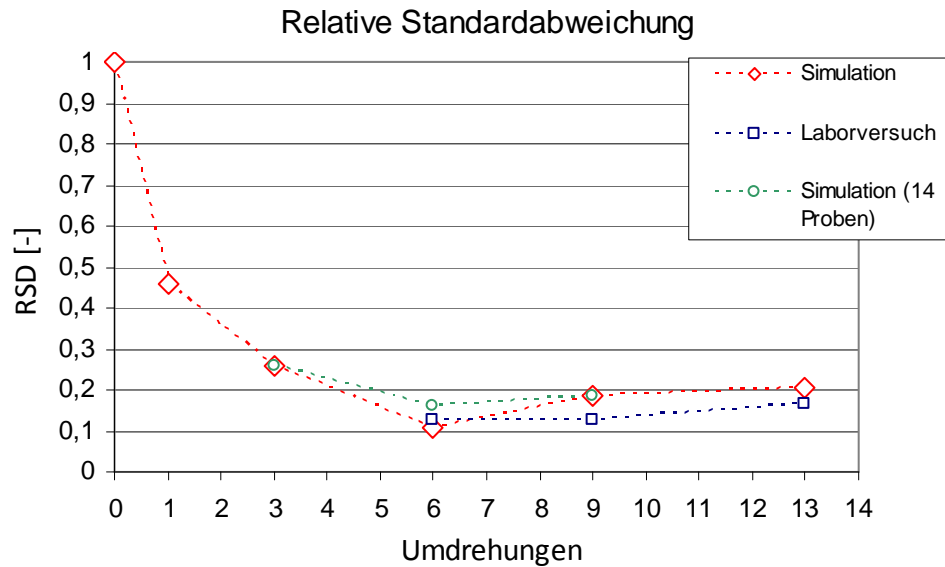


Abbildung 4-15: Relative Standardabweichung von Versuch und Simulation der ersten Versuchsreihe gegen die Umdrehungen.

4.2.2.5 Nachbetrachtung der Versuchsreihe II

Diese Versuchsreihe deutet im Gegensatz zur ersten Reihe auf bessere Durchmischung als das Modell. Da die Unterschiede aber eher gering sind, kann man nicht auf einen Fehler bei der Berechnung schließen. Auffällig ist die schwache Tendenz zur Entmischung, des durch die grüne Linie ausgebesserten, richtigeren Verlaufs der Mischungsgüte in Abbildung (4-15). Das kann man auch aus den Konzentrationsprofilen der Simulationen zu Versuch II/2 und II/3 herauslesen (Abbildungen (4-10) und (4-11)). Zwischen neun und dreizehn Umdrehungen kann kaum eine Änderung erkannt werden, was auf Erreichen eines Mischungsendpunktes hindeutet, der auch durch den Laborversuch recht gut bestätigt werden kann.

4.3 Versuchsreihe III: Variation der Drehzahlen

Mit Hilfe der dritten Versuchsreihe sollte der Einfluss der Rotationsgeschwindigkeit des Rührorgans auf das Durchmischungsverhalten untersucht werden. Die Versuchsreihe besteht aus vier Laborversuchen, wobei für die Daten dieser Reihe mit den Ergebnissen aus dem ersten Versuch (I/1), der ersten Versuchsreihe ergänzt wurden. Dadurch steht zur Auswertung nun ein zusätzlicher Messwert zur Verfügung.

4.3.1 Vergleich der Konzentrationsprofile

4.3.1.1 Erster Versuch bei sechs Umdrehungen pro Minute

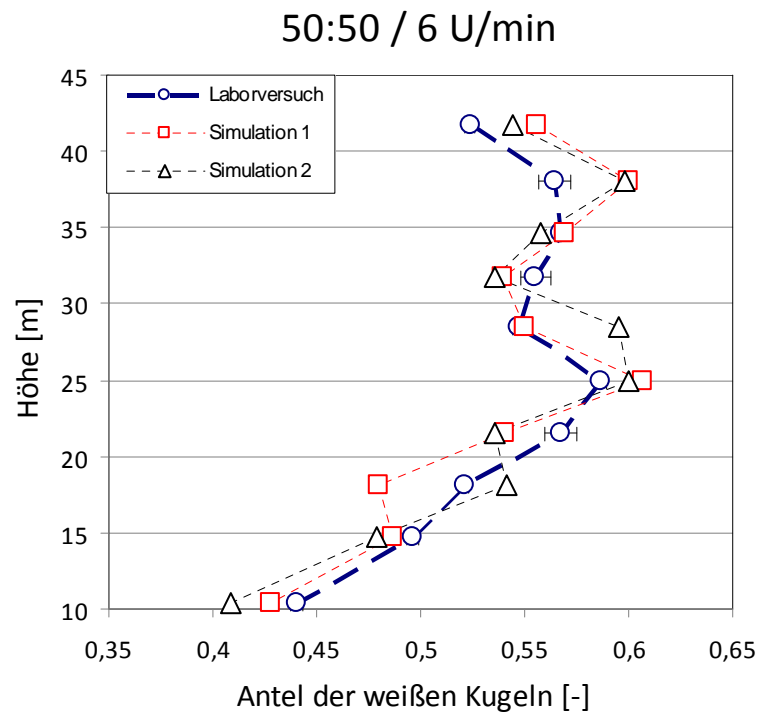


Abbildung 4-16: Konzentrationsprofile von Simulation und Versuch einer 50:50 Mischung nach fünf Umdrehungen bei 6U/min

In Abbildung (4-16) ist das Konzentrationsprofil des ersten Versuchs bei Variation der Drehzahlen und konstanten Umdrehungen (fünf) abgebildet. Die Abbildung zeigt über die gesamte Höhe der Mischung ideale Übereinstimmung von Simulation und Experiment.

4.3.1.2 Zweiter Versuch bei acht Umdrehungen pro Minute

Die Zusammensetzung des zweiten Versuchs ist in Abbildung (4-17) zu sehen. Es sind auch hier keine signifikanten Abweichungen zu den verglichenen Simulationsläufen erkennbar.

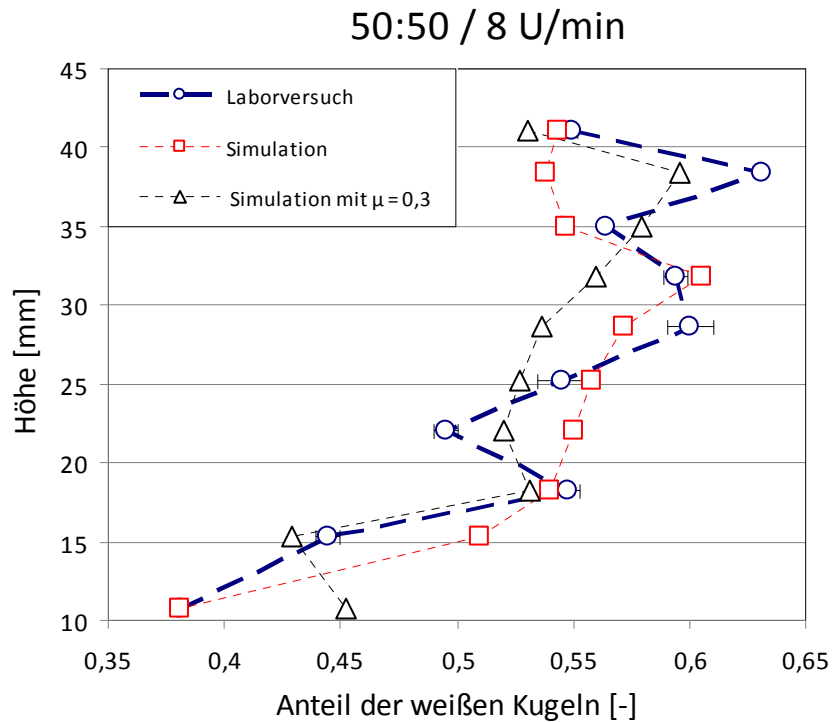


Abbildung 4-17: Konzentrationsprofile von Simulation und Versuch einer 50:50 Mischung nach fünf Umdrehungen bei 8U/min

4.3.1.3 Dritter Versuch bei zwölf Umdrehungen pro Minute

Die Ergebnisse der Auswertung in Abbildung (4-18) sind über einen weiten Bereich durch die Simulationen recht gut wiedergegeben. Der oberste Messwert stellt jedoch (bei 42 Millimeter) einen relativ starken Ausreißer dar. Bei diesem Ausreißer dürfte es sich erneut (vgl. Versuch I/2) um eine Verunreinigung des Laborgemisches handeln.

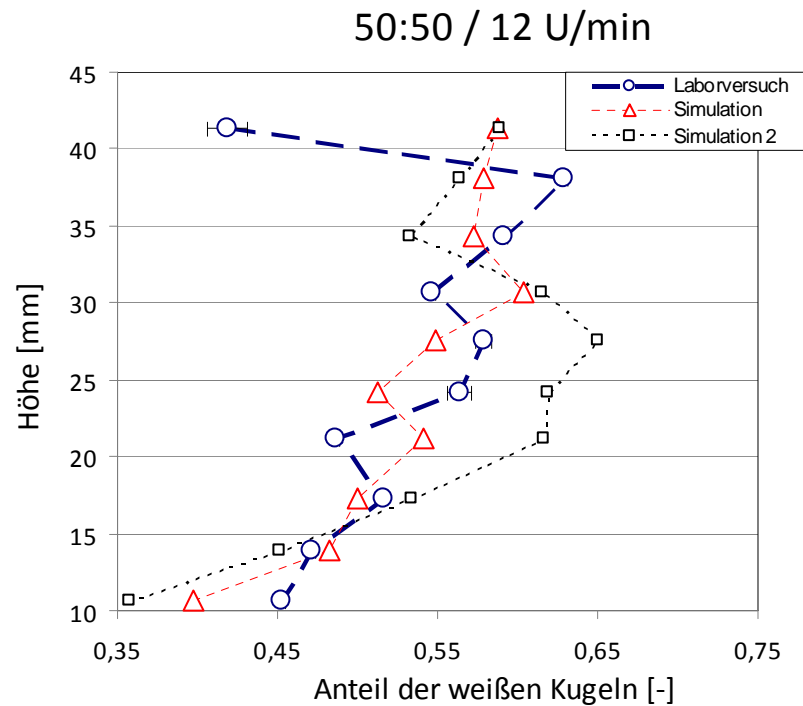


Abbildung 4-18 : Konzentrationsprofile von Simulation und Versuch einer 50:50 Mischung nach fünf Umdrehungen bei 12 U/min

Bei nachträglicher Betrachtung der Zusammensetzungen über die Höhe der Proben fällt auf, dass auf den ersten Blick keine signifikanten Differenzen zwischen den Versuchsreihen auftreten. In Abbildung (4-19) sind jeweils die Konzentrationen der Versuche (links) und der Simulationen (rechts) bei vier, sechs, acht und zwölf Umdrehungen dargestellt. Weder die Laborversuche, noch das Computermodell lassen bei qualitativer Betrachtung der Messwerte einen Einfluss der Drehzahlvariation in diesem Bereich erkennen (Siehe Abschnitt 2.4).

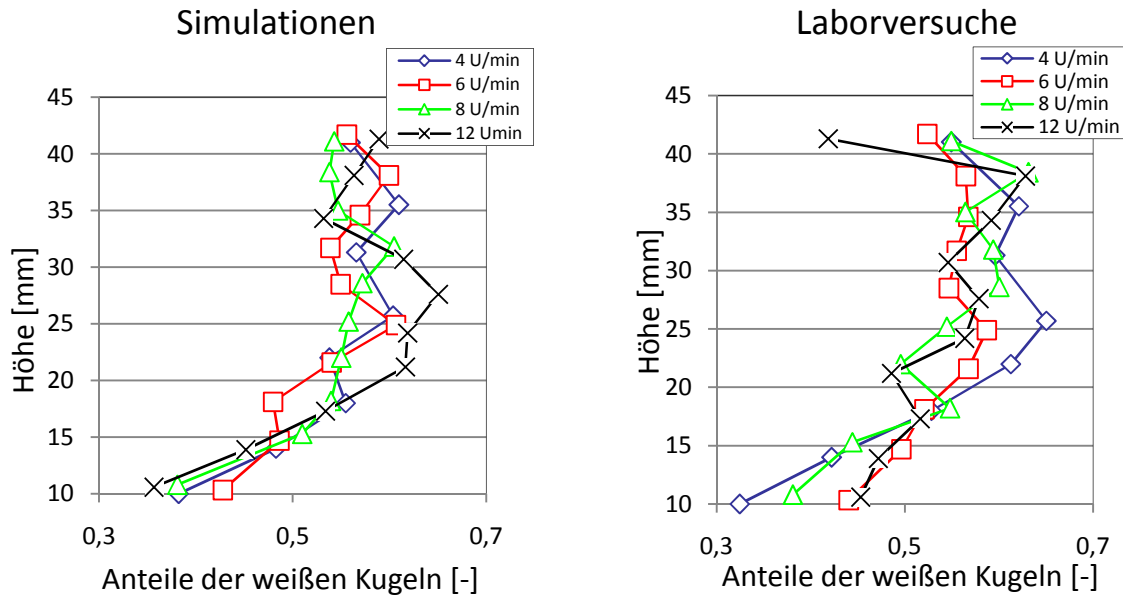


Abbildung 4-19: Untersuchung der Konzentrationsprofile der Simulationen sowie der Laborversuche auf Abhängigkeit gegenüber der Drehzahl

4.3.2 Betrachtung der Mischgüte

4.3.2.1 Die Standardabweichung

In Abbildung (4-20) sind die Standardabweichungen (SD) der unterschiedlichen Versuche mit den zugehörigen Simulationen verglichen. Die Darstellung lässt ebenso keinen Trend erkennen, der sich in den beiden Simulation, sowie dem Versuch gemeinsam abzeichnen würde.

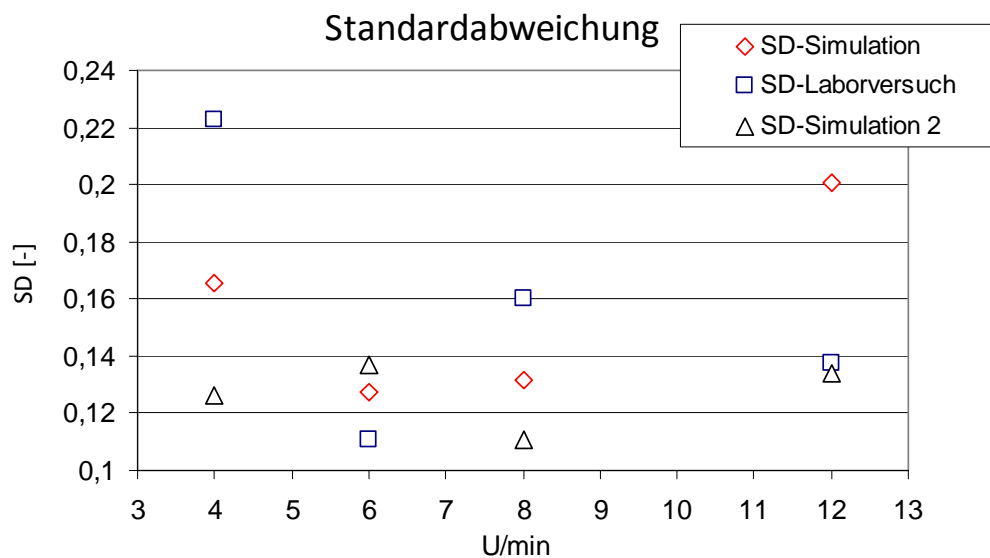


Abbildung 4-20: Die Standardabweichung der Versuchsreihe gehen die Drehzahl aufgetragen.

Dennoch ist festzuhalten, dass das Modell jeweils zwischen sechs und acht U/min die größte Homogenität zeigt. Da die Unterschiede zwischen den Werten aber gering sind, kann hier auf keinen Trend geschlossen werden. Es ist also anzunehmen, dass die Drehzahlvariation im betrachteten Bereich keinen hinreichen großen Einfluss auf die Mischgüteverläufe darstellt.

Diese Annahme wird auch durch die Darstellungen in Abschnitt 2.4 untermauert, wonach der Einfluss der Drehzahl eher gering ist. Die Aussage dieser Messreihe dient aber eher der Frage nach dem Verhalten des Berechnungsmodells bei Auftreten von höheren Partikelgeschwindigkeiten.

4.3.2.2 Konfidenzintervall für die Varianzen der Mischungen

Abbildung (4-21) zeigt die 90%igen Konfidenzintervalle der Varianzen der dritten Versuchsreihe und der zugehörigen Modelldaten. Die unteren Grenzen des unsymmetrischen Intervalls decken sich gut, wobei die oberen leichte Unterschiede aufweisen. Abgesehen von dieser Unschärfe, die auch zwischen zwei unabhängigen Simulationsläufen auftritt, sind die Versuchsdaten in ihrer Übereinstimmung gut durch das Modell wiedergegeben, da sich die (90%igen) Konfidenzintervalle in einem weiten Bereich überdecken, was für vergleichbare Homogenitäten der betrachteten Systeme spricht.

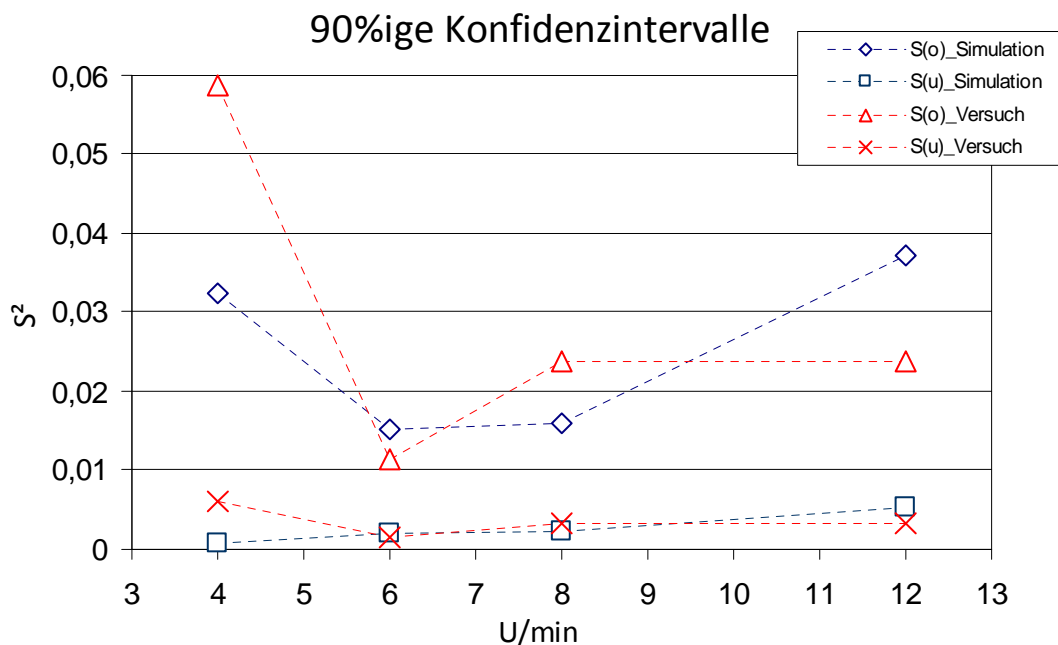


Abbildung 4-21: Vergleich der 90%igen Konfidenzintervalle der Varianzen von Versuch und Simulation (S(o): obere Grenze / S(u): untere Grenze)

4.3.2.3 Nachbetrachtung der Versuchsreihe III

Die Tatsache, dass die Drehzahlerhöhung in diesem Bereich keine merkliche Auswirkung auf die Mischgüte hatte, schmälert das Ergebnis der Testreihe nicht. Es konnte dadurch gezeigt werden, dass das Modell fähig ist den erhöhten Energieeintrag ohne Auffälligkeiten abzubilden. Dabei muss man bedenken, dass DEM-Modelle bei hoher Partikelannäherungsgeschwindigkeit zu Fehlberechnungen neigen. Ab einer gewissen Geschwindigkeit „übersieht“ das Berechnungsmodell Kontakttereignisse, da die Beobachtungszeiträume zu groß werden. Dadurch kann es zu unrealistisch hohen Überlappungen im Rahmen des „Soft Sphere“ Ansatzes kommen, was zu hohen Abstoßungskräften und letztendlich zu hohen Geschwindigkeiten führt (Siehe Abschnitt 2.2.4).

4.4 Betrachtung der Aussagesicherheit des Vergleichs

Nach Präsentation der Resultate dieser Arbeit gilt es diese zu deuten. Es wird im Folgenden genauer betrachtet, wo auffällige Unsicherheiten tragend werden könnten. Abweichungen in den Ergebnissen von Simulation und Versuch sind im gewissen Rahmen kein Indiz für das Versagen eines Berechnungsmodells. Prinzipiell ist zu sagen, dass jeder Mischprozess inhärent ein zufallsbedingter Ablauf ist. Es werden daher auch bei unzähligen Durchführungen beispielsweise keine identischen Konzentrationsprofile resultieren. Die Ergebnisse eines Mischversuches werden also in Abhängigkeit von Geometrie und Dynamik des Mischers streuen.

Für gewisse Unschärfen in der Übereinstimmung zwischen Modell und Versuch konnten im Zuge der Arbeit folgende Einflussgrößen erkannt werden:

- **Startwerte.** In der Simulation werden die Partikel aus einer Quelle ausgestoßen, da die DEM zur Berechnung eine Anfangskoordinate, eine Anfangsgeschwindigkeit und deren Richtung benötigt. Hierbei entstehen relativ gleichmäßige Schichten am Boden des Mischbehälters. Dieser Vorgang musste in Laborexperiment händisch nachgeahmt werden, sodass die Schichtdicken der beiden Kugelschüttungen denen der Simulation glichen.
- **Abweichungen** der Geometrien. Obwohl alle Geometrien nach bestem Wissen hergestellt und ausgerichtet wurden, kann keine totale Übereinstimmung zwischen Modell und Versuchsaufbau erreicht werden. Gerade die Ausrichtung des

Rührwerkantriebs erwies sich als schwierig, sodass leichte Winkelabweichungen der Rührerwelle Einfluss auf die Versuche ausübten. Selbst geringe Winkelabweichungen können einen gewissen Einfluss auf die granuläre Strömung haben, der sich über die Mischzeit fortpflanzt.

- **Physikalische Stoffdaten.** Die physikalischen Parameter, die in Simulationssoftware eingegeben werden müssen, sind meist nicht oder unzureichend vorhanden. Nun besteht die Möglichkeit diese Stoffwerte aus der Literatur zu beziehen, oder sie im Labor zu ermitteln. In beiden Fällen werden die Stoffwerte jedoch nur Näherungen sein können. Die Variation des Reibungskoeffizienten hat jedoch gezeigt, dass geringe Unterschiede keinen starken Einfluss auf das Ergebnis haben.
- **Händische durchgeführte Abläufe.** Beispielsweise musste das Rührwerk nach jedem Mischvorgang aus der Mischung entfernt werden, da diese dann in Polyesterharz eingegossen wurde. In der Simulation kann ein solcher Vorgang jedoch genau gesteuert werden und ist damit ein relativ genau abschätzbarer Teil des Mischprozesses. Da nun zur Durchführung der Versuche kein Aufbau zur Verfügung stand, der den Rührer durch gleichmäßige Translation aus der Mischung entfernte, musste dieser Vorgang per Hand ausgeführt werden. Leichte Schwingungen und Unregelmäßigkeiten sind auf diese Weise nicht zu unterdrücken.
- **Eingießen in Harz.** Nach Beendigung des Mischprozesses war es unbedingt erforderlich die Mischungen nicht zu verändern. weshalb die Phase des Eingießens der Mischung in Polyesterharz kritisch für ein verlässliches Ergebnis ist. Der Prozess bedingte, dass einzelne Kugeln, die sich nach Ende des Mischvorgangs am Rand des Behälters aufstapelten, in die Trombe der Mischung fielen. Dadurch kam es manchmal zu starken Abweichungen der obersten Messwerte der Versuche (Siehe Konzentrationsprofile der Versuche I/2 und III/3). Diese Art der Veränderung der obersten Probenschicht war auch deshalb nicht zu vermeiden, da die Kugeln gegen Auftrieb im Harz gesichert werden mussten.
- **Elektrostatische Aufladungen.** Bei den ersten Vorversuchen kam es in Räumen mit geringer Luftfeuchte zu extremen statischen Aufladungen zwischen gewissen Materialpaarungen. Es zeigte sich, dass die verwendeten Kugeln in Kombination mit einem Becherglas zu solcher Aufladung neigen. Abbildung (4-22) zeigt ein Bild der weißen Kugeln in einem Becherglas nach einem Rührvorgang. Trotz der Masse von ca. 0,2 Gramm haften die Kugeln unter dem Einfluss der statischen Anziehung am

Glas. Um diesen Effekt zu minimieren, musste der Rührbehälter aus PVC bestehen, da die Kugeln sich in Kontakt mit PVC nicht wahrnehmbaren aufluden.



Abbildung 4-22: Darstellung des Effekts von elektrostatischen Kräften bei falscher Werkstoffwahl.

4.4.1 Verbesserungsmöglichkeiten für weitere Untersuchungen

Um die Methode für mögliche, zukünftige Studien zu optimieren, sollte man folgende Modifikationen überdenken:

- **Farbwahl für Partikel.** Um diese Methode auch bei größeren Partikelanzahlen anwenden zu können, müssen durchgefärbte Kunststoffkugeln verwendet werden, die sich zur Farberkennung mittels Software eignen. Dabei sind Farben zu wählen, die sich deutlich voneinander abheben. Gute Ergebnisse können sicherlich mit weißen und roten Kugeln erzielt werden. Schwarze Kugeln sind nicht vorteilhaft, da der Harzzylinder im inneren sehr dunkel erscheint. Händisches Markieren kann dadurch entfallen.
- **Keine händischen Abläufe.** Zur Steigerung der Vergleichbarkeit von Modell und Experiment, ist die Automatisierung des Versuchsstandes vorteilhaft. Alle händischen Vorgänge müssten durch steuerbare Abläufe ersetzt werden. Dadurch kann einer der stärksten Fehlereinflüsse auf die Laborergebnisse minimiert werden. Eine andere Möglichkeit der Verbesserung ist die Verwendung von eingießbaren Kunststoffführern, die bei der Probenauswertung vernichtet werden können. Auf diesem Weg erspart man sich das Entfernen des Rührers und damit Verbundene Verfälschungen der Mischung. Es kann dann auch auf die Automatisierung verzichtet werden, da der Rührer nicht entfernt werden müsste. Einfache Rührorgane könnten

hierzu aus demselben Polyesterharz gegossen werden, dass zur Fixierung der Kugeln verwendet wird. Auf diese Weise würden auch alle Zeitschritte derselben Simulation zur Auswertung herangezogen werden können. Das reduziert wiederum die Rechenzeit, da nicht jede Probe samt Rührerentnahme simuliert werden müsste.

- **Physikalische Parameter.** Böschungswinkelversuche sollten zur Ermittlung der Reibungskoeffizienten zusätzlich zu denen in dieser Arbeit verwendeten Methoden durchgeführt werden. Aus Simulationen dieser Versuche kann dann durch Variation der Reibungskoeffizienten ein Vergleichswert interpoliert werden. Ähnliches wäre auch für den Restitutionskoeffizienten denkbar.
- **Kugeldichte.** Für weitere Versuche empfiehlt es sich Kugeln höherer Dichte zu verwenden. Bei Kugeln, deren Dichte unter 1200 kg/m^3 liegt, überwiegt der Auftrieb im Harz. Solche Mischungen müssen gegen Auftrieb gesichert werden. Dabei kann eine leichte Verfälschung der Mischung nicht verhindert werden.
- **Schnelle Auswertung.** Eine Eigenheit des verwendeten Harzes ist, dass es relativ schnell aushärtet (~3 Stunden), aber die Endhärte nach erst ungefähr einem Monat erreicht wird. Bei Erreichen dieser Endhärte wird das Harz spröde. Dadurch verliert es die feste Bindung zu den eingebetteten Kugeln. Eine Auswertung nach längerer Zeit ist also damit verbunden, dass viele Kugeln bei der Auswertung ausbrechen. Deshalb sollte eine Probe im Idealfall nach drei bis vier Tagen ausgewertet werden.
- **Mehr Messpunkte.** Zur Steigerung der Qualität des Vergleichs (Siehe Abschnitt 2.1.1.2) müssen zahlreichere Versuche pro Versuchsreihe angefertigt werden. Ein Probenahmeintervall von mehr als drei Millimetern sollte dabei vermieden werden.

5 Conclusio

Im Rahmen dieser Arbeit konnte eine neue Methode zur Validierung von Mischprozessen entwickelt werden. Erstmals war es möglich, eine komplette Mischung zu analysieren und die Ergebnisse mit ihrem Simulationsmodell zu vergleichen.

Zum Zweck der Validierung wurde ein Rührprozess gewählt. Um die extrinsischen Bedingungen nach Abschnitt 2.1.1.2 zu erfüllen, war die exakte Neukonstruktion eines Versuchsstandes hilfreich, dessen CAD-Modell in die Simulationssoftware importiert wurde.

Auch die gute Übereinstimmung der Randbedingungen von Simulation und Versuch konnte dadurch als wichtiger Punkt der extrinsischen Bedingungen erfüllt werden.

In Summe waren neun Versuche auszuwerten, die sich in drei Versuchsreihen gliederten. Untersucht wurden Variation der Konzentration, sowie der Drehzahl.

Zur Auswertung war es erforderlich die Mischungen in Harz einzugießen. Die dabei erhaltenen Harzblöcke eigneten sich dann zum schichtweisen Abdrehen auf einer Metaldrehbank. Auf diese Weise war es möglich Scans des Inneren der Mischung zu erhalten, die mittels Bildanalyse und anschließender statistischer Auswertung in Bezug zu simulierten Schnittebenen gestellt werden konnten. Die hierfür erstellte Programmierung erwies sich als sehr wirkungsvolles Werkzeug zur Auswertung der Proben.

Die Versuchsreihen zeigen grundsätzlich, dass die in dieser Arbeit entwickelte Methode zur Validierung des durchgeführten Mischprozesses geeignet ist. Die Vergleichbarkeit zwischen Modell und Realität ist abgesehen von kleinen Abweichungen gegeben.

Sowohl Mischung als auch Entmischung konnten durch die Simulation beschrieben werden. Dank der durch die Auswertungsmethode erhaltenen Konzentrationsprofile war es trotz kleiner Probenzahl ersichtlich, dass sich die Mischgüteverläufe über die Zeit sehr ähnlich verhielten. 90%ige Konfidenzintervalle für die Varianzen der Mischungen, sowie ihrer Simulationen lassen einen effektiven Vergleich der Mischgüten zu. Besonders in Abbildung (4-21) sprechen die Konfidenzintervalle der Varianz für ein sehr gut beschriebenes Mischverhalten. Das zeigt, dass mit Hilfe einer solchen Simulation ohne weiteres eine Mischungsendpunktbestimmung, sowie die Bestimmung des Zeitpunktes der maximalen Homogenität für den in dieser Arbeit betrachteten Mischvorgang möglich sind.

6 Literaturverzeichnis

- [1] Adam S., Suzzi D., Radeke C., Khinast J., An integrated Quality by Design (QbD) approach towards design space definition of a blending unit operation by Discrete Element Method (DEM) simulation, *European Journal of Pharmaceutical Sciences* 42 (2011), 106–115
- [2] Ahlers-Hestermann G. *Handbuch Kunststoff-Verbindungstechnik*, Hanser Verlag, 2004, Seite 114
- [3] Bantel M.: *Messgeräte-Praxis*, Hanser Verlag, 2004 – 387, 19
- [4] Bianic N., in *Encyclopedia of Computational Meachanics* (Eds.: E. Stein, R. Borst, T.J.R.Hughes), Vol. 1, John Wiley & Sons, New York 2004, 311
- [5] Börner M., *Einführung in die Diskrete-Elemente-Methode*, 2011
- [6] Cundall, P.A.; Strack, O. D. L.: A discrete numerical model for granular assemblies. *Geotechnique*, 29 (1979) 1, 47-65
- [7] Duran J., *Sands, Powders, and grains: an introduction to the physics of granular materials* (Springer, New York, 1997).
- [8] EDEM 2.3 User Guide, DEM-Sloutions, Revision 2c, 2010, Seite 50.
- [9] Ertas D. et al., *Europhys. Lett.* 56, 214 (2001); L. E. Silbert, G. S. Grest, S. J. Plimpton, and D. Levine, *Phys. Fluids* 14, 2637 (2002); L. E. Silbert et al., *Phys. Rev. E* 64, 051302 (2002).
- [10] Grellmann W., *Kunststoffprüfung*, Hanserverlag 2005

- [11] Hertz H .J. reine angew. Math. 1891. 92. 157
- [12] http://www.alacron.com/clientuploads/directory/Cameras/REDLAKE/m3_data.pdf, (22.9.2011)
- [13] <http://www.heidolph-instruments.de/produkte/laborruehrer/elektronische-ruehrwerke/rzr-2102-control-z/rzr-2102-control-z/> (22.9.2011)
- [14] Isobe M., Int. J. Mod. Phys. C10, 1281 (1999).
- [15] Jenkins J. T. and Savage S. B., J. Fluid Mech. 130, 187 (1983); C. S. Campbell, Annu.Rev. Fluid Mech. 22, 57 (1990); I. Goldhirsch, in Modeling in Applied Sciences: A Kinetic 13 Theory Approach, ed. N. Bellomo and M. Pulvirenti (Birkhauser, Boston, 2000); N. Mitarai, H. Hayakawa, and H. Nakanishi, Phys. Rev. Lett. 88, 174301 (2002).
- [16] Kanani N., Werkstoffkunde für Oberflächentechniker und Galvaniseure, Hanser Verlag, 2006, Seite 259ff, 273ff.
- [17] Krause F., Katterfeld A., Einsatz der Diskrete Elemente Methode in der Schüttgutfördertechnik. Universität Magdeburg / IFSL, Deutschland
- [18] Manickam S.S., Shah R., Tomei J., Bergman T.L., Chaudhuri B., Investigating mixing in a multi-dimensional rotary mixer: Experiments and simulations, 2009
- [19] Mindlin R.D. J. Appl. Mech. 1949.16, 259
- [20] Mitarai N. and Nakanishi H., J. Phys. Soc. Jpn. 70, 2809 (2001).
- [21] Muzzio, F.J., Ierapetritou, M., Portillo, P., Llusa, M., Levin, M., Morris, K.M., Soh, J.L.P., McCann, R.J., Alexander, A., 2008. A forward-looking approach to process scale-up for solid dose manufacturing. In: Augsburg, L.L., Hoag, S.W. (Eds.),

- Pharmaceutical Dosage Forms: Tablets: Manufacture and Process Control, vol. 3. Informa Health Care, USA, pp. 119–152.
- [22] Muzzio F.J., Shinbrot T., Glasser B. J., Powder Technol. 2002, 124(1–2), 1.
- [23] Muhs D., Maschinenelemente Tabellen, Band 2, , Vieweg +Teubner, 2005
- [24] Müller A., Validation of FEM Analyses – Models and Results, 2002
- [25] Namiko Mitarai, Hiizu Nakanishi, Hard-sphere limit of soft-sphere model for granular materials, Stiffness dependence of steady granular flow, Department of Physics, Kyushu University 33, Fukuoka 812-8581, Japan, August 7, 2006
- [26] Ning Z., Boerefijn R., Ghadiri M., Thornton C., Adv. Powder Technol. 1997, 8 (1) 15
- [27] Portillo P. M., Ierapetritou M. G., Muzzio F. J., Powder Technol. 2008
- [28] Portillo P. M., Ierapetritou M. G., Muzzio F. J., Powder Technol. 2009
- [29] Pöschel T., J. Phys. II (France) 3, 27 ,1993
- [30] Radl, S., Kalvoda E., Glasser, B.J., Khinast, J.G., 2009. Mixing characteristics of wet granular matter in a blades mixer. Powder Technol. 200, 171-198.
- [31] Rhodes M., Introduction to Particle Technology, Wiley-Verlag, 2. Ausgabe 2008
- [32] Sargent R., Verification and Validation of Simulation Models, Proceedings of the Simulation Conference,124, 2007
- [33] Sudbrock F., Simsek E., Rickelt S.,Discrete element analysis of experiments on mixing and stoking of monodisperse spheres on a grate, Wirtz S., Scherer V., 2010

- [34] Savage S. B., Adv. Appl. Mech. 24, 289 (1984); C. Ancey, Phys. Rev. E 65, 011304 (2002)

- [35] Weiler R., Ripp M., Dau G. und Ripperger S.. Chemie Ingenieur Technik 2009, 81, No6

- [36] Wu, H., Khan, M.A., 2009. Quality-By-Design (QbD): an integrated approach for evaluation of powder blending process kinetics and determination of powder blending end-point. J. Pharm. Sci. 98, 2784–2798

- [37] Yong Zhang, Baosheng Jin , Wenqi Zhong, Bing Ren, Rui Xiao DEM, simulation of particle mixing in flat-bottom spout-fluid bed, 2009

- [38] Zhu, H.P., Zhou, Z.Y., Yang, R.Y., Yu, A.B., 2007. Discrete particle simulation of particulate systems: theoretical developments. Chem. Eng. Sci. 62, 3378–3396

7 Anhang

7.1 Auswertungsergebnisse

7.1.1 Erste Versuchsreihe

Tabelle 7-1: Datensätze aus Laborauswertungen und Simulationen der ersten Versuchsreihe

I/1	Messpunkt	h [mm]	x-Labor	x-Edem	x-Edem 2	x-Edem3
w :s / 50 : 50 5 Umdrehungen 4 U/min Kugeln:2000	1	10	0,3244	0,44	0,3823	0,4587
	2	14	0,4223	0,41	0,483	0,4439
	3	18	0,5282	0,49	0,555	0,4964
	4	22	0,6127	0,49	0,538	0,5174
	5	25,7	0,6504	0,5481	0,604	0,5405
	6	31,3	0,596	0,66	0,566	0,6062
	7	35,5	0,621	0,585	0,61	0,5693
	8	41	0,5494	0,587	0,56	0,5626
	9	-	-	-	-	-
I/2	Messpunkt	h [mm]	x-Labor	x-Edem	x-Edem 2	x-Edem3
w :s / 50 : 50 8 Umdrehungen 4 U/min Kugeln:2000	1	11	0,5572	0,5189	0,5212	0,5108
	2	16	0,5855	0,5762	0,5816	0,5284
	3	20	0,5635	0,5935	0,5625	0,4744
	4	25	0,5174	0,5526	0,5636	0,5551
	5	30	0,4687	0,5165	0,539	0,5587
	6	34	0,4946	0,4402	0,4724	0,4729
	7	38,2	0,5269	0,477	0,451	0,5331
	8	42,5	0,3425	0,435	0,472	0,4452
	9	-	-	-	-	-

I/3	Messpunkt	h [mm]	x-Labor	x-Edem	x-Edem 2	
w :s / 50 : 50 12 Umdrehungen 4 U/min Kugeln:2000	1	11	0,5911	0,64	0,55	
	2	14	0,5959	0,6406	0,5656	
	3	18	0,5383	0,5448	0,5797	
	4	22	0,5231	0,515	0,5684	
	5	26	0,5248	0,55	0,565	
	6	30	0,4992	0,436	0,5424	
	7	35,4	0,3632	0,409	0,387	
	8	39,2	0,3825	0,4175	0,4023	
	9	-	-	-	-	

7.1.2 Zweite Versuchsreihe

Tabelle 7-2: Datensätze aus Laborauswertungen und Simulationen der zweiten Versuchsreihe

II/1	Messpunkt	h [mm]	x-Labor	x-Edem	x-Edem 2	x-Edem3
w :s / 40 : 60 6 Umdrehungen 4 U/min Kugeln:2000	1	10	0,336	0,3987	0,4346	0,3617
	2	12,7	0,3252	0,3432	0,4494	0,4117
	3	25,7	0,4673	0,4539	0,427	0,4531
	4	28,7	0,4171	0,4334	0,3704	0,4517
	5	31	0,4184	0,3894	0,3694	0,5286
	6	42,15	0,373	0,4596	0,371	0,3488
	7	-	-	-	-	-
	8	-	-	-	-	-
	9	-	-	-	-	-

II/2	Messpunkt	h [mm]	x-Labor	x-Edem	x-Edem 2	x-Edem3
w :s / 40 : 60 8 Umdrehungen 4 U/min Kugeln:2000	1	10,9	0,4328	0,5493	0,4718	0,4873
	2	13,1	0,3838	0,5037	0,4937	0,4881
	3	16,2	0,4569	0,4702	0,4707	0,4977
	4	19,3	0,4162	0,4799	0,5197	0,472
	5	22,8	0,4827	0,4181	0,4484	0,4261
	6	26,1	0,4365	0,3606	0,3875	0,4643
	7	29,1	0,4028	0,4085	0,3663	0,4952
	8	32,5	0,3902	0,367	0,351	0,4515
	9	35,5	0,3707	0,3613	0,3413	0,4073
	10	38,7	0,3272	0,31	0,3353	0,3538
	11	41,8	0,3006	0,332	0,3023	0,3356
II/3	Messpunkt	h [mm]	x-Labor	x-Edem	x-Edem 2	
w :s / 40 : 60 5 Umdrehungen 13 U/min Kugeln:2000	1	10,25	0,52	0,499	0,4711	
	2	13,5	0,4591	0,4998	0,4838	
	3	16,3	0,4872	0,4566	0,4999	
	4	20,7	0,4163	0,4498	0,4438	
	5	24,4	0,4014	0,4666	0,4439	
	6	27,3	0,4001	0,3615	0,4884	
	7	30,56	0,3431	0,3071	0,4862	
	8	34,1	0,3795	0,294	0,4276	
	9	37,4	0,2959	0,3097	0,3496	
	10	-	-	-	-	

7.1.3 Dritte Versuchsreihe

Tabelle 7-3: Datensätze aus Laborauswertungen und Simulationen der dritten Versuchsreihe

III/1	Messpunkt	h [mm]	x-Labor	x-Edem	x-Edem 2	
w :s / 50 : 50 5 Umdrehungen 6 U/min Kugeln:2000	1	10,34	0,4403	0,4278	0,409	
	2	14,7	0,4962	0,4865	0,4787	
	3	18,12	0,5208	0,4798	0,5409	
	4	21,6	0,5675	0,5404	0,5355	
	5	24,9	0,587	0,6068	0,5997	
	6	28,5	0,5467	0,5497	0,5956	
	7	31,7	0,5551	0,539	0,5359	
	8	34,6	0,5674	0,5696	0,5573	
	9	38,1	0,5647	0,5996	0,5984	
	10	41,7	0,5238	0,556	0,544	
III/2	Messpunkt	h [mm]	x-Labor	x-Edem	x-Edem 2	
w :s / 50 : 50 5 Umdrehungen 8 U/min Kugeln:2000	1	10,8	0,381	0,3811	0,4519	
	2	15,3	0,4444	0,5099	0,4292	
	3	18,2	0,5481	0,5397	0,5313	
	4	22	0,4955	0,5504	0,5204	
	5	25,2	0,5447	0,5578	0,5271	
	6	28,6	0,6005	0,572	0,5365	
	7	31,8	0,5939	0,605	0,5598	
	8	35	0,5643	0,547	0,5793	
	9	38,4	0,6312	0,538	0,5958	
	10	41,1	0,5493	0,543	0,5308	

III/3	Messpunkt	h [mm]	x-Labor	x-Edem	x-Edem 2	
w :s / 50 : 50 5 Umdrehungen 12 U/min Kugeln:2000	1	10,6	0,453	0,3569	0,3981	
	2	13,9	0,4718	0,4518	0,4824	
	3	17,3	0,5163	0,534	0,4999	
	4	21,2	0,4858	0,6166	0,5412	
	5	24,2	0,5636	0,6189	0,5123	
	6	27,6	0,5787	0,6506	0,5493	
	7	30,7	0,5458	0,6148	0,6043	
	8	34,3	0,5917	0,532	0,573	
	9	38,1	0,6282	0,5635	0,579	
	10	41,3	0,4185	0,5893	0,5872	

7.2 Erstellung eines Konfidenzintervalls nach der Chi- Quadrat-Verteilung

Beispielhaft wird die Berechnung an den Laborergebnissen von Versuch II/2 (Siehe Tabelle (6-2)) erläutert.

Der Erwartungswert $\mu = 0.4$

Die Probenzahl $N = 11$

Damit ergibt sich für die Varianz aus Gleichung (2-11) $S^2 = 0,0265$

$1 - \alpha$ errechnet sich für 90%ige Konfidenz aus $F_{\max}(\chi^2) =$

$$\frac{S + 1}{2} = \frac{0.9 + 1}{2} = 0.95, \alpha = 0.05$$

Aus der Tabelle für die Chi- Quadratverteilung sucht man die passenden Werte bei 10 Freiheitsgraden und $F_{\max}(\chi^2) = 0,95$ sowie $F_{\max}(\chi^2) = 0,05$. Diese sind 18,03 für die obere Grenze und 3,247 für die untere Grenze.

Eingesetzt in Gleichung (2-24) und (2-15) ergibt sich

$$\sigma_u^2 = \frac{S^2 \cdot (N-1)}{\chi_\alpha^2} = \frac{0.00265^2 \cdot (11-1)}{18.03} = 0.00147$$

$$\sigma_o^2 = \frac{S^2 \cdot (N-1)}{\chi_{1-\alpha}^2} = \frac{0.00265^2 \cdot (11-1)}{3.247} = 0.00816$$

Diese Werte stellen nun die Grenzen des 90%igen Vertrauensbereichs für die Varianz der Mischung dar.