

Bachelorarbeit

Fakultät Life Science

Department Verfahrenstechnik

von

David Bornkessel

Matrikelnummer XXXXXXXXXX

**Charakterisierung von inhomogenen Partikelmengen:
Vergleich von optischen (Hochgeschwindigkeitskamera) und
mechanischen (Siebturm, Luftstrahlsieb) Analysemethoden**

Bearbeitungszeit: 02.01.2024 - 12.03.2024

Erstprüfer:

Prof. Dr. Martin Geweke, HAW Hamburg

Zweitprüfer:

Dipl.-Ing. Markus Eckert,
Tietjen Verfahrenstechnik GmbH

Zusammenfassung

In dieser Arbeit werden unterschiedliche Analyseverfahren für eine Partikelcharakterisierung untersucht. Die Tietjen Verfahrenstechnik GmbH stellt unter anderem Zerkleinerungsanlagen für Futtermittelhersteller her. Im Zuge dessen wurden zwei Rezepturen von Haustierfuttermittel bereitgestellt. Dabei handelt es sich um fettreiche polydisperse Stoffsysteme. In der Firma wird stetig daran geforscht, um die Anlagen effizienter zu gestalten. Im Zuge dessen hat die Firma Tietjen ein optisches Messverfahren entwickelt, um im laufenden Prozess, Partikel auf ihre Größe zu untersuchen. Dieses Messverfahren wird mit herkömmlichen mechanischen Messverfahren verglichen. Zunächst wurden die theoretischen Grundlagen erläutert und die Analyseverfahren beschrieben, wobei auch auf mögliche Fehlerquellen hingewiesen wird. Im darauffolgenden Schritt wurde der aktuelle Stand der Analysen von Schüttgütern bei der Tietjen Verfahrenstechnik GmbH dokumentiert. Zur Bewertung wurden Referenzanalysen gemäß dem Stand der Technik in einem Labor der HAW Hamburg durchgeführt, die anschließend ausgewertet und mit den Ergebnissen der Firma Tietjen verglichen wurden. Der zweite Teil umfasst die vorrangige Untersuchung der Partikeleigenschaften der Schüttgüter, wobei verschiedene Analysen wie die Mikroskopie und die Laserbeugungsuntersuchung durchgeführt wird. Diese Voruntersuchungen ermöglichen die Durchführung der Analyse mithilfe optischer Messverfahren. Abschließend werden potenzielle Anwendungsbereiche für das neue Analyseverfahren, mögliche Modifikationen und zukünftige Herausforderungen hervorgehoben.

Vorwort

Diese Bachelorarbeit ist das Ergebnis einer intensiven Auseinandersetzung mit dem Thema der Partikelcharakterisierung. Sie entsteht im Rahmen meines Bachelorstudiums Verfahrenstechnik an der HAW Hamburg in dualer Form mit der Tietjen Verfahrenstechnik GmbH. Die Idee, mich mit diesem Thema zu befassen, entstand durch die Zusammenarbeit mit Herrn Markus Eckert, der für die Forschung und Entwicklung bei der Tietjen Verfahrenstechnik GmbH zuständig ist. Während des Studiums wurde mir zunehmend bewusst, wie bedeutend und vielschichtig die Thematik ist und welchen Einfluss sie auf die Weiterentwicklung von Zerkleinerungsanlagen hat.

Die vorliegende Arbeit ist das Ergebnis wochenlanger Tests und Analysen. Sie gibt einen umfassenden Einblick in den aktuellen Forschungsstand der Tietjen Verfahrenstechnik GmbH und trägt dazu bei, neue Erkenntnisse zu generieren und daraus ein neues Verkaufsprodukt zu entwickeln.

Ich möchte mich an dieser Stelle bei all jenen bedanken, die mich während des gesamten Prozesses unterstützt und ermutigt haben. Ein besonderer Dank gilt dabei Herrn Prof. Dr. Martin Geweke, Herrn Markus Eckert und Herrn Marc Hannappel, die mir mit fachlicher Expertise und wertvollen Ratschlägen zur Seite standen. Ebenso möchte ich mich bei meiner Familie, meinen Freunden und meinen Kollegen bedanken, die mich motiviert und inspiriert haben.

Mein Ziel mit dieser Arbeit ist es, einen Beitrag zur wissenschaftlichen Diskussion zu leisten und Impulse für weitere Forschungsprojekte zu geben. Ich hoffe, dass diese Arbeit nicht nur für mich persönlich, sondern auch für Leserinnen und Leser von Interesse ist und neue Perspektiven eröffnet.

Eidesstattliche Erklärung

Fakultät Life Sciences
Prüfungsausschuss

Eidesstattliche Erklärung und Veröffentlichungserklärung Student oder Studentin

- Charakterisierung von inhomogenen Partikelmengen: Vergleich von optischen (Hochgeschwindigkeitskamera) und mechanischen (Siebturm, Luftstrahlsieb) Analysemethoden

Eidesstattliche Erklärung Student oder Studentin

verfasst von: Herr **Bornkessel** David

Ich versichere hiermit, dass ich die vorliegende Bachelorarbeit mit dem o.a. formulierten Thema ohne fremde Hilfe selbständig verfasst und nur die angegebenen Quellen und Hilfsmittel verwendet habe.
Wörtlich oder dem Sinn nach aus anderen Werken entnommene Stellen sind unter Angabe der Quellen kenntlich gemacht.

Datum: *11.03.2024*

Unterschrift: 

David Bornkessel

Erklärung zur Veröffentlichung des Studenten oder der Studentin

Ich bin mit der Online-Veröffentlichung der oben genannten Abschlussarbeit auf dem Dokumentenserver der HAW Hamburg **nicht einverstanden**.

Mit meiner Unterschrift bestätige ich obige Angaben und dass ich die Rechtliche Grundlagen zur Veröffentlichung von Abschlussarbeiten der HAW Hamburg zur Kenntnis genommen habe und akzeptiere. [Zu finden im Downloadbereich Fakultätsservicebüro Life Sciences](#), dort unter den Downloads des jeweiligen Studiengangs.

Datum: *11.03.2024*

Unterschrift: 

David Bornkessel

Bei der Abgabe der Bachelorarbeit abzugeben

Bornkessel; David;

250 90 31

Prüfakte_Abschlussarbeit_alle Studiengänge_S.2

Verfahrenstechnik Bachelor 20152 vers. 06.23

Inhaltsverzeichnis

Vorwort	III
Eidesstattliche Erklärung	IV
Inhaltsverzeichnis	V
Abkürzungsverzeichnis	VII
Symbolverzeichnis	VIII
Abbildungsverzeichnis	IX
Tabellenverzeichnis	XI
Formelverzeichnis.....	XII
1 Einführung.....	1
1.1 Vorstellung der Tietjen Verfahrenstechnik GmbH	1
2 Grundlagen der Partikelcharakterisierung.....	3
2.1 Feinheitsmerkmal x	4
2.2 Partikelgrößenverteilung	5
2.3 Fehler bei der Partikelcharakterisierung.....	7
2.3.1 Probennahme und Probenteilung.....	8
2.3.2 Agglomerate und Dispergierung	10
2.3.3 Partikelform	11
2.3.4 Probenmenge.....	12
2.3.5 Toleranzen von Mess- und Analysegeräten	13
2.3.6 Mengenarten	14
2.4 Erläuterung der Siebturm- und Luftstrahlsiebverfahren	15
2.5 Beschreibung der dynamischen Bildanalyse	16

3	Ist-Zustand bei der Tietjen Verfahrenstechnik GmbH.....	17
3.1	Aufnahme des Ist- Zustandes der aktuellen Analysepraxis in der Tietjen Verfahrenstechnik GmbH.....	17
3.1.1	Versuch 1, Durchführung der Siebturmanalyse bei Tietjen.....	20
3.1.2	Versuch 2, Durchführung der Luftstrahlsiebanalyse bei Tietjen.....	23
3.1.3	Verifizierung der Ergebnisse und Schätzung der Partikeleigenschaften.....	27
4	Referenzanalysen an der HAW Hamburg	29
4.1	Versuch 3, Durchführung der Siebturmanalyse, HAW Hamburg.....	36
4.2	Versuch 4, Durchführung der Luftstrahlsiebanalyse, HAW Hamburg.....	39
4.3	Fazit zu den Versuchen 1-4	43
5	Untersuchung der Partikeleigenschaften	45
6	Durchführung der optischen Analysen	51
6.1	Durchführung der starren optischen Analyse	52
6.2	Durchführung der dynamischen optischen Analyse (OPC).....	58
6.2.1	Fazit der optischen Analysen.....	63
7	Vergleich der Analyseverfahren.....	64
7.1	Herausarbeitung der Vor- und Nachteile der OPC-Analyse.....	67
8	Fazit und Ausblick	68
8.1	Ausblick auf potenzielle Weiterentwicklungen der OPC-Analyse.....	69
	Literatur- und Quellenverzeichnis.....	XIII
	Anhangsverzeichnis	XV

Abkürzungsverzeichnis

Abkürzung	Bedeutung
GmbH	Gesellschaft mit beschränkter Haftung
Tietjen	Tietjen Verfahrenstechnik GmbH
HAW	Hochschule für angewandte Wissenschaften Hamburg
OPC	Online particle controler
DIN	Deutsches Institut für Normung e. V
ISO	Internationale Organisation für Normung
Pos.	Position
Rez. 1	Rezeptur 1
Rez. 2	Rezeptur 2
US	Ultraschall

Symbolverzeichnis

Symbol	Bezeichnung	Einheit
x	Feinheitsmerkmal	μm
$x_{f,\text{min}}$	Minimaler Feret-Durchmesser	μm
$x_{f,\text{max}}$	Maximaler Feret-Durchmesser	μm
x_N	Nassenstein Durchmesser	μm
x_M	Martin Durchmesser	μm
$x_{k,b}$	Krummbeinscher Durchmesser	μm
$Q_r(x)$	Verteilungssumme	%
$Q_{3^*}(x)$	Massen Verteilungssumme	%
$Q_3(x)$	Volumen Verteilungssumme	%
$Q_2(x)$	Flächen Verteilungssumme	%
$Q_0(x)$	Anzahl Verteilungssumme	%
$q_r(x)$	Verteilungsdichte	%
d	Delta	/
r	Index	/
$>$	Größer als	/
$<$	Kleiner als	/
\leq	Kleiner gleich	/
ρ_s	Schüttdichte	$\text{g}/\mu\text{m}^3$
ρ_p	Partikeldichte	$\text{g}/\mu\text{m}^3$
ρ_{mittel}	Mittlere Dichte	$\text{g}/\mu\text{m}^3$
m	Masse	g
m_R	Zulässiger Massenrückstand	g
V	Volumen	μm^3
V_F	Maximal zulässiges Schüttvolumen je Flächeneinheit	cm^3/dm^2
A	Fläche	dm^2
P	Druck	Pa
h	Höhe	μm

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Zusammenhang der Verteilungssumme und der Verteilungsdichte [5, p. 45]	6
Abbildung 2: Riffelteiler [7].....	9
Abbildung 3: Rotationsprobenteiler [7]	9
Abbildung 4: Partikelform [4].....	12
Abbildung 5: Siebzeiten für die Luftstrahlsiebanalyse, Tietjen	19
Abbildung 6: Vibrationssiebturm AS 200 basic, Tietjen	21
Abbildung 7: Verteilungssumme der Siebturmanalyse mit 52,09 g	22
Abbildung 8: Luftstrahlsieb KLS 200, Tietjen.....	23
Abbildung 9: Schematische Darstellung eines Luftstrahlsiebs [3]	24
Abbildung 10: Verteilungssumme der Luftstrahlsiebanalyse, Rezeptur1 Tietjen.....	25
Abbildung 11: Verteilungssumme der Luftstrahlsiebanalyse, Rezeptur2 Tietjen.....	26
Abbildung 12: Vergleich der Siebturm- und Luftstrahlsiebanalyse, Tietjen	28
Abbildung 13: 100 l Probensack der Rezeptur 1 + Probennehmer	29
Abbildung 14: Rotationsprobenteiler, HAW Hamburg.....	33
Abbildung 15: Achtfache Probenteilung, Rotationsprobenteiler [12].....	34
Abbildung 16: Riffelteiler, HAW Hamburg	34
Abbildung 17: Dreistufige halbierende Probenteilung, Riffelteiler [12]	35
Abbildung 18: Vibrationssiebturm AS 200 control, HAW Hamburg	36
Abbildung 19: Agglomeration auf dem 180 µm Sieb, Siebturmanalyse	38
Abbildung 20: Luftstrahlsieb e200 LS, HAW Hamburg	39
Abbildung 21: Verteilungssumme der Luftstrahlsiebanalyse, Rezeptur1 HAW Hamburg ..	40
Abbildung 22: Verteilungssumme der Luftstrahlsiebanalyse, Rezeptur2 HAW Hamburg ..	41

Abbildung 23: Verteilungssumme der Luftstrahlsiebanalyse mit ergänzenden Sieben, Rezeptur 1+2.....	42
Abbildung 24: Vergleich der Luftstrahlsiebanalysen, Rezeptur 1	43
Abbildung 25: Digitalmikroskop VHX-7000, HAW Hamburg	45
Abbildung 26: Agglomerat	46
Abbildung 27: Gereinigte Partikel	47
Abbildung 28: Dreidimensionale Ansicht der gereinigten Partikel.....	48
Abbildung 29: Laserbeugungsspektrometer	49
Abbildung 30: Verteilungssummen der Laserbeugungsanalyse	50
Abbildung 31: Bildkollektiv des Digitalmikroskops.....	52
Abbildung 32: ImageJ Partikel dispergiert	53
Abbildung 33: ImageJ Agglomerat	54
Abbildung 34: Gaspyknometer	55
Abbildung 35: Verteilungssumme des Digitalmikroskops, HAW Hamburg	57
Abbildung 36: Online particle controler (OPC).....	58
Abbildung 37: OPC-Probennahme	59
Abbildung 38: OPC-Fallschacht	60
Abbildung 39: Zeilenkamera des OPC [8].....	61
Abbildung 40: Verteilungssummen der OPC-Analyse	62
Abbildung 41: Vergleich der Mikroskop- und OPC-Analyse	63
Abbildung 42: Vergleich der unterschiedlichen Analysemethoden	64
Abbildung 43: Anzahl Summenverteilung.....	66

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Feinheitsmerkmal: statistischer Durchmesser [3]	4
Tabelle 2: Mengenarten [2, p. 29]	14
Tabelle 3: Ermittlung der mittleren Schüttdichte, Tietjen.....	18
Tabelle 4: Siebmaschenweiten, Tietjen	20
Tabelle 5: Ermittlung der mittleren Schüttdichte, HAW Hamburg.....	30
Tabelle 6: Siebmaschenweiten Luftstrahlsieb, HAW Hamburg	31
Tabelle 7: Siebmaschenweiten Siebturm, HAW Hamburg	37
Tabelle 8: Parameter für die Luftstrahlsiebanalyse, HAW Hamburg.....	39
Tabelle 9: Ergänzende Parameter für die Luftstrahlsiebanalyse, HAW Hamburg	41
Tabelle 10: Ermittlung der mittleren Partikeldichte, HAW Hamburg.....	56

Formelverzeichnis

Formel 1: Verteilungssumme [2]	5
Formel 2: Verteilungsdichte [2]	6
Formel 3: Schüttdichte.....	18
Formel 4: Maximal zulässiger Rückstand	31
Formel 5: Umrechnung einer Anzahlverteilung in eine Volumenverteilung	55
Formel 6: Volumenberechnung	56
Formel 7: Mittlere Partikelhöhe	56

1 Einführung

Die Charakterisierung von Partikeln dient als Werkzeug zur Kontrolle von Prozessen, beispielsweise mit dem Ziel, die Effizienz von Vermahlungsanlagen zu optimieren. Beim Erwerb einer solchen Anlage sind vordefinierte Ziele hinsichtlich der erwarteten Ergebnisse von entscheidender Bedeutung, die sowohl den Energieverbrauch als auch die Beschaffenheit des Endprodukts berücksichtigen, welches die Anlage verlässt und anschließend weiterverarbeitet wird.

Die vorliegende Bachelorarbeit widmet sich der Untersuchung und dem Vergleich unterschiedlicher Analyseverfahren im Bereich der Partikelcharakterisierung. In den nachfolgenden Abschnitten dient die Partikelgrößenanalyse zur Analyse von Schüttgütern unter Verwendung verschiedener Methoden, darunter die vertikale Siebturm-Analyse, die Analyse mittels Luftstrahlsieb sowie die Partikelgrößenanalyse durch optische Messverfahren. Besonderes Augenmerk gilt dabei der dynamischen Bildanalyse unter Anwendung einer Hochgeschwindigkeitskamera, hierbei verwendet Tietjen einen online particle controller (OPC). Zu diesem Zweck werden zwei verschiedene Schüttgüter aus der Futtermittelindustrie, zum einen Katzenfutter und zum anderen Hundefutter, ausgewählt und entsprechend analysiert. Bei diesen Schüttgütern handelt es sich um fettreiche polydisperse Stoffsysteme, bei denen die einzelnen Partikel unterschiedliche Größen aufweisen.

1.1 Vorstellung der Tietjen Verfahrenstechnik GmbH

Seit Jahrzehnten beschäftigt sich das deutsche Unternehmen Tietjen Verfahrenstechnik GmbH mit der Forschung, Planung und Herstellung von Hammermühlen und anderen Zerkleinerungstechnologien. Der Firmensitz des Unternehmens befindet sich in Hemdingen, einem Ort im Landkreis Pinneberg in Schleswig-Holstein. [1, p. 2]

Tietjen hat sich auf lösungsorientierte Mahlsysteme spezialisiert und stellt individuelle Lösungen für die Vermahlung verschiedener Schüttgüter bereit. Dazu gehören verschiedene Arten von Hammermühlen, Schreddern, Zerkleinerern und Brechern. Außerdem arbeitet

Tietjen an Dosier- und Fördersystemen für Mühlen, an Produkten für den Schutz vor Staubexplosionen sowie an Abfalltrenn- und Aufbereitungsmaschinen. [1, p. 4 ff.]

Tietjen betreut den gesamten Lebenszyklus einer Mahlanlage, von der Planung und Installation bis zum Service und stellt diese schlüsselfertige her. Das Unternehmen bedient Kunden auf der ganzen Welt, insbesondere in den Bereichen Tierfutter und Lebensmittel aber auch im Bereich der erneuerbaren Energien bei der Aufbereitung von organischen Abfällen für die Biogaserzeugung. [1, pp. 18-19]

Tietjen verfügt über mehr als 60 Jahre Erfahrung im Bereich der Mahltechnik und produziert weiterhin in Hemdingen. Das Unternehmen legt großen Wert auf Forschung und Entwicklung, um neue und optimierte Mahlsysteme anzubieten. In dem eigenen Technikum werden neue Analysesysteme, Maschinen und Prozesse durch Tests und Versuche entwickelt.

2 Grundlagen der Partikelcharakterisierung

Die Partikelcharakterisierung von dispersen Stoffsystemen gehört zu einem der wichtigsten Hilfsmittel in der mechanischen Verfahrenstechnik. Dies ist darauf zurückzuführen, dass Rohstoffe und Zwischenprodukte, aus denen Endprodukte mit bestimmten Eigenschaften hergestellt werden sollen, selten in ihrer ursprünglichen Form vorliegen. In der Regel sind sie eine Mischung aus vielen verschiedenen Komponenten, die in ihren Eigenschaften unterschiedlich sind. Diese Unterschiede lassen sich durch die Analyse nutzen. Dabei sind die geometrischen und stofflichen Merkmale für die Trennung und Analyse von Stoffen entscheidend. [2, p. 261]

Bei der Partikelgrößenanalyse wird zwischen mehreren Verfahren unterschieden, unter anderem der mechanischen Partikelcharakterisierung und der optischen Partikelgrößenanalyse.

Die mechanische Partikelcharakterisierung nutzt mechanische Eigenschaften dafür, Partikel zu analysieren. Im Rahmen dieser Bachelorarbeit wird dieses Hilfsmittel auf eines der Grundverfahren beschränkt, dem Sieben. [2, p. 161] Mithilfe von Kräften ermöglicht diese Analysemethode das Aufteilen von fest-fest Stoffsystem nach seinen Größen. [2, p. 162]

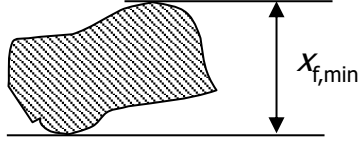
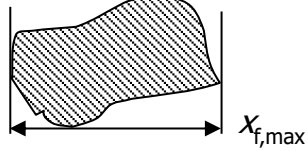
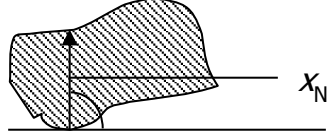
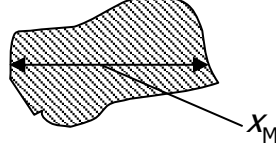
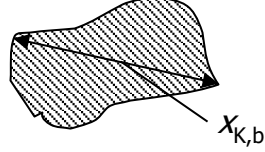
Grundsätzlich muss bei der optischen Partikelgrößenanalyse zwischen starren und dynamischen Verfahren unterschieden werden. Als starres Verfahren versteht man unter anderem das Auswerten von Partikelkollektiven mittels Mikroskops, bei dem die Partikel auf einer Glasunterlage platziert und fixiert werden, sodass sie sich in einem Ruhezustand befinden. Anders ist es bei dynamischen Verfahren, in diesen befinden sich die Partikel in Bewegung. [2, p. 177]

Mithilfe von graphischen Darstellungen lässt sich die Partikelgrößenverteilung visualisieren. Dabei muss zunächst die Mengengröße und das Feinheitsmerkmal festgelegt werden.

2.1 Feinheitsmerkmal x

Bei der Bestimmung des Feinheitsmerkmals spielt die Wahl des Analyseverfahrens eine wesentliche Rolle. Als Feinheitsmerkmal versteht man alle geometrischen Abmessungen oder physikalischen Eigenschaften eines Partikels, welche eindeutig mit seiner Größe zusammenhängen. [2, p. 12] Die Größe des Partikels kann durch alle linearen Partikelgrößen wie beispielhaft die charakteristische Länge, der statistische Durchmesser, der Äquivalenzdurchmesser oder das Volumen definiert werden. [2, p. 261] Um dies zu ermöglichen, sind Faktoren wie zum Beispiel die Form eines Partikels, die Dichte und ob es sich um Einzelpartikel oder um eine Agglomeration handelt, zu berücksichtigen. Wenn mindestens eine Kenngröße jeder dieser Faktoren bestimmt sind, lässt sich eine Größe eindeutig ermitteln. Die charakteristische Länge eines Partikels beschreibt eine physikalische Eigenschaft oder Dimension des Partikels.

Tabelle 1: Feinheitsmerkmal: statistischer Durchmesser [3]

<p>Minimaler Feret – „Durchmesser“: $x_{f,\min}$ Tangentenabstand an die Fläche senkrecht zur Abtastrichtung</p>	
<p>Maximaler Feret – „Durchmesser“: $x_{f,\max}$ Tangentenabstand an die Fläche waagrecht zur Abtastrichtung</p>	
<p>Nassenstein – „Durchmesser“: x_N Lot auf Tangentenberührungspunkt</p>	
<p>Martin – „Durchmesser“: x_M Flächenhalbierende in Abtastrichtung</p>	
<p>Krummbein'scher „Durchmesser“: $x_{k,b}$ Längste Sehne durch Projektionsfläche</p>	

Die Tabelle 1 [3] veranschaulicht unterschiedliche statistische Durchmesser, durch welche das Feinheitsmerkmal beschrieben werden kann. Der statistische Durchmesser repräsentiert eine charakteristische Länge eines Partikels.

Die nachfolgenden Kapitel vertiefen das Verständnis darüber, wie die Wahl der Analysemethoden mit den entsprechenden Feinheitsmerkmalen zusammenhängt.

2.2 Partikelgrößenverteilung

Die Verteilungen der Partikelgröße lassen sich auf verschiedene Arten graphisch darstellen. Dabei wird das Feinheitsmerkmal auf der Abszisse (horizontale Achse) und die Anzahl oder der prozentuale Anteil der Partikel auf der Ordinate (vertikale Achse) angezeigt. [2, pp. 25-26] Die Histogramm-Darstellung, bei der die Breite der Balken den unteren und oberen Grenzen der Messklasse und die Höhe der Anzahl der Partikel im jeweiligen Größenintervall entsprechen, ist intuitiv zugänglich. [2, p. 27] Häufig richten sich diese Intervalle nach den Möglichkeiten und der Auflösung des verwendeten Messsystems.

Die Summenkurve, die die kumulierte Summe aller Mengen in jeder Klasse darstellt, liefert zusätzliche Informationen. Dadurch entsteht eine kontinuierliche Kurve, die von null auf hundert Prozent ansteigt. Für jeden x-Wert lässt sich auf der Summenkurve die Menge an Partikeln ablesen, die kleiner als x sind. [2, p. 26] Außerdem lässt sich aus der Summenkurve Perzentile, ähnlich dem Median, entnehmen. Zitat: *Der Medianwert ist als diejenige Partikelgröße definiert, unterhalb derer 50% der Partikelmenge liegen.* [2, p. 32]

$$Q_r(x) = \frac{\text{Teilmenge}}{\text{Gesamtmenge}} \quad (1)$$

Formel 1: Verteilungssumme [2, p. 26]

Bei der Verteilungsdichte handelt es sich um die erste Ableitung der Summenkurve.

Die Dichteverteilung hat ein Maximum, wenn die Summenkurve steil ansteigt, und ein Minimum, wenn sie flach verläuft. Eine echte Dichteverteilung zeigt die Steigung der Summenkurve. [4, p. 6] Die Klassenmenge muss also durch die Klassenbreite dividiert werden. Je mehr Klassen vorliegen, desto genauer wird die Dichteverteilung.

$$q_r(x) = \frac{\text{Klassenmenge}}{\text{Klassenbreite}} = \frac{dQ_r(x)}{dx} = \frac{\Delta Q_r(x)}{\Delta x} \quad (2)$$

Formel 2: Verteilungsdichte [2, pp. 26-27]

Die folgende Abbildung 1 [5, p. 45] verhilft, ein besseres Verständnis des Zusammenhangs der Verteilungen zu bekommen.

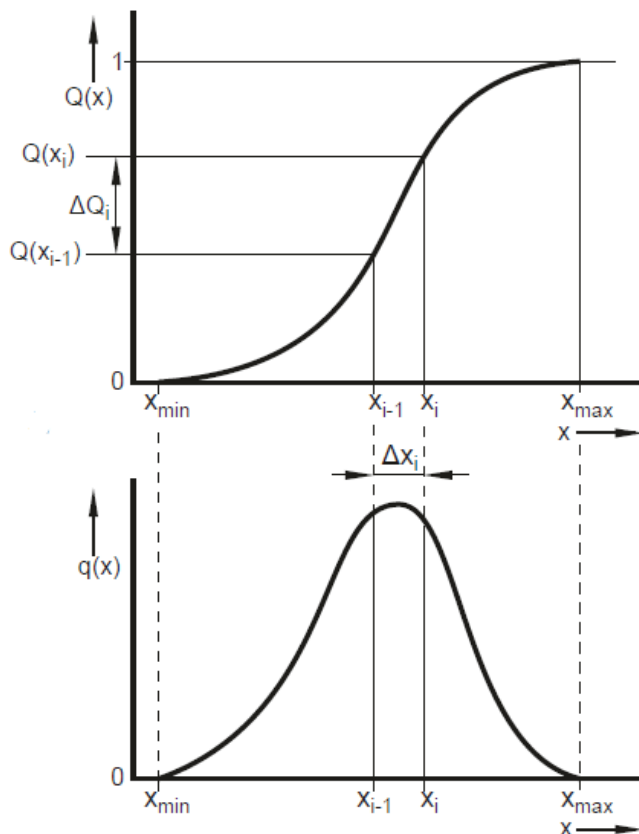


Abbildung 1: Zusammenhang der Verteilungssumme und der Verteilungsdichte [5, p. 45]

Mithilfe einer schematischen Darstellung der Verteilungen lässt sich der Zusammenhang anhand der Abbildung 1 [5, p. 45] beschreiben. Oberhalb ist die Verteilungssumme und unterhalb die Verteilungsdichte aufgetragen. Dabei lässt sich erkennen, dass ein steiler Anstieg in der Verteilungssummenkurve mit einem Maximum in der Verteilungsdichte einhergeht. Ist die Steigung der Verteilungssumme maximal groß, so entspricht das den Quotienten der maximal großen Klassenmenge dividiert durch die minimal große Klassenbreite. Dies lässt sich mit der Formel 2 mathematisch erläutern:

$$q_{max}(x) = \frac{\Delta Q_{max}(x)}{\Delta x_{min}} \quad (2)$$

2.3 Fehler bei der Partikelcharakterisierung

Bei der Partikelgrößenanalyse können sich mehrere Fehlerquellen verbergen, die die Auswertung der Partikelgrößenverteilung maßgeblich beeinflussen. Im ersten Schritt bedarf es einer repräsentativen Probennahme und anschließend einer Probenteilung, um einer möglichen Entmischung der Probe entgegenzuwirken. [4, pp. 1-2]

Identifiziert man die Schüttgüter als besonders fein, feucht oder klebrig, so muss bei der Analyse berücksichtigt werden, dass sich Agglomerate bilden können. [2, p. 163] Um Agglomerationen entgegenzuwirken, muss, wenn notwendig, ein separater Arbeitsschritt zur Dispergierung angewendet werden.

Außerdem spielt die Partikelform eine entscheidende Rolle. Spricht man von sphärischen Partikeln so geht man davon aus, dass sich der Körper einer Kugel ähnelt. [6, p. 186] Falls das nicht der Fall ist, muss dies bei der Wahl des Analyseverfahrens berücksichtigt werden. Auch die Probenmenge hat eine entscheidende Bedeutung, diese darf nicht zu groß, aber auch nicht zu klein gewählt werden. Zudem enthalten alle Analysegeräte eine gewisse Fehlertoleranz, auf welche bei der Auswertung geachtet werden muss. [4, p. 4]

Des Weiteren sollte eine Detektion von Überkorn durchgeführt werden, also eine geringe Menge, die wesentlich größer als die Partikelverteilung ist, welche die Messergebnisse, speziell im Falle einer prozentualen Massenverteilung, beeinflussen. [4, p. 5]

Auch die Darstellung und Interpretation der Partikelgrößenverteilungen spielt eine große Rolle. Denn die Histogramm-Balken durch eine Trendkurve zu verbinden, liefert keine genaue Dichteverteilung. Bei herkömmlichen Analysemethoden werden verhältnismäßig wenig Trennklassen gebildet, diese stellen die Wahl der Siebe da. Aus diesem Grund sollte die Dichteverteilung vermieden werden und stattdessen eine Summenverteilung verwendet werden. [4, pp. 5-6]

Bei der Partikelgrößenanalyse können unterschiedliche Mengenarten in Betracht gezogen werden. Um eine mögliche Fehlinterpretation der Verteilungen auszuschließen, ist wichtig zu wissen, um welche Mengenart es bei der jeweiligen Partikelanalyse geht.

Zuletzt sollte darauf geachtet werden, dass bei jeglichen Analysen stets dieselbe Herangehensweise angewandt wird. [4, pp. 6-7]

Im weiteren Verlauf dieser Arbeit wird auf die hier hingewiesenen potenziellen Fehlerquellen genauer eingegangen.

2.3.1 Probennahme und Probenteilung

Bei der Entnahme von Proben von inhomogenen Schüttgütern ist es wichtig sicherzustellen, dass die Eigenschaften der entnommenen Laborprobe die Gesamtmenge widerspiegeln. Die Durchführung einer repräsentativen Probennahme in Bezug auf die zu untersuchende Eigenschaft, gestaltet sich häufig schwierig, da sich die Partikel aufgrund ihrer Größe während des Transports und der Lagerung voneinander trennen können. Durch Vibrationen beim Transport können sich kleine Partikel am Boden absetzen, dies bezeichnet man als Segregation. [4, p. 1] Daher können ungewöhnliche Ergebnisse aus einer einzigen Probennahme resultieren. Um dem Effekt der Segregation entgegenzuwirken, ist es von Vorteil, mehrere Teilproben an verschiedenen Stellen zu entnehmen und diese zu mischen. Dieser Arbeitsschritt kann unter anderem durch spezielle Probennehmer verbessert werden. Die in dieser Arbeit genutzten Probennehmer setzt ein ruhendes Schüttgut voraus. Von einem ruhenden oder statischen Schüttgut spricht man, solange äußere Kräfte das Schüttgut nicht in Bewegung versetzt. [5, p. 12]

Um die zur Verfügung stehende Probe für die Messgeräte nutzbar zu machen, muss die Menge in den meisten Fällen verkleinert werden, ohne dabei die repräsentativen Eigenschaften zu verlieren. Einer der Hauptfehlerquellen ist eine fehlerhafte oder ausbleibende Probenteilung, insbesondere bei breit verteilten Schüttgütern. Teilproben mit unterschiedlicher Partikelzusammensetzung und schlechter Reproduzierbarkeit werden durch zufällige Probennahmen verursacht. Probenteiler können hierbei helfen. Wenn mehrere Teilproben analysiert werden, verbessern Probenteiler wie ein Riffelteiler (Abbildung 2) oder ein Rotationsprobenteiler (Abbildung 3) die Reproduzierbarkeit. [2, pp. 244-245]



Abbildung 2: Riffelteiler [7]

Die Abbildung 2 zeigt einen Riffelteiler, dieser dient in unterschiedlichen Branchen dazu, eine Probe in zwei etwa gleich große Teilproben aufzuteilen. Jeder dieser Teilproben entspricht einer repräsentativen Stichprobe der Gesamtprobe. Dabei wird die Gesamtprobe über die gesamte Querschnittsfläche eines Trichters aufgegeben. Die Schwerkraftbewegung der Partikel sorgt dafür, dass sich die Probe über eine gleichmäßig verteilte Riffelung in zwei separate Teilproben aufteilt. [2, p. 245]



Abbildung 3: Rotationsprobenteiler [7]

Als weiteres Gerät für eine repräsentativen Probenentteilung zählt der in Abbildung 3 dargestellte Rotationsprobenteiler. Über einen Trichter gelangt die Gesamtprobe auf eine geneigte Vibrationsrinne. Diese fördert die Gesamtprobe in einen rotierenden Behälter. Aufgrund der Rotation und der gleichmäßigen Förderung, wird die Gesamtprobe in acht gleich große Teilproben aufgeteilt. [2, p. 245]

2.3.2 Agglomerate und Dispergierung

Partikel, die aufgrund von mechanischen, thermischen oder chemischen Gründen miteinander verbunden sind, werden als Agglomerate bezeichnet. Unter Dispergierung versteht man das Trennen von aneinanderhaftenden Partikeln, so dass sie einzeln für die Messung zugänglich werden. Vorab muss geklärt werden, aus welchem Grund eine Agglomeration entsteht. Im Allgemeinen ist es erwünscht, diese Agglomerate vor der Messung aufzulösen. [4, p. 2]

Bei Trockenmessungen wird die Dispergierung üblicherweise durch einen Luftstrom erreicht. Bei der Auswahl des Luftstromdruckes sollte darauf geachtet werden, dass dieser nur so hoch wie nötig, gleichzeitig so gering wie möglich, gewählt wird. Ein zu hoher Druck und daraus resultierend eine zu hohe Strömungsgeschwindigkeit, kann zu feineren Ergebnissen führen, was auf eine Zerstörung der Einzelpartikel schließen lässt. [2, p. 241]

Wenn eine Agglomeration durch chemische oder thermische Einflüsse entstanden ist, kann eine Dispergierung möglicherweise durch Trocknung oder den Einsatz von Ultraschall erreicht werden. [2, p. 242]

2.3.3 Partikelform

Wie bereits in Kapitel 2.3 erwähnt, hat die Form der Einzelpartikel erheblichen Einfluss auf die Auswahl des Analyseverfahrens. Um die Form definieren zu können, nutzt man die Sphärizität, welche einen Wert zwischen 0 und 1 annehmen kann. Eine Kugel hat eine Sphärizität von 1, wohingegen ein langes und kantiges Partikel eine Sphärizität aufweist, die gegen 0 geht. [6, p. 186]

Für nicht sphärische Partikel können für die Größe, je nach Ausrichtung und Verfahren, unterschiedliche Ergebnisse ermittelt werden. Bei der Siebanalyse werden die Partikel so ausgerichtet, dass ihre kleinste Projektionsfläche durch die kleinstmögliche Maschenöffnung passt. Folglich tendiert die Siebanalyse dazu, die Partikelbreite zu bestimmen. Bildgebende Verfahren erlauben unterschiedliche Größendefinitionen. Dabei können z. B. Längen- und Breitenverteilungen getrennt angegeben werden. [4, p. 3]

Bei der dynamischen Bildanalyse erfasst eine Hochgeschwindigkeitskamera mehrere hundert Partikel und bestimmt durch Algorithmen die Größe und Form eines einzelnen Partikels. Dabei werden binnen Sekunden mehrere Tausend Bilder aufgenommen. [6, p. 196] Die Programmierung der Analysesoftware ermöglicht es, zwischen unterschiedlichen Feinheitsmerkmalen zu variieren. Dadurch kann die Projektionsfläche als Feinheitsmerkmal gewählt werden und daraus eine Verteilung generieren. Es kann aber auch als Äquivalenzdurchmesser angenommen werden und somit ideal kugelförmige Partikel widerspiegeln. Im Gegensatz zur starren Bildanalyse, ist die Partikelform nicht exakt bestimmbar. Darüber hinaus wertet die dynamische Bildanalyse Signale von Partikelkollektiven aus. Die Software errechnet also indirekt die Größenverteilung. [8]

Verschiedene Verfahren liefern aufgrund der oben genannten Aspekte unterschiedliche Ergebnisse. Während sich die dynamische Bildanalyse und Siebanalyse nur schwer korrelieren lassen, liegen die Ergebnisse von Siebanalyse und starren Bildanalysen oft näher beieinander, da beide die Partikelbreite erfassen können. [4, p. 4]

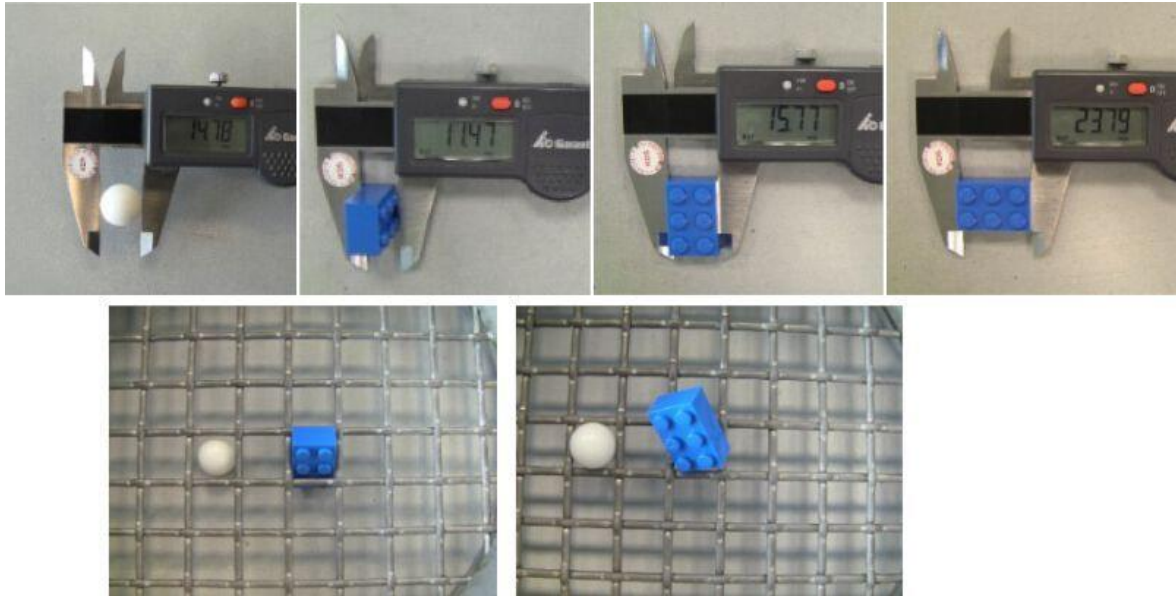


Abbildung 4: Partikelform [4]

Die Abbildung 4 spiegelt das Problem der Größendefinition wider. Wird eine Kugel als Partikel betrachtet, so spielt es keine Rolle an welcher Stelle man die Länge misst, sie zeigt stets dasselbe Maß an. Bei einem Klemmbaustein hingegen kann die Länge und daraus folgend die Größe, abhängig vom Messverfahren unterschiedlich groß sein. [4, p. 3]

Letztendlich ist es nur möglich, eine genaue Aussage bezüglich der Größe eines Partikels zu treffen für Partikel, welche eine Sphärizität von 1 besitzen.

2.3.4 Probenmenge

Zu viel oder zu wenig Probenmaterial kann das Messergebnis beeinträchtigen. Bei der dynamischen Bildanalyse kann eine zu hohe Konzentration an Partikeln zu Projektionsfehlern führen, während das prozentuale Verhältnis bei zu geringer Probenmenge ebenfalls zu Fehlanalysen resultieren kann. [4, p. 4] Die Empfehlungen der Hersteller dienen als Orientierungshilfe, müssen jedoch überprüft und getestet werden. Unter idealen Bedingungen werden genügend Partikel innerhalb weniger Minuten detektiert, um ein konsistentes Messergebnis zu erzielen.

Es besteht im Allgemeinen kein Risiko, zu viel Probenmaterial bei der starren Bildanalyse zu verwenden. Allerdings muss gewährleistet werden, dass das Messinstrument die

unterschiedlichen Partikel erkennt. Bei zu wenig Material hingegen können aufgrund der geringen Anzahl der gefundenen Partikel die Ergebnisse unzuverlässig und nicht reproduzierbar sein. Es ist schwierig, allgemeingültige Empfehlungen für die Probenmenge zu geben, da die benötigte Anzahl an Detektionen von der Größe und Verteilung der Partikel abhängt. Analysewiederholungen, bei denen die Grenzbereiche der Verteilung berücksichtigt werden, sind durchzuführen. [4, p. 4]

Bei der Siebanalyse zeigt sich der Einfluss der Probenmenge am deutlichsten. Es ist üblich, dass die Siebe überladen werden. Wenn zu viel Probenmaterial verwendet wird, können sich Partikel in den Maschen der Siebe festsetzen und diese blockieren, was dazu führt, dass Partikel nicht weiter gesiebt werden können. Die gemessene Partikelgrößenverteilung wird ungenau. Die Menge der Proben, die bei der Siebanalyse verwendet wird, muss an die Größe der Partikel, die verwendeten Siebe und die Dichte angepasst werden. In der Regel führt die Verwendung einer festgelegten Masse zu Fehlanalysen, da diese zu groß oder zu gering gewählt wurde. Eine repräsentative Probenteilung kann in keinem Fall durch das Abwiegen einer festen Masse gewährleistet werden. [4, p. 4]

2.3.5 Toleranzen von Mess- und Analysegeräten

Bei der Auswertung der Messergebnisse müssen systematische Unsicherheiten und Toleranzen bei jedem Messgerät berücksichtigt werden. Dies soll durch das Beispiel der Siebanalyse demonstriert werden.

Die Norm DIN ISO 3310-1 gilt für die Analysesiebe aus Drahtgewebe. [2, p. 164] Die Prüfung der tatsächlichen Maschenweite durch optische Verfahren wird durch diese Norm festgelegt. Vor der Auslieferung wird jedes Sieb inspiziert und eine festgelegte Anzahl an Maschen vermessen. Es ist erforderlich, dass der Mittelwert der realen Maschenweite im Rahmen der festgelegten Toleranzen liegt. [4, p. 5] Der Durchschnittswert für ein Sieb mit einer Maschenweite von 63 μm muss zwischen 61,315 und 64,685 μm liegen. [9, pp. 2, Tabelle 1]

Daher kann ein normgerechtes Sieb zwischen diesen Grenzen eine mittlere Öffnungsweite aufweisen. Demzufolge ist die Aussage, dass alle Partikel, die auf dem 63 μm Sieb liegen, ein Feinheitsmerkmal von mehr als 63 μm aufweisen, falsch. Zusätzlich muss dabei die

Geometrie der Maschen berücksichtigt werden. Quadratische Maschen besitzen eine andere mittlere Maschenweite als runde Maschen.

2.3.6 Mengenarten

„Die Methode, mit der die Menge der Partikel in einem Größenintervall gemessen wird, bestimmt die Mengenart“ [2, p. 29] Dabei kann es sich um die Mengenart Anzahl, Fläche, Volumen oder Masse handeln. Die aus den Partikelanalysen resultierenden Ergebnisse werden üblicherweise in Prozent angegeben, entweder als Prozent pro Größenintervall oder Anteil größer bzw. kleiner als eine bestimmte Größe. Diese Größe wird graphisch auf der Abszisse aufgetragen. [4, p. 6]

Um nachvollziehen zu können, um welche Mengenart es sich handelt, nutzt man den Index r . Dabei kann r einen Wert zwischen 0 und 3 annehmen, siehe Tabelle 2. [2, p. 29]

Tabelle 2: Mengenarten [2, p. 29]

Index r	Mengenart
0	Anzahl
2	Fläche
3	Volumen
3*	Masse

Welche Verteilungsart vorliegt, hängt wiederum von dem verwendeten Messsystem ab. Partikelgrößenanalysen, welche beispielhaft durch ein Mikroskop durchgeführt werden, bezeichnet man als Zählverfahren. In dieser Methode werden Partikel einem Größenintervall zugeordnet und gezählt, es handelt sich hierbei um die Mengenart „Anzahl“.

Mit Bildauswertemethoden lassen sich Projektionsflächen einem Größenintervall zuordnen. Die anschließende Auswertung ergibt eine Flächenverteilung.

Ein Beispiel für die Massenverteilung sind Siebanalysen. In diesen werden die Gewichte der Rückstände, welche auf den Sieben verbleiben, gewogen und einer Größe zugeordnet. Bei identischen Partikeldichten lassen sich eine Masse- und Volumenverteilung gleichstellen.

Um eine Vergleichbarkeit herzustellen, lassen sich die Verteilung einer Zählmethode in den jeweiligen anderen Mengenarten umrechnen. Dafür muss die Form der Partikel bekannt sein, andernfalls sind Annahme zu treffen [2, p. 29]

2.4 Erläuterung der Siebturm- und Luftstrahlsiebverfahren

In dieser Bachelorarbeit werden die mechanischen Partikelgrößenanalysen mittels Luftstrahlsieb und einem Vibrationssiebturm ermittelt.

Bei der Siebanalyse wird eine bestimmte Menge des zu untersuchenden Materials durch verschiedene Siebe getrennt und die jeweiligen Gewichtsverhältnisse bestimmt. Wie in Kapitel 2.3.6 erwähnt, wird hier die Mengengröße „Masse“ in Betracht gezogen. [2, p. 29] Diese Gewichtsverhältnisse können ziemlich genau bestimmt werden. Eine der Herausforderungen dieser Methode ist die Bestimmung der exakten Trennklassen während des Siebvorganges.

Allgemein gilt für Siebanalysen eine konkrete Herangehensweise, welche in der DIN 66165-1 beschrieben wird. Die ergänzende Norm DIN 66165-2 erschien wenige Jahre später und vervollständigt somit die vorherige Norm. In diesen Regelwerken wird unter anderem auf die richtige Wahl der Siebe hingewiesen. Zitat: *„Der Rückstand auf dem Sieb mit der größten Öffnungsweite muss etwa 5 % der Aufgabenmenge und der Durchgang das Sieb mit der kleinsten Öffnungsweite muss ebenfalls etwa 5 % betragen. Bei den Zwischensieben sollten möglichst gleiche Anteile, höchstens jedoch 25 % der Aufgabenmenge in jeder Partikelgrößenklasse anfallen.“* [10, p. 10]

Die Siebanalyse kann entweder mit einzelnen Sieben oder mit einem Satz von Sieben durchgeführt werden, entweder manuell oder automatisch. Die Bewegung der Partikel durch die Siebe wird dabei durch verschiedene Faktoren wie Trägheit, Schwerkraft, Vibration und Strömung verursacht. [2, p. 162]

Aufgrund der horizontalen und vertikalen Kräfte, die auf die Partikel wirken, ist es wahrscheinlich, dass sich die Partikel aufrichten und die Siebmaschen passieren. Die kleinste Partikelgröße, die zuverlässig durch ein Sieb durchfallen kann, wird dabei als Feinheitmerkmal bezeichnet und entspricht der Maschenweite. [2, p. 162]

2.5 Beschreibung der dynamischen Bildanalyse

Die dynamische Bildanalyse ist ein Verfahren zur Partikelcharakterisierung von Schüttgütern. Sie ermöglicht es, eine große Anzahl von Partikeln in Echtzeit zu analysieren. Bei der dynamischen Bildanalyse wird ein Partikelstrom von einer oder mehreren Hochgeschwindigkeitskameras erfasst, während die Partikel durch einen Messbereich hindurchfallen. Durch die Bildaufnahme von bewegten Partikeln können verschiedene Parameter wie die Partikelform und unterschiedliche charakteristische Längen bestimmt werden. Die bestimmten Parameter dienen im Anschluss zur Erstellung von Verteilungskurven und können dabei vor allem zur Qualitätskontrolle dienen. [2, p. 177]

Die optische Partikelgrößenanalyse ermöglicht eine flexible Definition des Feinheitsmerkmals, da sie nicht auf eine charakteristische Länge beschränkt ist. Stattdessen können verschiedene Merkmale wie die Projektionsfläche eines Partikels, der Umfang oder der Feret-Durchmesser bestimmt werden.

Für die Vergleichbarkeit mit anderen Analyseverfahren konzentriert sich diese wissenschaftliche Arbeit im Bereich der optischen Partikelgrößenanalyse auf den Feret-Durchmesser der projizierten Partikel. [2, p. 177]

Eine weitere Methode der Partikelcharakterisierung mithilfe einer dynamischen Bildanalyse ist die Abschattungsmethode. Bei dieser wirft eine Lichtquelle den Schatten der Partikel auf eine Matrix und bestimmt somit die Partikelgröße. Im Zuge dessen wertet eine Software die Daten aus und generiert damit Verteilungskurven. [8]

3 Ist-Zustand bei der Tietjen Verfahrenstechnik GmbH

Um eine bestmögliche Effizienz von verfahrenstechnischen Anlagen zu gewährleisten, bedarf es einer stetigen Qualitätskontrolle. Einer dieser Kontrollen ist, die zerkleinerten Schüttgüter zu charakterisieren. Dazu nutzt Tietjen unterschiedliche Analyseverfahren. Dabei handelt es sich zum einen um einen Vibrationssiebturm AS 200 basic der Firma Retsch GmbH und zum anderen um ein Luftstrahlsieb KLS 200 der Firma Koller GmbH. Diese Analyseverfahren sind mechanische Methoden, Partikel zu charakterisieren.

Um wettbewerbsfähig zu bleiben, forscht und entwickelt Tietjen an neuen Verfahren. Eine dieser Neuentwicklungen ist der OPC. Der OPC ist in der Lage, Qualitätskontrollen im laufenden Prozess durchzuführen.

Da es sich bei den zu analysierenden Schüttgütern um zwei unterschiedliche Rezepturen handelt, ist es sinnvoll, diese klar zuzuordnen. Die Rezeptur 1 bezieht sich auf das Katzenfutter und die Rezeptur 2 auf das Hundefutter.

3.1 Aufnahme des Ist-Zustandes der aktuellen Analysepraxis in der Tietjen Verfahrenstechnik GmbH

Im ersten Schritt werden die Schüttgüter mittels Vibrationssiebturm und Luftstrahlsieb analysiert. Dabei wird explizit darauf geachtet, den gängigen Ablauf beizubehalten.

Die Schüttgüter wurden in jeweils zwei 100 l Probenbeutel über den Landweg angeliefert. Diese waren zu etwa 1/3 mit dem Material gefüllt, was ein Gewicht von ca. 15-20 kg pro Probenbeutel entspricht.

Um einen immer gleichbleibenden Ablauf zu gewährleisten, wurde von einem Mitarbeiter ein Plan erstellt, wie die Siebturm- und Luftstrahlsiebanalysen durchzuführen sind, siehe Anhang. Dieser Plan gibt für die Analyse mittels Siebturm vor, dass bei Schüttdichten > 500 g/l eine Aufgabemasse von ca. 100 g gewählt werden muss. Bei Schüttdichten < 500 g/l halbiert sich die Aufgabemasse auf 50 g.

Demzufolge wurden zunächst die Dichten der Schüttgüter ermittelt. Mithilfe eines 1-l-Messbechers wurde eine Probe aus dem Probensack entnommen und gewogen. Die

dafür genutzte Waage weist eine Ablesegenauigkeit von 0,01 g vor, dabei beträgt die Linearität $\pm 0,03$ g, was eine maximale Gewichtabweichung von 0,06 g entspricht. [11]

Dieses Vorgehen wurde dreimal je Rezeptur wiederholt. Aus den Ergebnissen wurde ein Mittelwert gebildet, welcher als Schüttdichte der jeweiligen Rezeptur dient.

Um die Schüttdichte der jeweiligen Rezepturen zu bilden, dient folgende Formel 3:

$$\rho_s = \frac{\text{Masse}}{\text{Volumen}} = \frac{m}{V} \quad (3)$$

Formel 3: Schüttdichte

Mithilfe der Formel 3 ergaben sich entsprechende mittlere Schüttdichten, welche der Tabelle 3 zu entnehmen sind.

Tabelle 3: Ermittlung der mittleren Schüttdichte, Tietjen

Tietjen Verfahrenstechnik GmbH						
Teilprobe	Rezeptur 1			Rezeptur 2		
	Schüttdichte ρ_s			Schüttdichte ρ_s		
	[g/dm ³]	[g/ml]	[g/ μ m ³]	[g/dm ³]	[g/ml]	[g/ μ m ³]
1	556,1	0,5561	5,561E-13	583,8	0,5838	5,838E-13
2	568,3	0,5683	5,683E-13	595,2	0,5952	5,952E-13
3	559,1	0,5591	5,591E-13	580,9	0,5809	5,809E-13
mittlere Schüttdichte ρ_{mittel}	561	0,561	5,61E-13	587	0,587	5,87E-13

Die oben genannten Abweichungen der Waage wurden bei der Auswertung berücksichtigt. In den Spalten 3, 4, 6 und 7 sind Umrechnungen in eine andere Maßeinheit durchgeführt worden, diese dienen im weiteren Verlauf zur Errechnung relevanter Parameter.

Für die mittleren Schüttdichten ergaben sich somit:

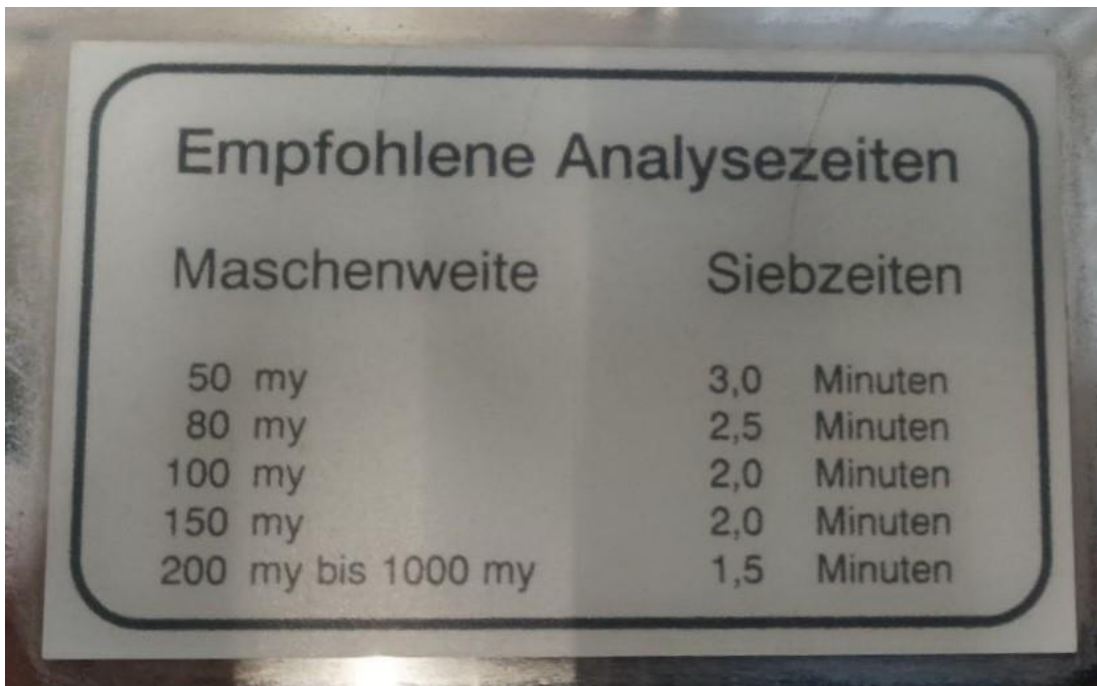
$$\rho_{mittel,1 \text{ Tietjen}} = 561 \frac{\text{g}}{\text{dm}^3} = 561 \frac{\text{g}}{\text{l}} \text{ und } \rho_{mittel,2 \text{ Tietjen}} = 586 \frac{\text{g}}{\text{dm}^3} = 586 \frac{\text{g}}{\text{l}}.$$

Trotz der Ergebnisse, die größer 500 g/l betragen, wurde als Aufgabemasse der Siebturmanalysen 50 g gewählt. Diese Entscheidung wurde getroffen, um eine Überladung der Siebe zu vermeiden.

Die Wahl der Siebe erfolgt entsprechend des zu erwarteten Kornspektrums, welche durch jahrelange Erfahrung begründet ist. Zusätzlich ist bekannt, dass das Material mit

1-mm-Sieben vermahlen wurde, was dazu führte, als größtes Analysesieb ein 1 mm Sieb zu wählen. Als Siebzeit wird bei Tietjen üblicherweise 10 Minuten angesetzt.

Bei Luftstrahlsiebanalysen gibt der Ablaufplan für die Aufgabemasse ca. 10 g vor, diese ist unabhängig von der Schüttdichte der Probe, siehe Anhang. Im Gegensatz zu der Siebturmanalyse variieren die Siebzeiten, diese sind abhängig vom genutzten Sieb und beziehen sich auf die Siebmaschenweite. Dabei richten sich die Siebzeiten an die Empfehlung des Herstellers und sind der folgenden Abbildung 5 zu entnehmen.



Maschenweite	Siebzeiten
50 my	3,0 Minuten
80 my	2,5 Minuten
100 my	2,0 Minuten
150 my	2,0 Minuten
200 my bis 1000 my	1,5 Minuten

Abbildung 5: Siebzeiten für die Luftstrahlsiebanalyse, Tietjen

Somit sind die in der Abbildung 5 aufgelisteten Siebzeiten zu beachten und einzuhalten. Für Produkte, die sich nur schwer sieben lassen, können Versuchsanalysen mit alternativen Siebzeiten durchgeführt werden, welche jedoch erläutert und dokumentiert werden müssen. Die Siebauswahl gestaltet sich hierbei identisch wie die der Siebturmanalyse. Zusätzlich muss ein Unterdruck zum Absaugen der Partikel eingestellt werden. Dieser beläuft sich stets bei 8000 Pa, welcher aufgrund von jahrelanger Erfahrung festgelegt wurde.

3.1.1 Versuch 1, Durchführung der Siebturmanalyse bei Tietjen

Wie bereits in Kapitel 3 erwähnt, nutzt Tietjen die Siebturmeinheit AS 200 basic der Firma Retch GmbH. Zudem wurden die folgenden, zur Verfügung stehenden Siebe für die Versuche genutzt:

Tabelle 4: Siebmaschenweiten, Tietjen

Siebmaschenweite in μm
1400
1000
710
500
355
250
160
100
63

Die Auflistung der verwendeten Siebe ist der Tabelle 4 zu entnehmen. Bei den Sieben handelt es sich um gewebte Drahtsiebe mit einer quadratischen Maschengemetrie.

Der Aufbau der Analyse mittels Siebturm wird in Abbildung 6 dargestellt.



Abbildung 6: Vibrationssiebturm AS 200 basic, Tietjen

Bei der Siebturmanalyse werden die Siebe der Größe nach aufeinander gesteckt und in die Analyseeinheit aufgestellt, wobei sich das Sieb mit der größten Maschenweite oben und das Sieb mit der kleinsten Maschenweite unten befindet. Unterhalb des feinsten Siebes wird ein geschlossener Boden eingesetzt, um Feinstpartikel aufzufangen. Im Anschluss wird die Probe auf das oberste Sieb aufgetragen. Um die Analyse starten zu können Bedarf es einiger Voreinstellungen. Zum einen die Siebdauer, welche in diesem Fall 10 min beträgt, und zum anderen die Amplitude, die je höher sie eingestellt wird, zu intensiveren Vibrationen führt. Der Regler zur Einstellung der Amplitude befindet sich an der Vorderseite der Analyseeinheit. Um horizontale und vertikale Bewegungen der Partikel zu erreichen, welche in diesem Versuch gewollt sind, muss die Amplitude so hoch eingestellt werden, dass sich die beiden Linien am Teller der Siebturmeinheit in der Mitte treffen. Dieses Vorgehen muss nach dem Start der Analyse erfolgen und schnellstmöglich umgesetzt werden. Die Einstellungen erfolgen aufgrund von Erfahrungen der Firma Tietjen.

Bevor die Analyse starten kann, muss der Siebturm zunächst mit zwei Muttern befestigt werden. Der Versuch ist nach Ablauf der Siebdauer beendet und muss dann dokumentiert werden.

Das Aufzeichnen der Ergebnisse erfolgt durch ein Abwiegen der Rückstände auf den Sieben.

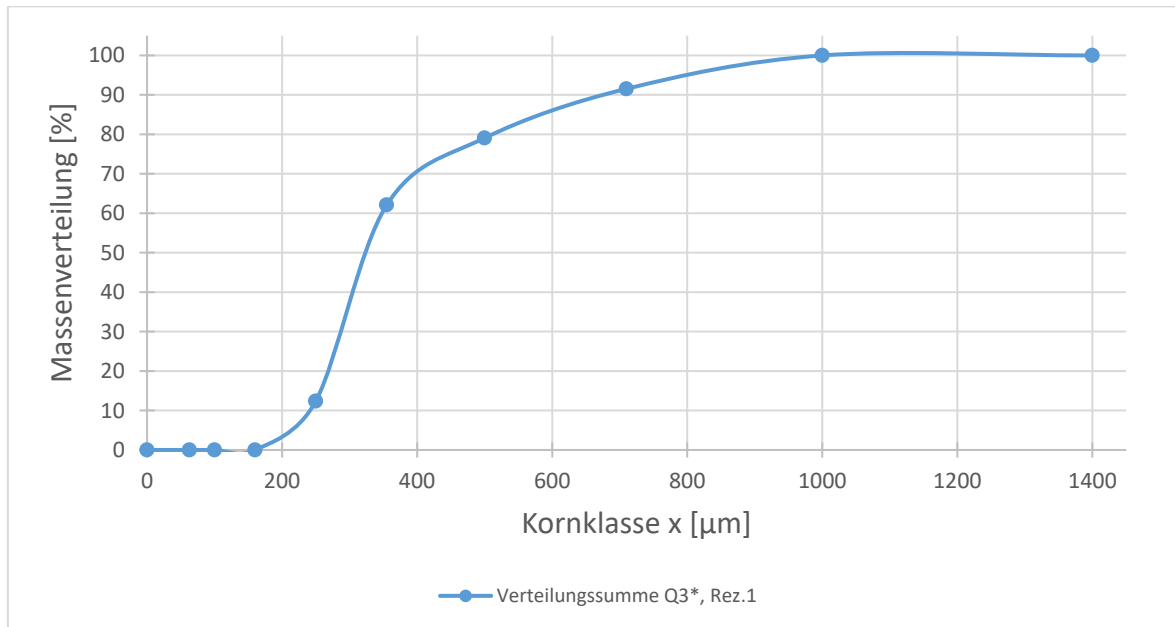


Abbildung 7: Verteilungssumme der Siebturmanalyse mit 52,09 g

Das Ergebnis des ersten Versuches ist in Form einer Summenverteilung graphisch dargestellt und der Abbildung 7 zu entnehmen. Für diese Analyse wurden 52,56 g dem Proben-sack der Rezeptur 1 mittels Löffel entnommen und dem Siebturm aufgegeben. Vorab wurde die Gesamtprobe im Probensack händisch durchmischt. Die Rückstände der Siebe wurden aufsummiert und prozentual auf der Ordinate aufgetragen. Auf der Abszisse sind aufsteigend die Kornklassen aufgetragen, welche den Siebmaschenweiten entsprechen. Als zufälliger Fehler ist die Differenz der Aufgabenmenge zur Analysemenge zu erwähnen, allerdings mit 0,01 % zu vernachlässigen. Dieser kann bei dem Abwiegen der Rückstände aber auch beim Trennen der Siebe entstehen.

Nach dem ersten Versuch wurden zunächst keine weiteren Siebturmanalysen durchgeführt. Auf den Grund für diese Entscheidung wird in Kapitel 3.1.3 genauer eingegangen.

3.1.2 Versuch 2, Durchführung der Luftstrahlsiebanalyse bei Tietjen

Als zweite mechanische Analyse zur Partikelcharakterisierung nutzt Tietjen das in Kapitel 3 erwähnte Luftstrahlsieb KLS 200. Die verwendeten Siebe entsprechen denen der Siebturmanalyse und sind der Tabelle 4 zu entnehmen.



Abbildung 8: Luftstrahlsieb KLS 200, Tietjen

Die Abbildung 8 zeigt das von Tietjen für die Versuche genutzte Luftstrahlsieb. Auf dem oberen Teil der Analyseeinheit befindet sich auf der linken Seite ein Regler zum Einstellen des Unterdrucks. Dieser kann auf dem darunter liegenden Manometer in mbar abgelesen werden. Die Regelung für die Siebdauer erfolgt über eine Zeitschaltuhr, welche sich auf der rechten Seite befindet. Der grüne Druckknopf startet und der rote Druckknopf stoppt die Analyse.

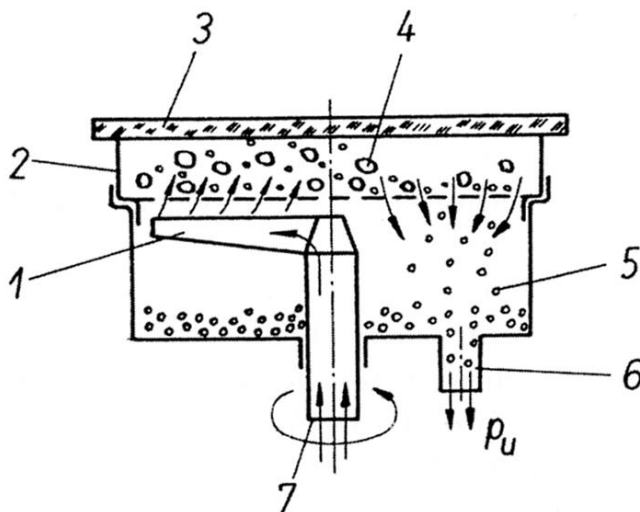


Abbildung 9: Schematische Darstellung eines Luftstrahlsiebs [3]

In der Abbildung 9 wird das Analyseprinzip eines Luftstrahlsiebs schematisch dargestellt. Die Siebung erfolgt anders als bei einem Vibrationssiebturm nicht durch Vibrationen, sondern wird durch einen Unterdruck erzeugt. Um diesen zu erhalten, saugt ein Staubsauger Luft ab, welcher an Position 6 angeschlossen ist. Die abgezogene Luft strömt an Position 7 über eine rotierende Schlitzdüse (Pos. 1) in das System ein. Aufgrund der Reduzierung des Strömungsquerschnitts verringert sich der Druck. Mithilfe eines Acrylglasdeckels (Pos. 3) wird das Luftstrahlsieb abgedichtet. Der durch die Schlitzdüse reduzierte Druck sorgt dafür, dass das Grobgut als Rückstand (Pos. 4) auf dem Analysesieb (Pos. 2) zurückbleibt und das Feingut als Siebdurchgang (Pos. 5) abgezogen wird. Zusätzlich dient die Düse aufgrund der Rotation dazu, dass die Analyseprobe in ständiger Bewegung bleibt. [3]

Für die Luftstrahlsiebanalyse wurden ca. 10 g der zu analysierenden Proben abgewogen. Es wurden jeweils zwei Analysen der Rezeptur 1 und der Rezeptur 2 durchgeführt.

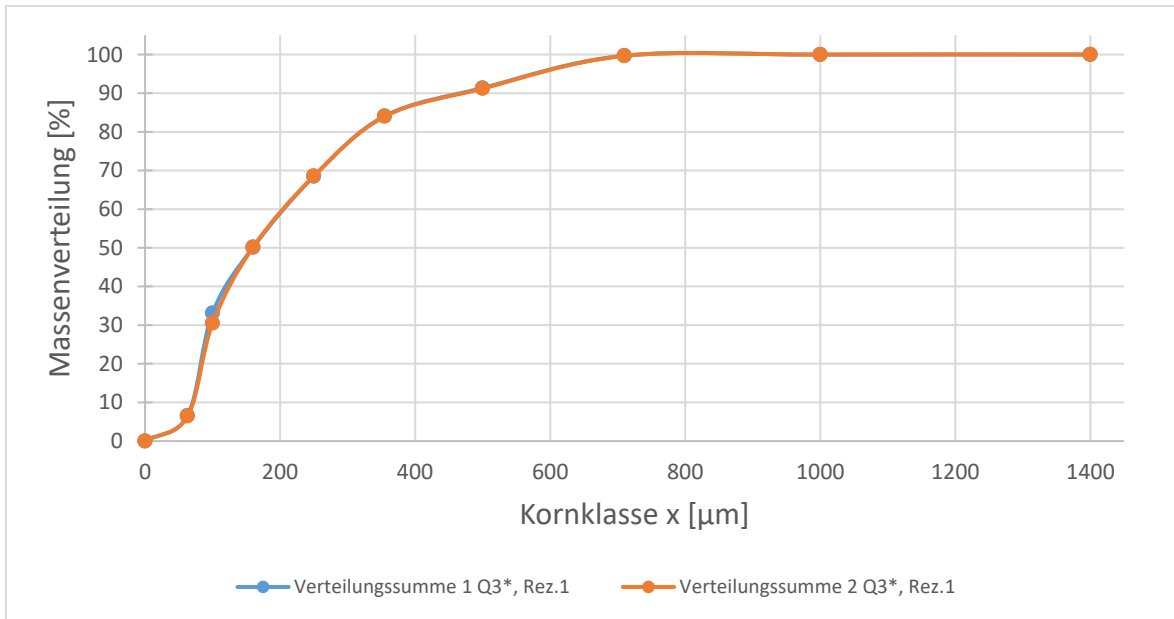


Abbildung 10: Verteilungssumme der Luftstrahlsiebanalyse, Rezeptur1 Tietjen

In der Abbildung 10 sind zwei Verteilungssummen der Luftstrahlsiebanalyse graphisch dargestellt. Beide Analysen wurden mit ca. 10 g der Rezeptur 1 durchgeführt. Diese Kurven verlaufen nahezu identisch, sodass sich Messfehler ausschließen lassen.

Auf der Ordinate sind die Prozente und auf der Abszisse die Kornklassen in Mikrometer, der Verteilung aufgetragen. Die Graphen zeigen, dass die Einzelpartikel der Rezeptur 1 zu etwa 100 % kleiner als 710 µm groß sind. 50 % der Partikel sind kleiner als 160 µm, dieser Wert wird als Median der Partikelverteilung beschrieben.

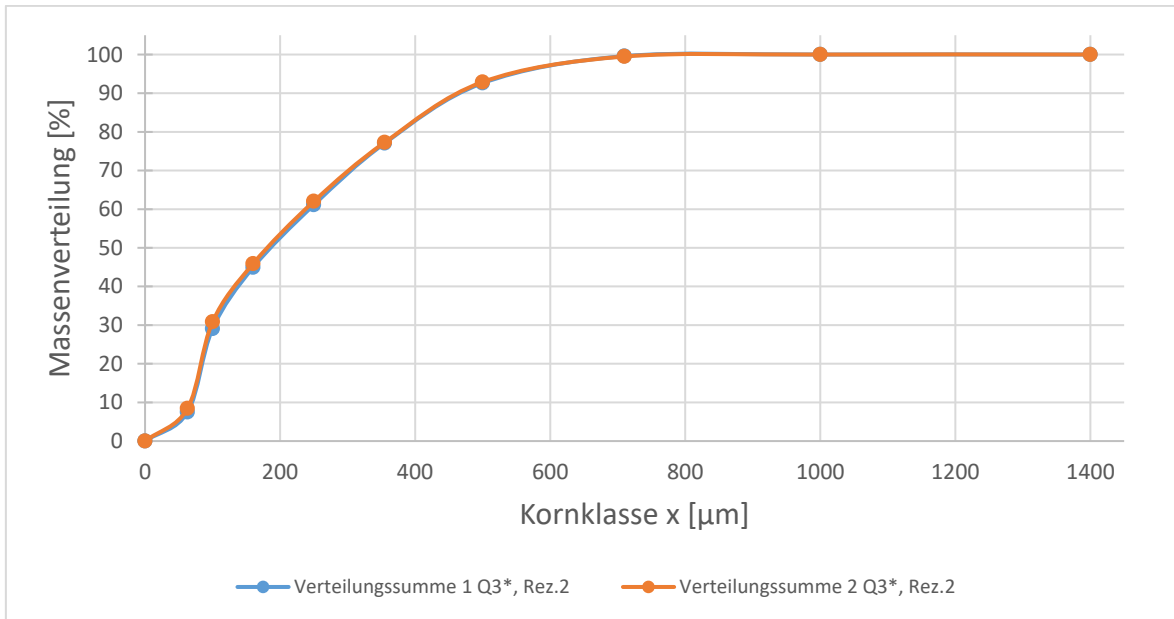


Abbildung 11: Verteilungssumme der Luftstrahlsiebanalyse, Rezeptur2 Tietjen

Die Abbildung 11 lässt eine ähnliche Interpretation der Kurven zu. Auch hier verlaufen die Verteilungssummen ähnlich, sodass sich ein Fehler bei der Auswertung der Versuche ausschließen lässt. Die Aufgabemasse beträgt für beide Analysen jeweils ca. 10 g. Den Graphen ist zu entnehmen, dass sich nur Partikel, welche kleiner als 710 µm groß sind, in der Rezeptur 2 befinden. Der Median liegt bei etwa 200 µm.

3.1.3 Verifizierung der Ergebnisse und Schätzung der Partikeleigenschaften

Die Tatsache, dass die Futtermittelvermahlung mit einer Sieblochung von 1 mm durchgeführt wurde, spiegelt den Verlauf der Verteilungssummen der vorherigen Analysen aus Versuch 3.1.1 und 3.1.2 wider. Aus Erfahrungen der Tietjen Verfahrenstechnik GmbH scheint es so, als würde die Sieblochung der Vermahlungssiebe die maximale Kornklasse bestimmen. Dem Grundlagen der Partikelcharakterisierung ist zu entnehmen, dass die Größe eines Partikels davon abhängig ist, wie man diese analysiert und interpretiert. Im weiteren Verlauf dieser Bachelorarbeit wird auf diese Tatsache genauer eingegangen.

Die Analyse mittels Vibrationssiebturm lässt vermuten, dass sich fettreiche disperse Schüttgüter nur schwer mechanisch analysieren lassen. Diese Vermutung basiert auf optischer Wahrnehmung der Siebrückstände. Die Referenzanalysen an der HAW Hamburg sollen im weiteren Verlauf dieser Vermutung nachgehen.

Der Median beschreibt das durchschnittliche Kornspektrum des Schüttgutes, je größer das Spektrum ist, desto gröber ist das gesamte Schüttgut. Da sich der Median der Siebturmanalyse bei ca. 320 μm befindet und alle Partikel größer 160 μm sein sollen, bestätigt es diese Vermutung (Abbildung 7). Die Probe agglomeriert beim Sieben und setzt daraufhin die Siebmaschen zu, sodass kein weiteres Sieben möglich ist. Aus diesem Grund wurden keine weiteren Versuche am Siebturm durchgeführt.

Feuchte oder fettreiche Schüttgüter neigen schnell zu hoher Agglomeration. Um dieser entgegenzuwirken, müssen die Agglomerate aufgelöst werden. [2, p. 163] Eine Methode ist es, einen erzeugten Luftstrom zu generieren, um das Schüttgut zu dispergieren. Die Methode wird bei der Luftstrahlsiebanalyse angewandt. [2, pp. 165-166]

Vergleicht man die Summenverteilungen der beiden Analyseverfahren, so bestätigt es, dass diese Methode das Kornspektrum besser abbildet, siehe Abbildung 12.

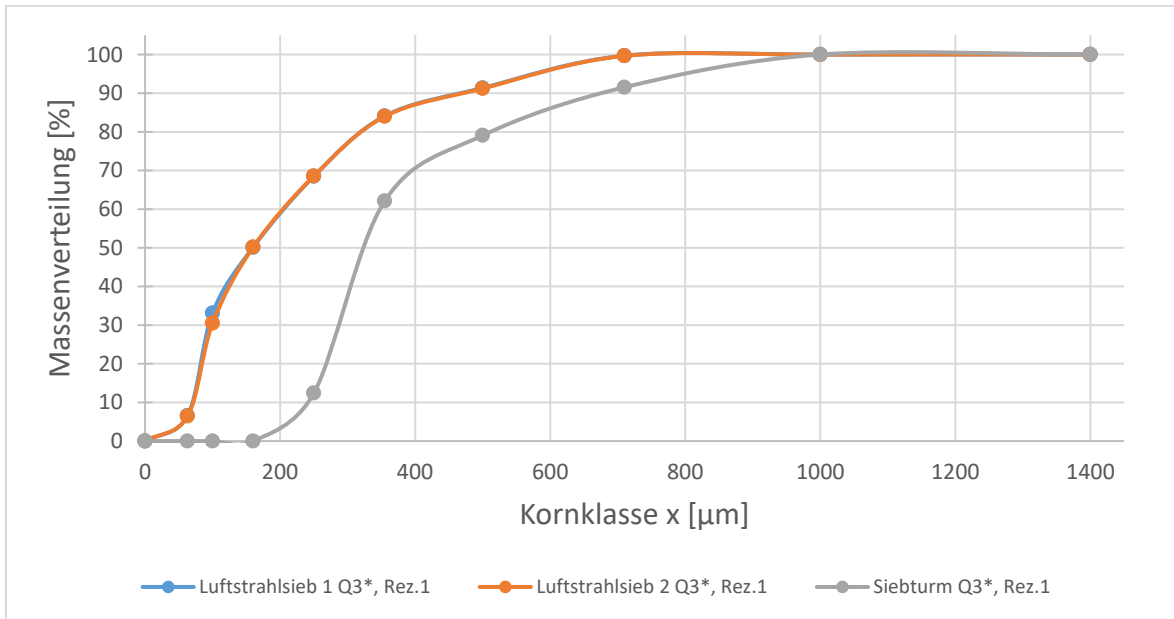


Abbildung 12: Vergleich der Siebturm- und Luftstrahlsiebanalyse, Tietjen

Die Abbildung 12 stellt den Vergleich der Siebturm- und Luftstrahlanalyse graphisch da. Es lässt sich eindeutig ein erhöhter Feinanteil den Graphen der Luftstrahlsiebanalysen (blaue und orangene Kurve) gegenüber der Siebturmanalyse (graue Kurve) entnehmen. Somit bestätigt sich die oben genannte Methode zur Dispergierung der Probe.

Um eine Reproduzierbarkeit und Validierung der Messergebnisse gewährleisten zu können, bedarf es Referenzanalysen, welche im Labor der HAW Hamburg in Bergedorf durchgeführt wurden.

4 Referenzanalysen an der HAW Hamburg

Durch die Bereitstellung des Versuchslabors an der HAW Hamburg war es möglich, Referenzanalysen durchzuführen und somit die Analysen bei Tietjen zu überprüfen und zu validieren. Das HAW-Labor umfasst verschiedene Analyseeinheiten, darunter mechanische und optische Geräte zur Partikelcharakterisierung. Im Rahmen dieser Bachelorarbeit kamen folgende Verfahren zum Einsatz: ein Vibrationssiebturm, ein Luftstrahlsieb, ein Digitalmikroskop und ein Laserbeugungsspektrometer.

Zusätzlich konnten mithilfe von unterschiedlichen Proben Teilern und einem Probennehmer gewährleistet werden, dass die Analyseproben repräsentativ sind.

Die Probennahme, die Probenteilung und das Analyseverfahren wurden für die Rezepturen 1 und 2 identisch durchgeführt, weshalb die nachfolgende Beschreibung für beide Rezepturen gleichermaßen gilt. Das Vorgehen wird anhand der Rezeptur 1 erläutert.

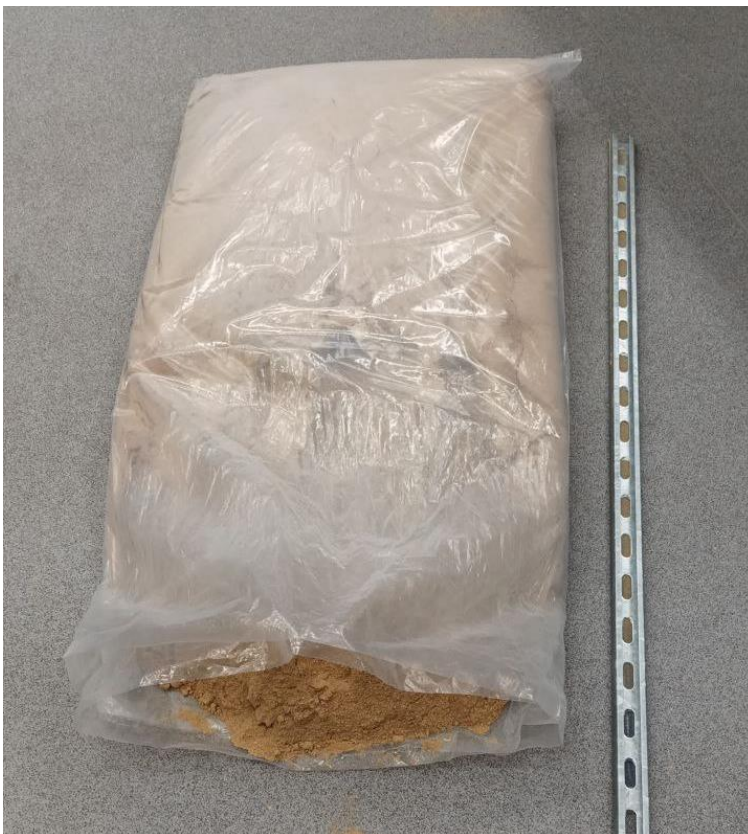


Abbildung 13: 100 l Probensack der Rezeptur 1 + Probennehmer

Vorab wurde das Material im Probenbeutel homogenisiert und breit auf den Boden gelegt (Abbildung 13). Mithilfe eines 2m langem U-Profils wurden sechs Teilproben aus dem Probensack entnommen. Dies geschah an sechs unterschiedlichen Stellen am gesamten Querschnitt und über die Länge des Beutels. Die Teilproben sind im Anschluss zu einer Gesamtmischprobe vereint worden. Dieses Vorgehen wurde für beide Rezepturen jeweils dreimal durchgeführt, wodurch insgesamt sechs in etwa gleich große Mischproben entstanden. Im Anschluss wurde eine Schüttdichteermittlung durchgeführt, welche in Tabelle 5 dargestellt sind.

Tabelle 5: Ermittlung der mittleren Schüttdichte, HAW Hamburg

HAW Hamburg						
Teilprobe	Rezeptur 1			Rezeptur 2		
	Schüttdichte ρ_s			Schüttdichte ρ_s		
	[g/dm ³]	[g/ml]	[g/ μ m ³]	[g/dm ³]	[g/ml]	[g/ μ m ³]
1	486,1	0,4861	4,861E-13	443,8	0,4438	4,438E-13
2	488,3	0,4883	4,883E-13	445,2	0,4452	4,452E-13
3	489,1	0,4891	4,891E-13	440,9	0,4409	4,409E-13
mittlere Schüttdichte ρ_{mittel}	488	0,488	4,88E-13	443	0,443	4,43E-13

Für die Rezeptur 1 ergibt sich eine mittlere Schüttdichte von $\rho_{mittel,1 HAW} = 488 \frac{g}{dm^3}$ und für die Rezeptur 2 $\rho_{mittel,2 HAW} = 443 \frac{g}{dm^3}$.

Zur Bestimmung des erforderlichen Teilungsgrades dient die in Kapitel 2.4 vorgestellte Richtlinie. Diese schreibt vor, dass der Rückstand auf dem größten Sieb etwa 5 % und der Durchgang des kleinsten Siebs ebenfalls etwa 5 % betragen sollte. Außerdem sollten die prozentualen Siebdurchgänge in etwa gleich verteilt sein und nicht über 25 % liegen. [10, p. 10]

Die ersten Versuche aus Kapitel 3.1.1 und 3.1.2 dienen hierbei als Anhaltspunkt. Die Sieb- turmanalyse ergab einen Rückstand auf dem größten Sieb von 8,47 %. Bei der Luftstrahl- siebanalyse betrug der Durchgang des kleinsten Siebs für die Rezeptur 1 ca. 6,5 % und für die Rezeptur 2 etwa 8 %. Bezieht man sich auf die Luftstrahlsieb-analyse, so weicht der Sieb- durchgang des kleinsten Siebes nur minimal von der Norm ab. Allerdings befindet sich der

Rückstand des 63 µm Siebs zum Teil über 25 %, sodass für die Luftstrahlsieb-Referenzanalysen zusätzliche Siebe genutzt werden, siehe Tabelle 6.

Tabelle 6: Siebmaschenweiten Luftstrahlsieb, HAW Hamburg

Siebmaschenweite in µm
1000
710
500
355
250
180
106
75
63

Wie bereits in Kapitel 2.3.4 erwähnt wurde, ist es notwendig, die Probenmenge so zu verkleinern, dass sie für die jeweiligen Analyseverfahren nutzbar ist. Um die Repräsentativität der Probe zu gewährleisten, müssen dafür vorgesehene Probenteiler verwendet werden. Dabei sollte das größte zulässige Schüttvolumen des Siebrückstandes je Flächeneinheit des Siebbodens nicht überschritten werden. Da es einfacher ist, eine Masse abzuwiegen, wurde der höchst zulässige Rückstand auf dem jeweiligen Sieb, welche abhängig vom zulässigen Schüttvolumen je Flächeneinheit ist, ermittelt. Hierbei gibt die Tabelle 2 aus der DIN 66165-1 für die Nennöffnungsweiten des Siebbodens 63µm ein maximales Schüttvolumen je Flächeneinheit von 4,0 cm³/dm² vor. [10, p. 7]

Zusätzlich ist die Siebfläche zu ermitteln, diese beträgt 3,14 dm². Mithilfe der Proben-schüttdichte und der nachfolgenden Formel 4, lässt sich der zulässige Rückstand berechnen.

$$m_R = V_F \cdot A \cdot \rho \quad (4)$$

Formel 4: Maximal zulässiger Rückstand

Setzt man die gegebenen Parameter in die Formel 4 ein, so ergibt sich für die Rezeptur 1 folgender maximal zulässiger Rückstand:

$$4 \frac{\text{cm}^3}{\text{dm}^2} \cdot 3,14 \text{dm}^2 \cdot 488 \frac{\text{g}}{\text{dm}^3} \approx 6,1 \text{g} \quad (4)$$

Analog dazu für die Rezeptur 2:

$$4 \frac{\text{cm}^3}{\text{dm}^2} \cdot 3,14 \text{dm}^2 \cdot 443 \frac{\text{g}}{\text{dm}^3} \approx 5,6 \text{g} \quad (4)$$

Mithilfe des errechneten Rückstandes und den Versuchen bei Tietjen lassen sich die Aufgabenmengen ungefähr abschätzen. Der prozentuale Rückstand des 63 µm Siebes der Versuche 2 liegen für die Rezeptur 1 bei etwa 93,5 % (Abbildung 10) und für die Rezeptur 2 bei ca. 92 % (Abbildung 11).

Demzufolge darf die Aufgabenmenge nicht größer als $1,065 \cdot 6,1 \text{g} \approx 6,5 \text{g}$ für die Rezeptur 1 und $1,08 \cdot 5,6 \text{g} \approx 6,1 \text{g}$ für die Rezeptur 2 sein.

Eine repräsentative Teilung erfordert eine homogene Gesamtprobe, deren Homogenität durch die Bestimmung der Schüttdichte nachgewiesen wird, siehe Tabelle 5. Zur Vorbereitung geeigneter Proben für die Luftstrahlsiebanalyse wird eine vierstufige Probenteilung angewendet.

In der ersten Stufe wird die Gesamtprobe mithilfe eines Rotationsprobenteilers in etwa acht gleich große Teilproben aufgeteilt.



Abbildung 14: Rotationsprobenteiler, HAW Hamburg

Die Abbildung 14 zeigt den Rotationsprobenteiler PT1000 der Firma Retsch GmbH. Hierbei wird die Gesamtmasse verringert und nähert sich somit der zulässigen Aufgabenmasse für die Analysen.

Mithilfe eines Baumdiagramms lässt sich die Funktion einer Probenteilung schematisch darstellen.

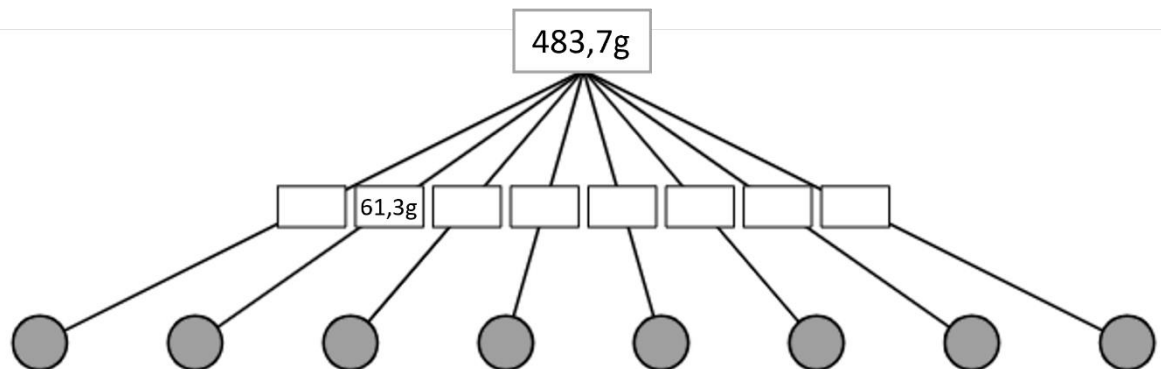


Abbildung 15: Achtfache Probenteilung, Rotationsprobenteiler [12]

Als Gesamtprobe für die Rezeptur 1 stehen 483,7 g zur Verfügung. Die Abbildung 15 lässt den Verlauf der genutzten Analyseproben besser nachvollziehen und stellt die erste Stufe der Probenteilung dar.



Abbildung 16: Riffelteiler, HAW Hamburg

Der in Abbildung 16 gezeigte Riffelteiler dient in drei weiteren Teilungsstufen dazu, die Teilprobe weiter aufzuspalten.

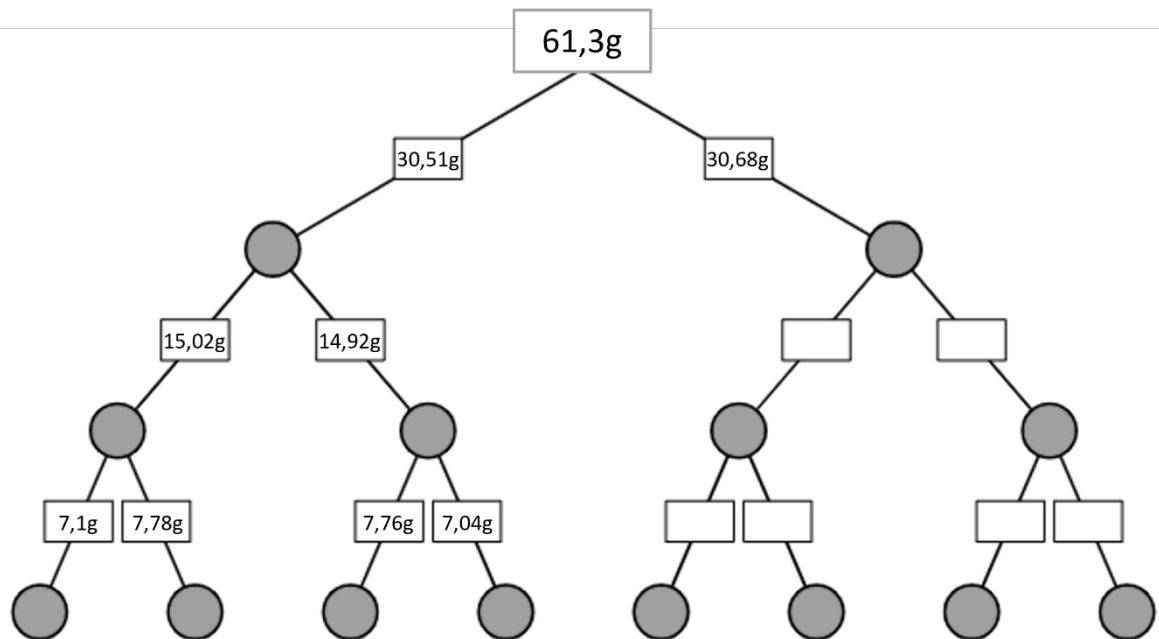


Abbildung 17: Dreistufige halbierende Probenteilung, Riffelteiler [12]

Die Aufgabenmengen für die Analyse ergeben sich aufgrund dieser vierstufigen Teilungen. Die schematische Herangehensweise wird in Abbildung 16 anhand eines Baumdiagramms dargestellt.

Die dadurch entstehenden Analyseproben und das Wiederholen der einzelnen Analyseverfahren gewährleisten eine Repräsentativität. Der weitere Verlauf dieses Kapitels beschreibt die Durchführung der Referenzanalysen.

4.1 Versuch 3, Durchführung der Siebturmanalyse, HAW Hamburg

Aufgrund der Erkenntnisse aus dem Versuch 1, Durchführung der Siebturmanalyse bei Tietjen, wurde für die Siebturmanalyse an der HAW Hamburg eine wesentlich geringere Aufgabemenge gewählt. Bei dieser Analyseprobe handelt es sich um eine repräsentative Teilprobe. Mit 7,45 g wurde die Aufgabemenge um über 75 % reduziert, wodurch versucht wird, das Agglomerieren zu verringern.



Abbildung 18: Vibrationssiebturm AS 200 control, HAW Hamburg

Die Abbildung 18 zeigt den genutzten Vibrationssiebturm AS 200 control der Firma Retsch GmbH. Die verfügbaren Siebe für den Siebturm unterscheiden sich von denen, die für das Luftstrahlsieb verwendet werden. Aus diesem Grund sind in Tabelle 7 die Siebmaschenweiten für die Siebturmanalyse aufgelistet.

Tabelle 7: Siebmaschenweiten Siebturm, HAW Hamburg

Siebmaschenweite in μm
1000
710
500
355
250
180
100
71
50

Zu Beginn wurden die Amplitude und die Siebdauer eingestellt. Diese Werte wurden sowohl aus der Betriebsanleitung des Gerätes als auch aus den Erfahrungen der Laborangeestellten übernommen. Die eingestellte Amplitude beträgt dabei 0,8 mm. Diese Einstellung gewährleistet eine sehr scharfe und auflockernde Siebung. [13] Die Siebdauer wurde auf drei Minuten festgelegt.

Die Ergebnisse dieses Versuchs legen nahe, dass die Durchführung einer Siebturmanalyse für dieses spezifische Material nicht geeignet ist. Trotz erhöhter Reduzierung der Probenmenge, war es nicht möglich, die Partikelagglomeration zu minimieren und dadurch die Verstopfung der Siebmaschen zu verhindern.



Abbildung 19: Agglomeration auf dem 180 μm Sieb, Siebturmanalyse

In der Abbildung 19 ist das zugesetzte 180 μm Sieb aus der Siebturmanalyse zu erkennen. Es ist eindeutig zu sehen, dass sich Agglomerate gebildet haben, welche die Siebmaschen verstopfen und ein nachfolgendes Sieben somit verhindert wird.

4.2 Versuch 4, Durchführung der Luftstrahlsiebanalyse, HAW Hamburg

Ein bedeutender Unterschied zum Luftstrahlsieb der Firma Titejen besteht darin, dass die Siebdauer und der Unterdruck aus der integrierten Datenbank des Geräts entnommen werden. Diese Datenbank wird vom Hersteller bereitgestellt und basiert auf experimentellen Versuchen. [14] Die entsprechenden Informationen sind in Tabelle 8 zu finden.

Tabelle 8: Parameter für die Luftstrahlsiebanalyse, HAW Hamburg

Siebmaschenweite in μm	Siebdauer in min	Unterdruck in Pa
1000	1	2800
710	1	2800
500	2	3000
355	2	3000
250	2	3000
180	3	3200
106	3	3200
75	3	3400
63	3	3600



Abbildung 20: Luftstrahlsieb e200 LS, HAW Hamburg

Das verwendete Luftstrahlsieb e200 LS der Firma Hosokawa Alpine AG, wird in Abbildung 20 dargestellt.

Sowohl für die Rezeptur 1 als auch für die Rezeptur 2 sind jeweils zwei Analysen einer repräsentativen Probe durchgeführt worden.

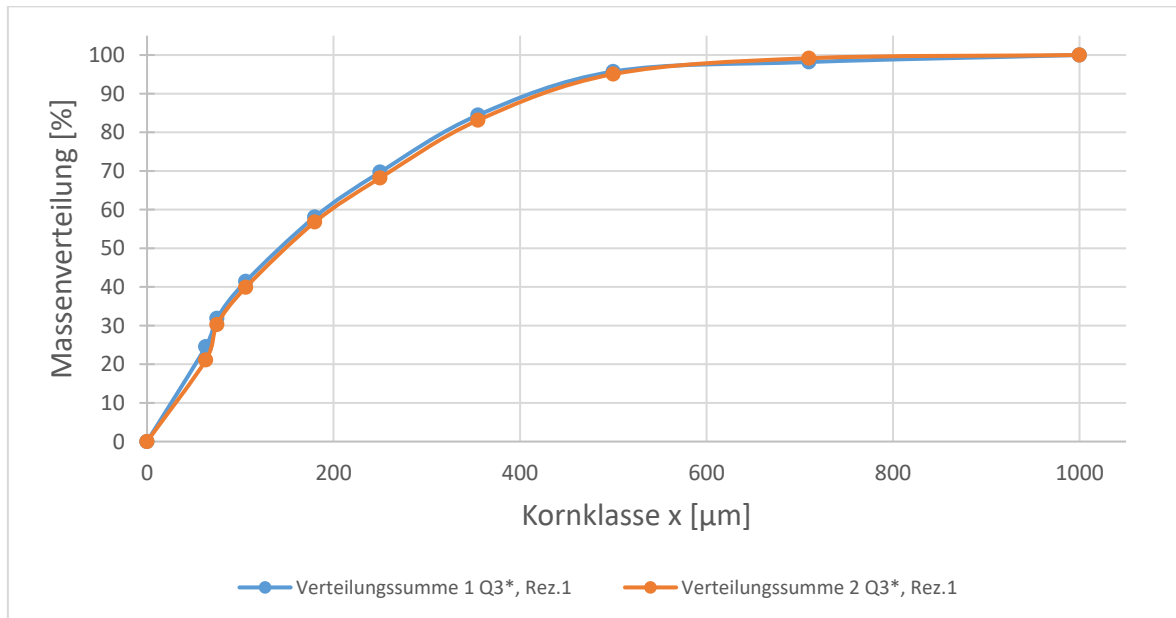


Abbildung 21: Verteilungssumme der Luftstrahlsiebanalyse, Rezeptur1 HAW Hamburg

Der Abbildung 21 ist zu entnehmen, dass die graphische Darstellung beider Verteilungssummen identisch verlaufen. Dabei lässt sich sagen, dass die Partikel der Rezeptur 1 zu 99 % kleiner als 710 µm groß sind, wobei ein beträchtlicher Massenanteil von etwa 20-25 % bei einer Partikelgröße zwischen 0-63 µm festgestellt werden kann. Der Median beider Verteilungen liegt bei etwa 145 µm.

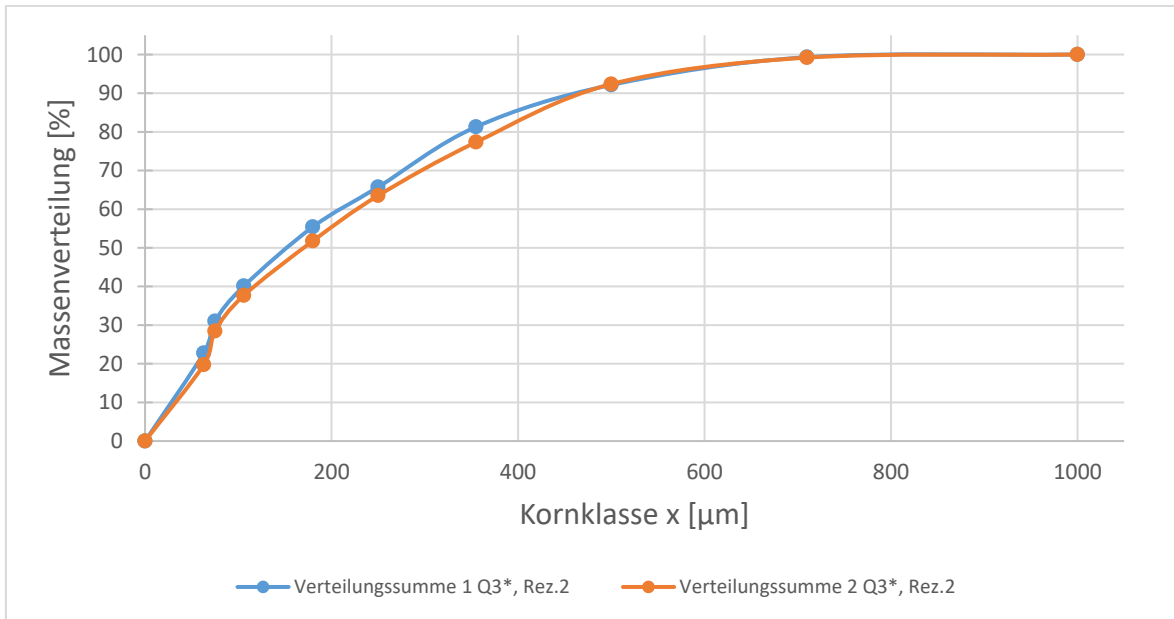


Abbildung 22: Verteilungssumme der Luftstrahlsiebanalyse, Rezeptur2 HAW Hamburg

In Abbildung 22 sind die zwei Analysen der Rezeptur 2 in Form einer Verteilungssumme graphisch dargestellt. Der Kurvenverlauf weist minimale Abweichungen auf, welche vernachlässigt werden können. Das Kornspektrum befindet sich zu 99 % zwischen 0-710 µm, wobei auch hier ein erhöhter Massenanteil von etwa 22 % zwischen 0-63 µm liegt. Der Median liegt zwischen 160-170 µm.

Um den erhöhten Massenanteil zwischen 0-63 µm genauer zu untersuchen, wurden zusätzliche Siebe verwendet. Die ergänzenden Siebe sind der Tabelle 9 zu entnehmen.

Tabelle 9: Ergänzende Parameter für die Luftstrahlsiebanalyse, HAW Hamburg

Siebmaschenweite in µm	Siebdauer in min	Unterdruck in Pa
53	4	3600
32	4	3600
20	5	4000

Da sich das Sieb mit der kleinsten Maschenweite geändert hat, ist eine erneute Berechnung des maximal zulässigen Rückstandes durchzuführen. Die Tabelle 2 aus der DIN 66165-1 gibt für die Nennöffnungsweiten des Siebbodens 20µm ein maximales Schüttvolumen je Flächeneinheit 2,0 cm³/dm² vor. [10]

Mithilfe der Formel 4 lassen sich somit die neuen maximal zulässigen Rückstände berechnen. Für die Rezeptur 1 ergibt sich folgender Wert:

$$2 \frac{\text{cm}^3}{\text{dm}^2} \cdot 3,14 \text{dm}^2 \cdot 488 \frac{\text{g}}{\text{dm}^3} \approx 3,1 \text{g} \quad (4)$$

Entsprechend muss für die Rezeptur 2 folgender maximal zulässige Rückstand eingehalten werden:

$$2 \frac{\text{cm}^3}{\text{dm}^2} \cdot 3,14 \text{dm}^2 \cdot 443 \frac{\text{g}}{\text{dm}^3} \approx 2,8 \text{g} \quad (4)$$

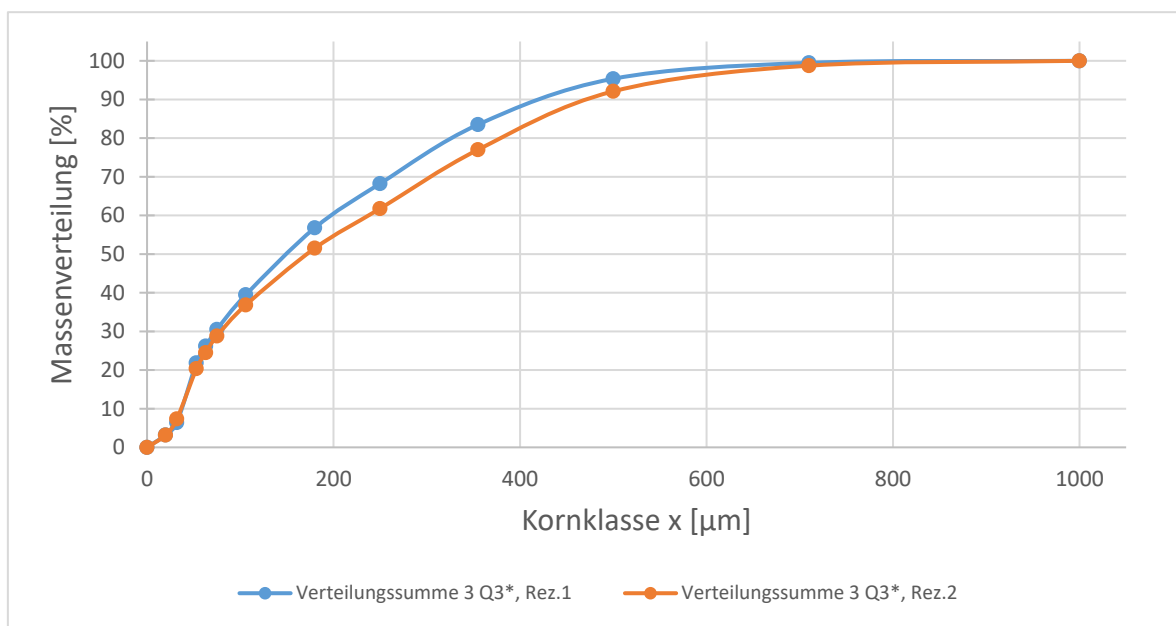


Abbildung 23: Verteilungssumme der Luftstrahlsiebanalyse mit ergänzenden Sieben, Rezeptur 1+2

Das Hinzufügen der feineren Siebe bewirkt eine gleichmäßigere Verteilung der Durchgänge. In Abbildung 23 sind die Verteilungssummen für die Rezeptur 1 (blaue Kurve) und die Rezeptur 2 (orange Kurve) graphisch dargestellt.

4.3 Fazit zu den Versuchen 1-4

Zu Beginn der Versuchsreihe wurde die These aufgestellt, dass die Partikelcharakterisierung dieses Materials mithilfe mechanischer Analyseverfahren nur begrenzt realisierbar ist. Im Verlauf der Experimente stellte sich die Siebturmanalyse aufgrund erhöhter Agglomeration als ungeeignet heraus. Auch Versuche, die Aufgabemenge zu reduzieren, führten nicht zu aussagekräftigen Ergebnissen. Der erzeugte Luftstrom bei einer Luftstrahlsiebana-lyse führt dazu, dass die Partikel dispergieren und eine Partikelcharakterisierung ermögli-chen. Da diese Erkenntnisse für beide Rezepturen gelten, lässt sich schlussfolgern, dass das Verhalten der Schüttgüter und somit die jeweiligen Partikeleigenschaften identisch ist. Aus diesem Grund wird im weiteren Verlauf dieser Bachelorarbeit lediglich das Schüttgut der Rezeptur 1 weiter untersucht.

In Kapitel 2.3 wurde auf die Fehlerquellen bei der Partikelanalyse eingegangen. Die wesent-lichen Unterschiede zwischen den Analysen bei Tietjen und denen an der HAW Hamburg betrafen die Probennahme, die Probenteilung und die maximal zulässige Aufgabemenge. Die folgende Abbildung 24 verdeutlicht, dass diese Punkte wesentliche Bestandteile einer repräsentativen Partikelcharakterisierung sein können.

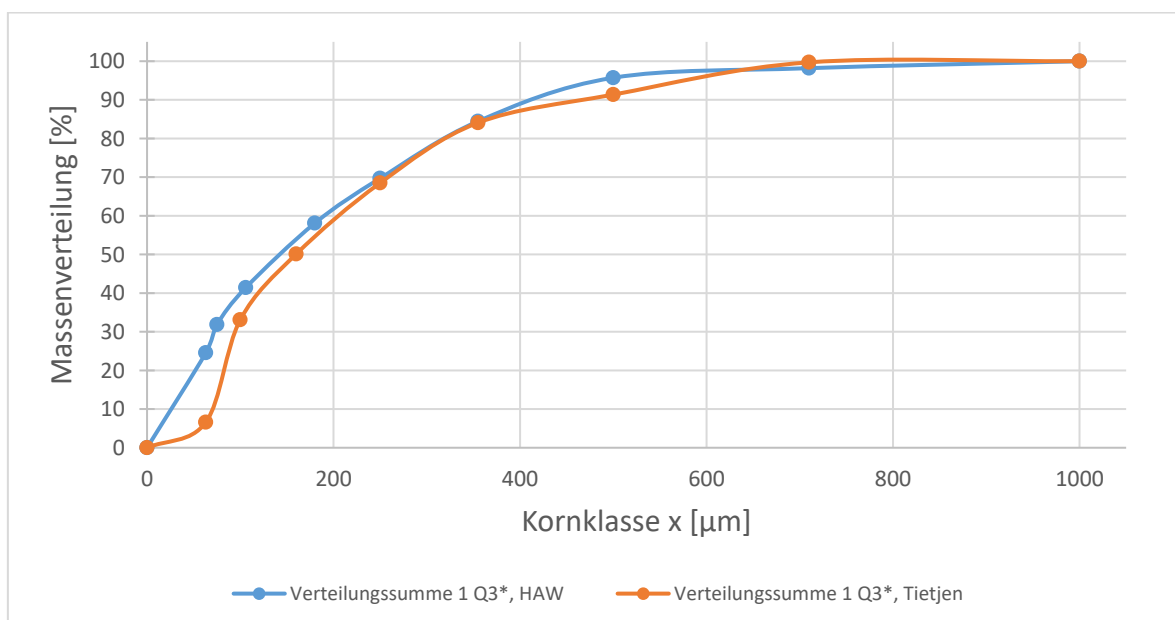


Abbildung 24: Vergleich der Luftstrahlsiebanalysen, Rezeptur 1

Die in Abbildung 24 dargestellten Graphen zeigen die Verteilungssummen der Tietjen-Analyse (orange Kurve) und die der HAW-Analyse (blaue Kurve). Betrachtet man den Bereich zwischen 0-250 μm , lässt sich deutlich erkennen, dass der Feinanteil der blauen Kurve wesentlich höher ist als der der orangenen Kurve. Die Analysen an der HAW ergaben, dass 24,55 % aller Partikel kleiner als 63 μm sind, während es bei Tietjen lediglich 6,59 % waren. Die Ursache dafür liegt vermutlich in den unterschiedlichen Probenaufbereitungen. Aufgrund der fehlenden repräsentativen Probennahme und Probenteilung bei Tietjen lassen sich außerdem die unterschiedlich ermittelten Schüttdichten erklären. Bei dispersen Stoffsystemen ist es zwingend notwendig, vor der Probennahme eine Homogenität des gesamten Schüttgutes herzustellen.

5 Untersuchung der Partikeleigenschaften

Das folgende Kapitel hat das Ziel, ein besseres Verständnis für die Partikeleigenschaften der untersuchten Schüttgüter zu erlangen. Besonderes Augenmerk wird darauf gelegt, wie sich die einzelnen Partikel innerhalb des Partikelkollektivs verhalten. Darüber hinaus wird der These nachgegangen, ob es vermehrt zur Agglomeration kommt und wie die Form der einzelnen Partikel ist. Optische Messverfahren bieten hierbei eine ausgezeichnete Möglichkeit, um Rückschlüsse auf die Partikeleigenschaften zu ziehen.

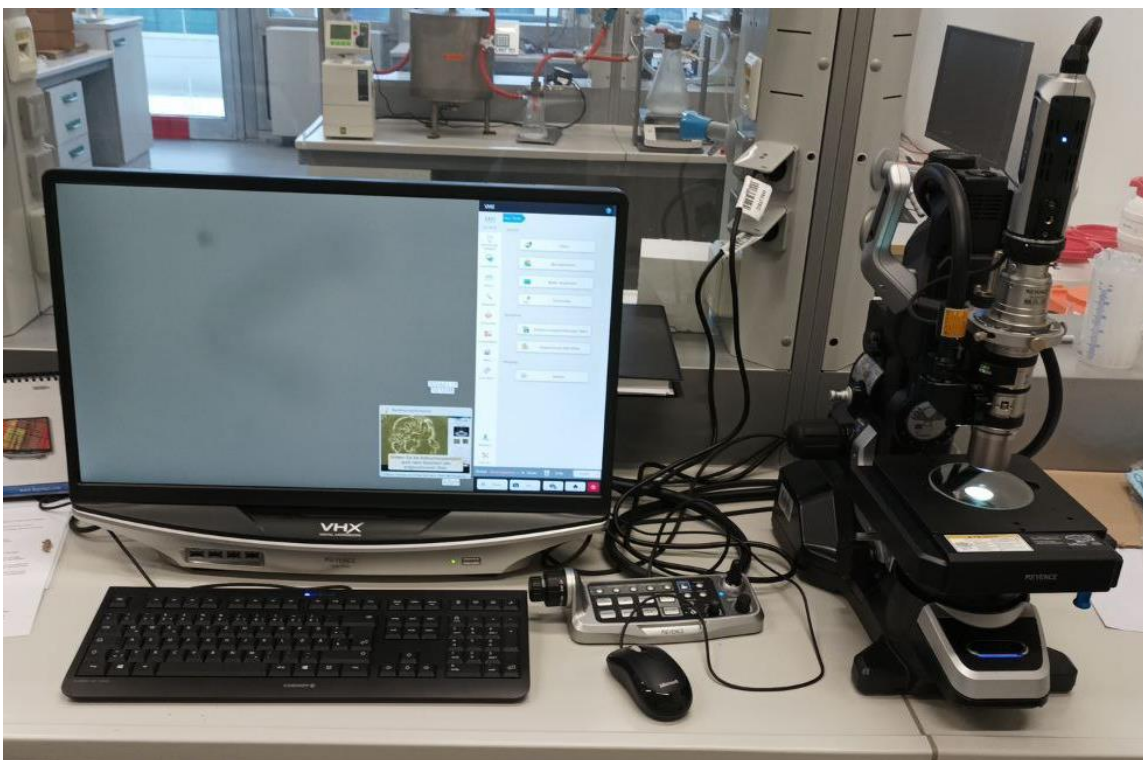


Abbildung 25: Digitalmikroskop VHX-7000, HAW Hamburg

Das in Abbildung 25 gezeigte Digitalmikroskop der Firma Keyence ist eines der genutzten optischen Instrumente. Es ermöglicht die direkte Erfassung und Darstellung von Bildern auf einem Bildschirm. Auf der rechten Seite des Mikroskops ist das optische System erkennbar, das aus einer Lichtquelle, einer Kamera und einem Objektiv besteht. Das Objektiv ist eine Sammlung von Linsen, die das Licht bündeln und das vergrößerte Bild des Objekts erzeugen. [15]

Die Kamera erfasst dieses vergrößerte Bild und digitalisiert es. Sie wandelt das optische Bild in ein digitales Bild um, welches dann auf dem Bildschirm eines Computers angezeigt wird. Der Computer ermöglicht es, das Bild zu analysieren und Bildbearbeitungen durchzuführen.

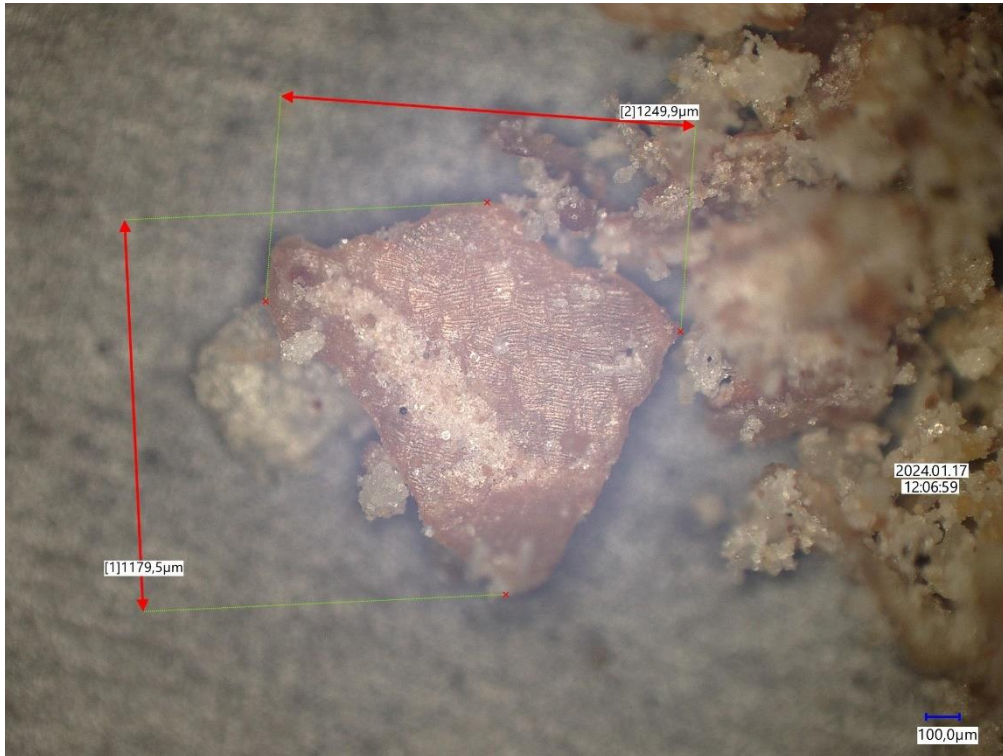


Abbildung 26: Agglomerat

Die Abbildung 26 zeigt eine vergrößerte Darstellung mehrerer Partikel. Um diese zu unterscheiden, dienen die verschiedenen Farben. Es ist zu vermuten, dass sich viele Kleinstpartikel an einem großen Partikel anhaften und sich somit ein Agglomerat bildet.

Da es sich bei dem untersuchten Material um ein fettreiches Schüttgut handelt, wurde mithilfe einer Ethanol-Lösung versucht, die Agglomerate zu lösen und demzufolge das vermehrte Agglomerat-Aufkommen zu beweisen.

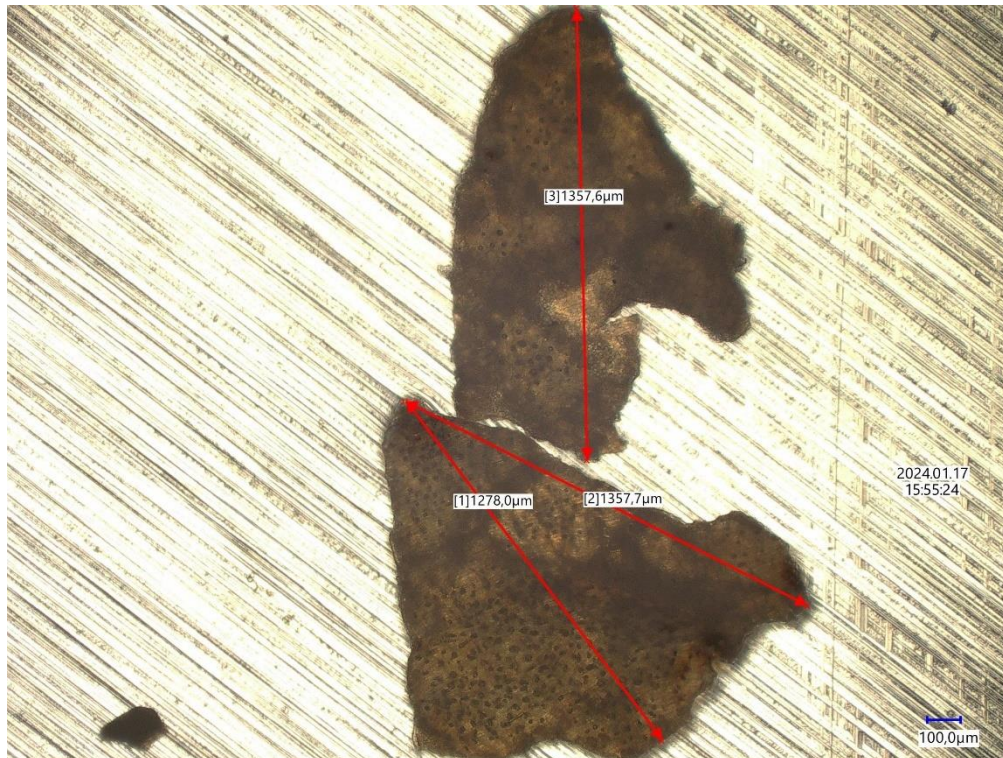


Abbildung 27: Gereinigte Partikel

Die Abbildung 27 zeigt einen Teil der gereinigten Partikel. Dem Bild ist zu entnehmen, dass es sich bei den Partikeln um Einzelpartikel handelt und nicht um Agglomerate. Zusätzlich kann die Form nicht einheitlich definiert werden. Nutzt man nun die Funktion der dreidimensionalen Ansicht so ergeben sich weitere Aussagen zur Form der Partikel.

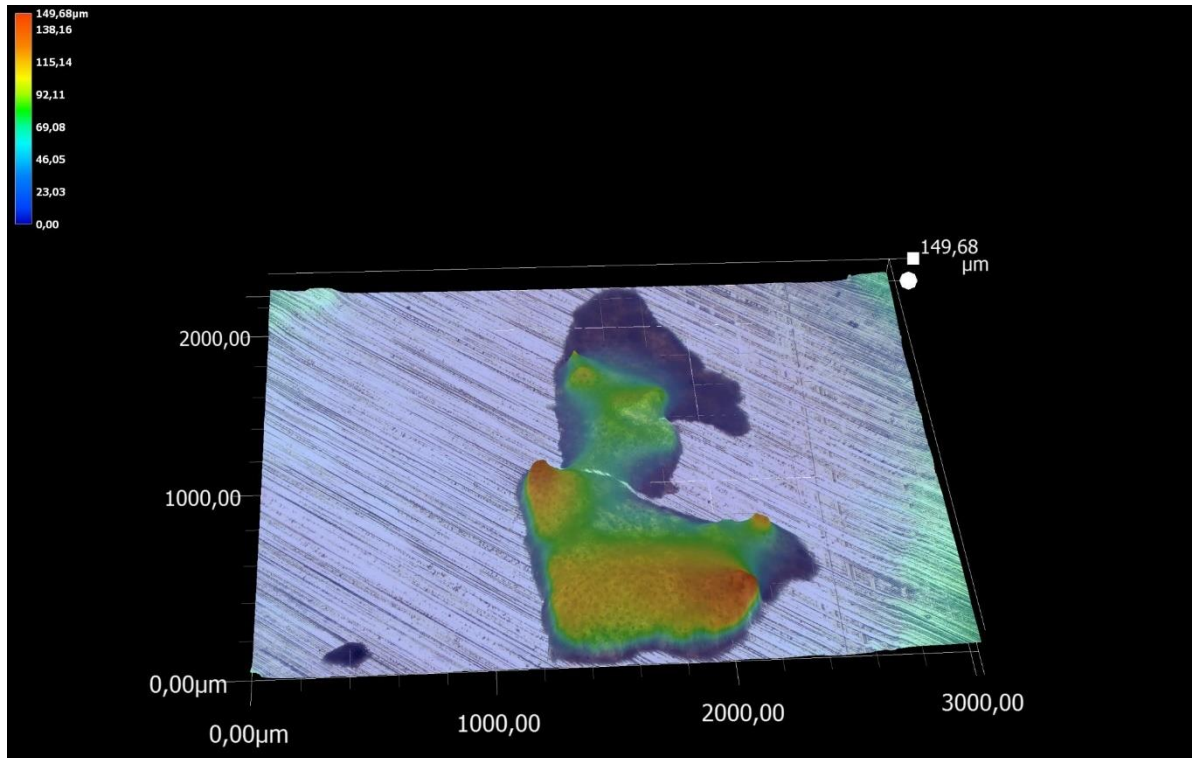


Abbildung 28: Dreidimensionale Ansicht der gereinigten Partikel

Die dreidimensionale Darstellung der gereinigten Partikel wird in der Abbildung 28 gezeigt. Die Farbunterschiede deuten auf einen Höhenunterschied hin, dieser liegt zwischen 0 und 150 μm , wobei dunkelblaue Bereiche die minimale Höhe und tiefrote Bereiche die maximale Höhe beschreiben. Wenn man von der maximalen Höhe dieser Partikel ausgeht und die Maße aus der Abbildung 27 ergänzt, kann von sehr flachen Partikeln gesprochen werden. Die in einem Höhen-Längen-Verhältnis von etwa 1 zu 10 stehen.

5 Untersuchung der Partikeleigenschaften

Unter Verwendung eines Laserbeugungsspektrometers wurden zusätzliche Untersuchungen zu den Partikeleigenschaften durchgeführt. Ein Teil der Probe wurde einer Lösung zugesetzt, um sie zu verflüssigen. Zusätzlich wurde zur Förderung der Dispergierung Ultraschall angewendet. Dabei handelt es sich um eine flüssige Laserbeugungsanalyse.



Abbildung 29: Laserbeugungsspektrometer

Um einen direkten Vergleich ziehen zu können, ist außerdem eine Trockenanalyse mithilfe des in Abbildung 29 dargestellten Laserbeugungsspektrometers LS 13320 der Firma Beckman Coulter, durchgeführt worden. Die Trockenanalyse ähnelt der Luftstrahlsiebanalyse, da auch hier mit einem Luftstrom gearbeitet wird.

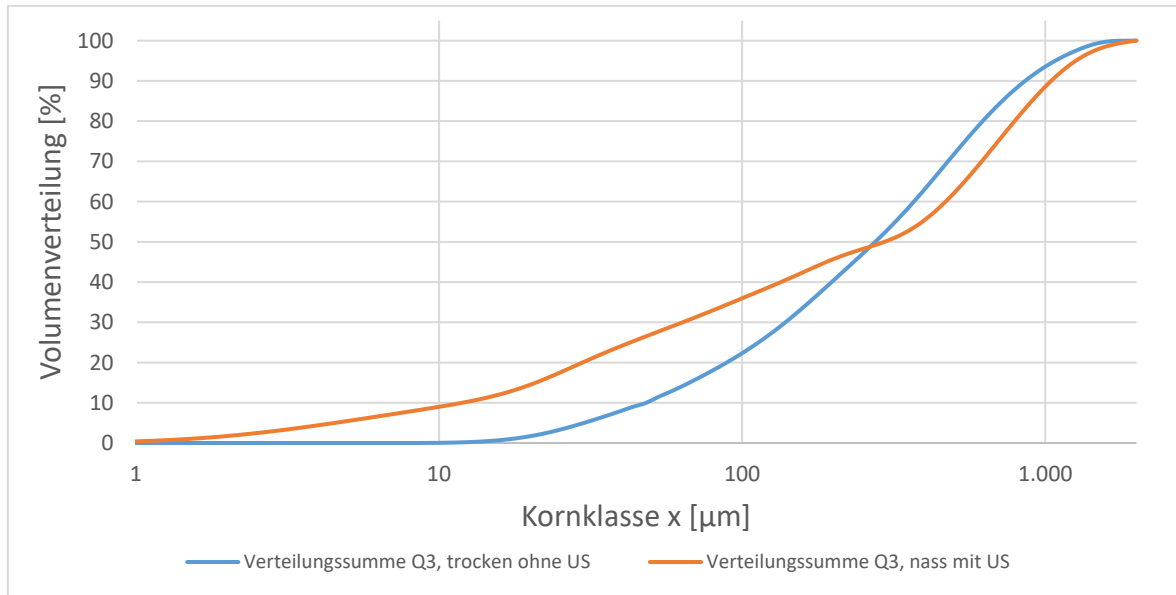


Abbildung 30: Verteilungssummen der Laserbeugungsanalyse

Die Ergebnisse der Laserbeugungs-Analysen sind in Abbildung 30 dargestellt. Hierbei sind die Verteilungssummen der Trockenanalyse (blaue Kurve) und der Nassanalyse mit Ultraschall (orange Kurve) graphisch dargestellt. Die Untersuchung dient lediglich zum besseren Verständnis der Partikeleigenschaften. Um ein präziseres Bild des Feinbereiches zu erlangen, wurde das Feinheitsmerkmal logarithmisch auf der Abszisse skaliert.

Die Lücken zwischen den Kurven zeigen eine prozentuale Differenz der Verteilung, die teilweise über 16 % liegt. Diese Differenz lässt sich darauf zurückführen, dass sich mithilfe von Ultraschall und einem Verflüssigen der Probe Agglomerate auflösen lassen. Des Weiteren verstärkt es die These einer erhöhten Agglomeration dieses Materials.

Die Informationen aus den Untersuchungen der Partikeleigenschaften sind besonders für die Auswertung der Analysen und im Zuge dessen für die Umrechnung der Mengengarten von einer Anzahlverteilung hinzu einer Volumen- oder Massenverteilung von entscheidender Bedeutung.

6 Durchführung der optischen Analysen

Eine zentrale Aufgabe dieser Bachelorarbeit besteht darin, das optische Analyseverfahren der Firma Tietjen mit anderen Analysen vergleichbar zu machen. Zu diesem Zweck wurden verschiedene Methoden angewandt, die in den vorhergehenden Kapiteln untersucht wurden. Im aktuellen Kapitel liegt der Fokus auf der Partikelcharakterisierung mithilfe von optischen Analysen. Wie bereits in den Grundlagen der Partikelcharakterisierung erläutert wurde, lassen sich diese Analysen in starre und dynamische Analysen unterteilen. Während Analysen auf dem Prinzip der starren optischen Analyse mithilfe des Digitalmikroskops durchgeführt werden können, setzt die Tietjen Verfahrenstechnik GmbH stattdessen ein dynamisches optisches Analyseverfahren ein, den online particle controller (OPC).

6.1 Durchführung der starren optischen Analyse

Das Digitalmikroskop aus dem Labor der HAW Hamburg (Abbildung 25), verfügt über eine Funktion, die es ermöglicht die vergrößerten digitalen Bilder zu einem Bildkollektiv zusammen zu fügen. Somit lässt sich eine Teilprobe mithilfe einer Bildauswertung analysieren.

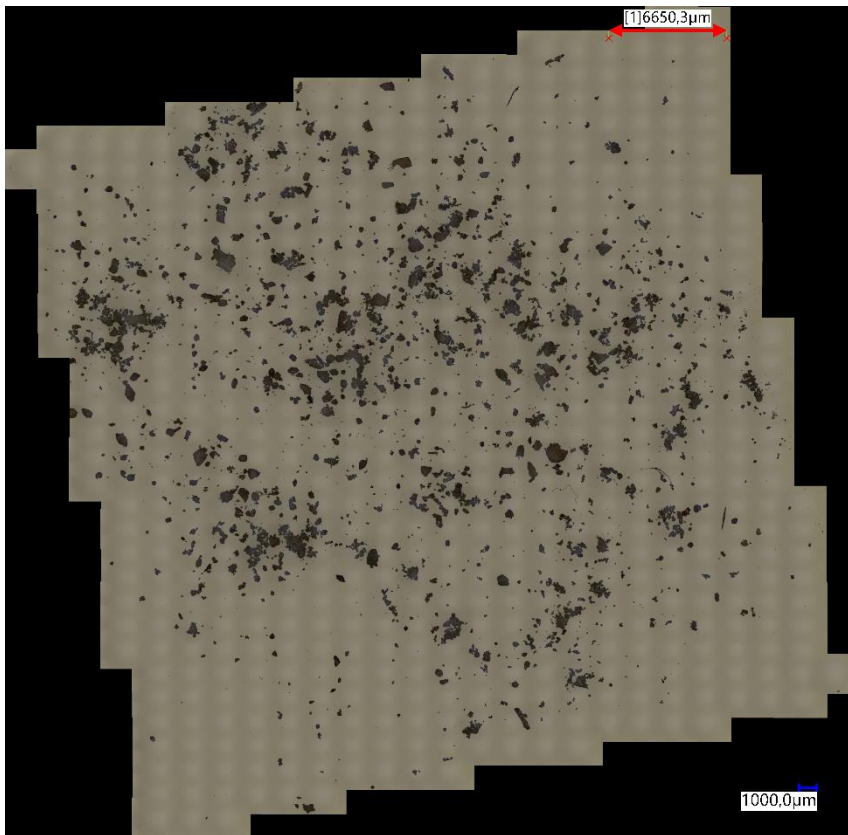


Abbildung 31: Bildkollektiv des Digitalmikroskops

Die Abbildung 31 zeigt das erstellte Bildkollektiv des Digitalmikroskops. Hierbei fährt das Mikroskop die gesamte Fläche des Proben Tellers in gleichmäßigen Abständen ab und generiert dabei ein Bild der kompletten Probe.

Eine Software ermöglicht es, dieses Bildkollektiv auszuwerten und Analysen durchzuführen. Dabei wurde das open source Programm ImageJ verwendet. [16]

Diese Software zählt alle Partikel auf diesem Bild, dabei muss vorab geklärt werden, welche Partikel als eigentliches Partikel angenommen werden soll.

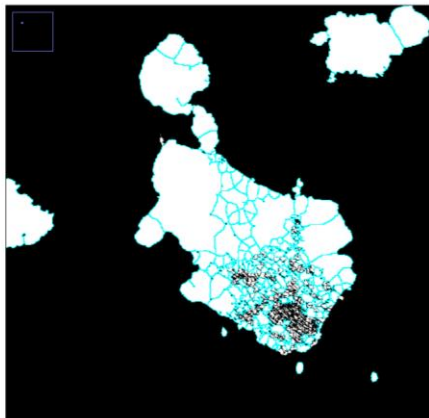


Abbildung 32: ImageJ Partikel dispergiert

In der Abbildung 32 ist ein Ausschnitt des Bildkollektivs in zwei Formen dargestellt. Auf der rechten Seite befindet sich das Originalbild des Digitalmikroskops, während auf der linken Seite eine bearbeitete Darstellung der Software abgebildet ist. Als Beispiel dient das große Partikel inmitten der beiden Bilder. Die Darstellung auf der rechten Seite lässt vermuten, dass es sich um ein Agglomerat handelt, da die Farbunterschiede darauf hinweisen. Die Software wiederum bildet aus dem großen Partikel viele kleine Partikel, die hellblau umkreist sind. Da es sich bei allen Analysen um eine volumen- oder massenbezogene Verteilung handelt, spielen die kleinsten Partikel eine weniger aussagekräftige Rolle, weshalb die Auswertung dieser dispergierten Darstellung nicht weiter betrachtet wird.

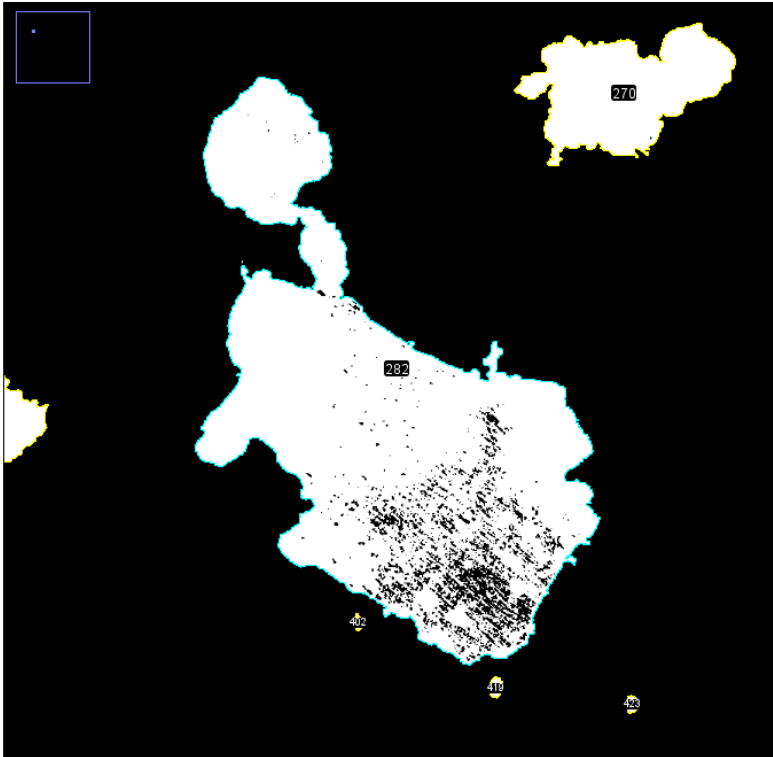


Abbildung 33: ImageJ Agglomerat

Eine weitere Möglichkeit das Bild zu bearbeiten, wird in der Abbildung 33 dargestellt. Dabei wird der Software übermittelt, dass es sich bei dem Partikel zwar um ein Agglomerat handelt, es jedoch als ein Partikel betrachtet werden soll. Diese Vereinfachung ist notwendig, da der manuelle Aufwand, alle Partikel zu trennen, nicht in einem angemessenen Verhältnis steht. Vor dem Hintergrund, dass mithilfe der anderen Analyseverfahren keine vollständige Dispergierung durchgeführt wird und somit Agglomerate als ein Partikel betrachtet werden, ist diese Vereinfachung annehmbar. Jedes hellblau oder gelb umkreiste Objekt bildet hierbei ein separates Partikel.

Bei der optischen Analyse mittels Digitalmikroskop werden zweidimensionale Aufnahmen erstellt. Die Software wertet diese aus und stellt dem Benutzer mehrere Parameter zur Verfügung. Die wesentlichsten sind dabei die Partikelanzahl, die Partikelfläche, der minimale und der maximale Feret-Durchmesser eines Partikels. Um eine Vergleichbarkeit mit anderen Analyseverfahren zu gewährleisten, ist eine Umrechnung erforderlich. Zu diesem Zweck wird die Formel 5 verwendet, um aus einer Anzahlverteilung eine Volumenverteilung zu berechnen.

$$Q_3(x) = \frac{Q_0(x) \cdot V(x)}{V_{\text{Gesamt}}} \quad (5)$$

Formel 5: Umrechnung einer Anzahlverteilung in eine Volumenverteilung [2, pp. 55-56]

Das Gesamtvolumen ergibt sich aus der Probenmasse und der Partikeldichte. Für die Ermittlung der Partikeldichte wurde ein Gaspyknometer verwendet, welches in der Abbildung 34 abgebildet ist.



Abbildung 34: Gaspyknometer

Die Probe wird dem Gaspyknometer zugeführt, wobei die exakte Masse der Probe dem Gerät mitgeteilt werden muss. Dabei wird Helium als Gas verwendet, da es in der Lage ist, in alle Poren der Partikel einzudringen. Das Volumen und die Eigenschaften des Gases sind bekannt. Mit Zugabe der Probe entsteht ein Druckunterschied. Basierend auf der gemessenen Druckdifferenz und den bekannten Eigenschaften des Gases kann die Dichte der Probe mithilfe der Gasgesetze berechnet werden. [17]

Es wurden zwei Proben der Rezeptur 1 untersucht, die Ergebnisse sind der Tabelle 10 zu entnehmen.

Tabelle 10: Ermittlung der mittleren Partikeldichte, HAW Hamburg

HAW Hamburg			
Dichteermittlung durch ein Helium-Pyknometer			
Teilprobe	Rezeptur 1		
	Partikeldichte ρ_P		
	[g/cm ³]	[g/dm ³]	[g/ μ m ³]
1	1,21147	1211,47	1,21147E-12
2	1,25844	1258,44	1,25844E-12
mittlere Partikeldichte $\rho_{P,mittel}$	1,235	1235	1,235E-12

Für die Rezeptur 1 ergibt sich eine mittlere Partikeldichte von $\rho_{P,mittel,1} = 1235 \frac{g}{dm^3}$.

Die zu analysierende Menge wurde abgewogen und beträgt $m_{Gesamt} = 0,0112g$.

Mithilfe der Formel 6 lässt sich das Gesamtvolumen berechnen.

$$V = \frac{m}{\rho} \tag{6}$$

Formel 6: Volumenberechnung

Daraus folgt ein Gesamtvolumen von $V_{Gesamt} = \frac{0,0112g}{1235 \frac{g}{dm^3}} \approx 9,069 \cdot 10^{-6} dm^3$.

Da die Gesamtfläche, durch das Aufaddieren der Einzelflächen bekannt ist, lässt sich eine durchschnittliche Partikelhöhe berechnen. Diese ergibt sich, indem man das Gesamtvolumen durch die Gesamtfläche dividiert.

$$h_{mittel} = \frac{V_{Gesamt}}{A_{Gesamt}} = \frac{9069156366 \mu m^3}{13608095 \mu m^2} = 666,453 \mu m \tag{7}$$

Formel 7: Mittlere Partikelhöhe

Mithilfe der mittleren Partikelhöhe lassen sich die Volumina der Einzelpartikel bestimmen und daraus eine Volumenverteilung generieren.

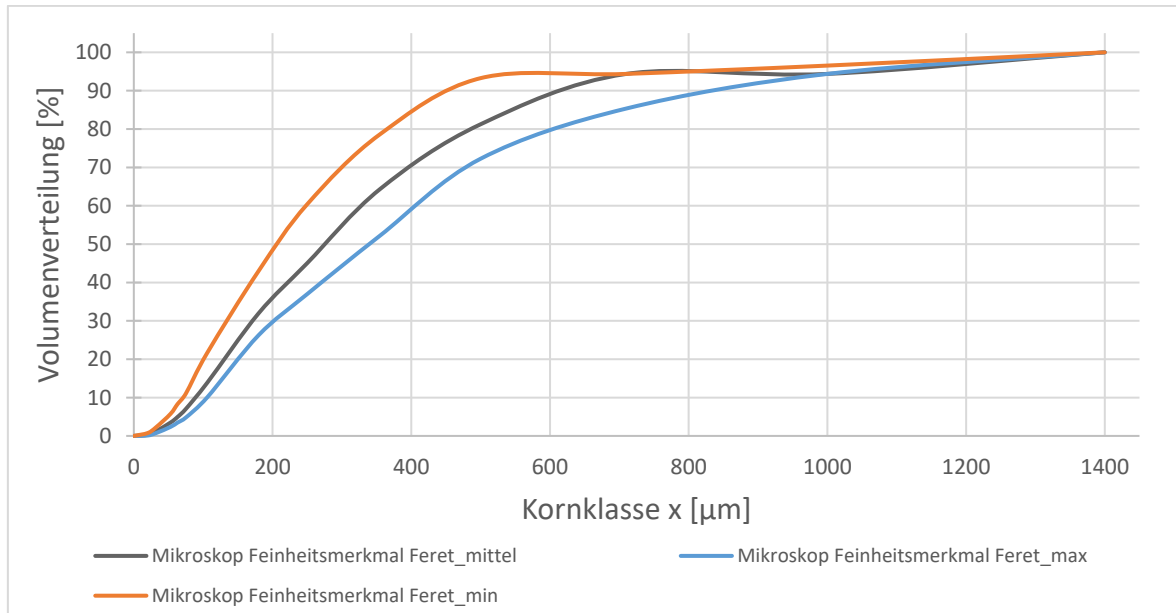


Abbildung 35: Verteilungssumme des Digitalmikroskops, HAW Hamburg

In Abbildung 35 sind drei volumenbezogene Verteilungssummen dargestellt, wobei unterschiedliche Feinheitsmerkmale für die Auswertung der Digitalmikroskopanalyse angewendet wurden. Je nach Interpretation der Partikelgröße kann der minimale Feret-Durchmesser (orangene Kurve), der maximale Feret-Durchmesser (blaue Kurve) oder der mittlere Feret-Durchmesser (schwarze Kurve) als Feinheitsmerkmal bestimmt werden. Dadurch ist es möglich, sowohl eine Vergleichbarkeit zur Siebanalyse als auch zur dynamisch optischen Analyse zu erreichen. Es ist erkennbar, dass die Verteilung sich in den Feinbereich verschiebt, wenn der minimale Feret-Durchmesser betrachtet wird. Der Median aller Kurven bestätigt diese Wahrnehmung, diese liegen zwischen 200 µm und 350 µm.

6.2 Durchführung der dynamischen optischen Analyse (OPC)

Bei der OPC-Analyse handelt es sich um ein optisches Analyseverfahren. Im Gegensatz zur herkömmlichen Partikelgrößenanalyse geht es bei dieser dynamischen Analyse um eine In-lineanalyse. Dabei findet die Partikelcharakterisierung bei laufendem Produktfluss statt. Im Unterschied zur starren Bildanalyse erfasst bei der dynamischen Analyse eine Hochgeschwindigkeitskamera frei fallende Partikelkollektive und übermittelt Daten an eine Software. Infolgedessen verarbeitet diese Software die Daten weiter und kann somit unterschiedliche Mengenarten ausgeben.

Ähnlich einem Mikroskop besteht die Analyseeinheit des OPC aus einer Beleuchtungseinheit, einer Objektivlinse und einem Kamerasystem. Die Partikel werden im Durchlicht detektiert, wobei die Bilder Schattenprojektionen der Partikel enthalten. Im Gegensatz zur Mikroskopie ermöglicht der OPC die Erfassung und Auswertung einer großen Anzahl von Partikeln in kurzer Zeit. Die dynamische Analyse ermöglicht es, somit wesentlich größere Stichproben auszuwerten. Die daraus resultierenden Größenverteilungen sind weniger anfällig auf Fehler durch falsche Probenahme.

Für ein besseres Verständnis des Aufbaus und Messprinzips vom OPC werden diese in den folgenden Absätzen beschrieben.

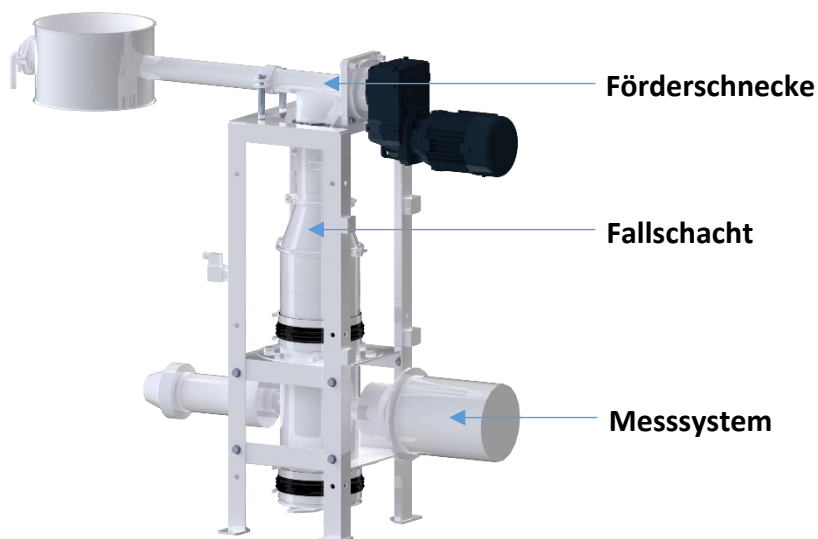


Abbildung 36: Online particle controller (OPC)

Die Abbildung 36 zeigt den OPC, er besteht aus drei Hauptbestandteilen: der Förderschnecke, dem Fallschacht und dem Messsystem.

Eine Förderschnecke entnimmt kontinuierlich Teilproben aus dem laufenden Prozess und leitet diese in einen Fallschacht. Dabei muss darauf geachtet werden, dass die Probenmenge kontinuierlich und in einem definierten Umfang erfolgt.

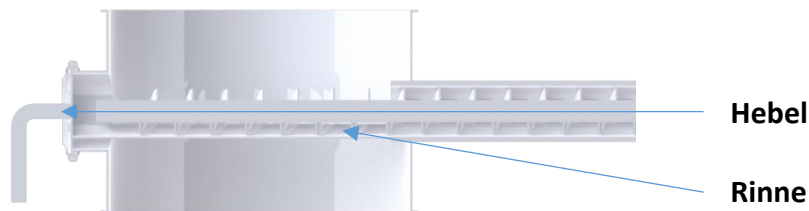


Abbildung 37: OPC-Probennahme

Die Anzahl der Partikel in einer Probe, die den Messbereich erreichen, darf nicht weniger als 200 und nicht mehr als 1000 Partikel betragen. Dieses Ergebnis stützt sich auf Untersuchungen, die im Vorfeld durchgeführt wurden. Damit wird sichergestellt, dass keine Fehlanalysen entstehen. Um die Anzahl der Partikel regulieren zu können, wird ein Mechanismus verwendet, der in Abbildung 37 zu sehen ist. Dieser Mechanismus besteht aus einem Hebel und einer Rinne. Die Rinne, die sich unterhalb der Förderschnecke befindet, kann mithilfe des Hebels in die entsprechende Position gedreht werden. Der Winkel der Rinne reguliert die Menge der Partikel, die dem OPC zugeführt wird. Mit diesem Mechanismus lässt sich die Probenmenge, abhängig von Material und Massenstrom, einstellen und verändern.

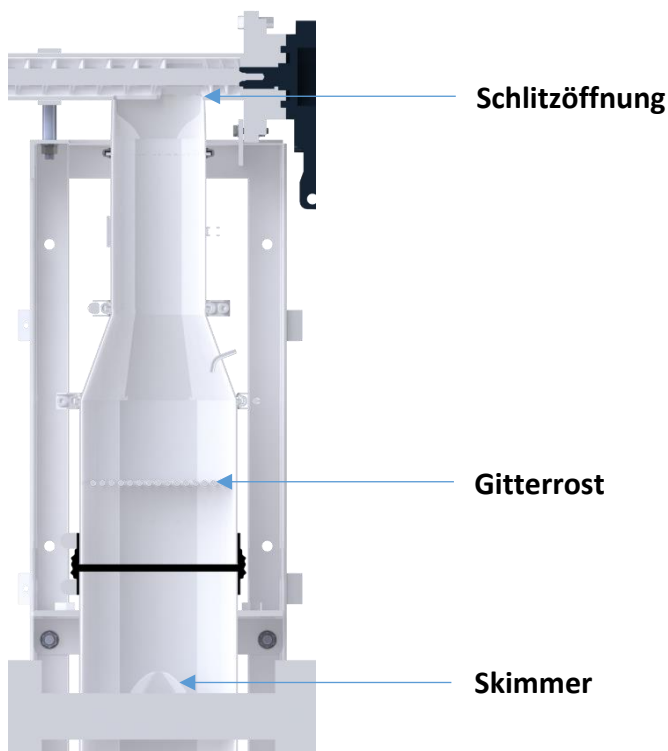


Abbildung 38: OPC-Fallschacht

Die Abbildung 38 ist eine Schnittansicht des OPC-Fallrohrs. In diesem wird die Probe aufbereitet, bis die Partikel durch einen Skimmer den Messbereich erreichen. Durch die Schnecke kann das Material ungewollt komprimiert werden, was zu erhöhter Agglomerat-Bildung führen kann. Die Schlitzöffnung sorgt in erster Linie dafür diese zu lösen. Die Weitung der Querschnittsfläche des Fallrohrs dient dazu, die Probe weiter zu verteilen und ihre Fallgeschwindigkeit zu reduzieren, bevor sie auf das Gitterrost fällt. Das Gitterrost ist so positioniert, dass die Spalten mit dem der Skimmer-Öffnung übereinstimmt.

Im Anschluss erfasst das Messsystem die Partikel und ermittelt daraus zum einen Partikelverteilungen und zum anderen die Anzahl der Partikel, welche durch die Messeinheit hindurch fallen.

Das System beinhaltet eine Hochgeschwindigkeitskamera, welche Projektionen der Partikel auf ein Zellennetz aufnimmt. Eine Lichtquelle strahlt die Partikel an und wirft einen Schatten auf eine Matrix.

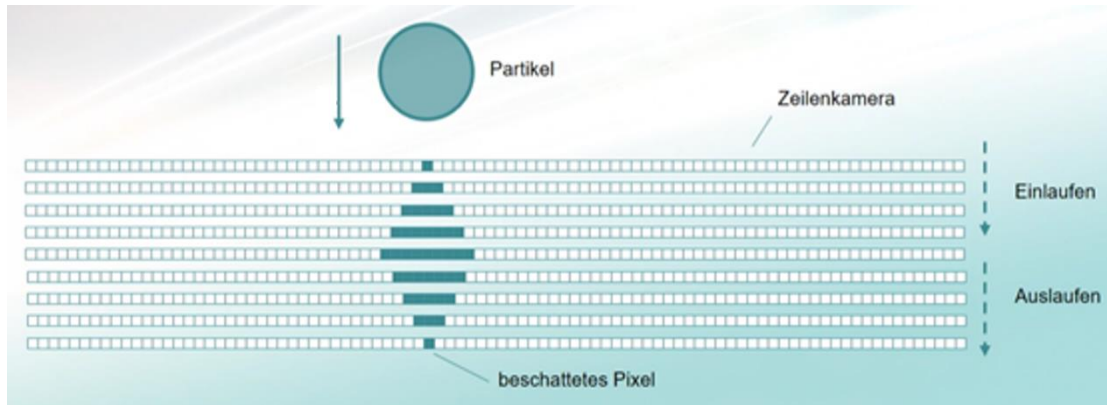


Abbildung 39: Zeilenkamera des OPC [8]

Der Abbildung 39 ist das Messprinzip des OPC zu entnehmen. Zu sehen ist, wie ein Partikel der Größe x das Zellennetz von oben nach und durchquert. Dabei wirft dieser einen Schatten in Form von Pixeln auf das Netz und wird von der Zeilenkamera aufgenommen. Hierbei hat jedes Pixel eine definierte Größe von $85\ \mu\text{m}$, ein Pixel entspricht einem Quadrat auf dem Zellennetz. [8]

Die Kamera übermittelt die größte Abschattung von Pixeln eines Partikels an die Software und ermittelt eine charakteristische Länge. In diesem Fall ist der Partikel neun Pixel groß, was einer Länge von $9 \cdot 85\ \mu\text{m} = 765\ \mu\text{m}$ entspricht. Wichtig dabei zu beachten ist, dass nur Partikel aufgenommen werden, welche mindestens ein Pixel Abstand zum nächsten hat! Die Kamera ist in der Lage, sekundlich bis zu 6000 Bilder aufzunehmen und kann somit den Verlauf eines einzelnen Partikels genau nachvollziehen. [8]

Die Software des OPC erstellt alle 1 bis 10 Sekunden eine Anzahlverteilung. Durch das Quadrieren bzw. Kubieren der charakteristischen Länge ist es möglich sich die Anzahlverteilung in eine Flächen- oder Volumenverteilung umrechnen zu lassen.

Für die OPC-Analyse wurden etwa zwei Minuten lang eine Probe der Rezeptur 1 dem OPC zugegeben. Dabei wurden alle 4 bis 5 Sekunden Analysen durchgeführt, was in Summe 26 Analysen entsprechen. Mit den Daten der Software aus zwei Minuten wurde ein Mittelwert

gebildet, sodass sich drei durchschnittliche Verteilungssummen ergeben, siehe Abbildung 40.

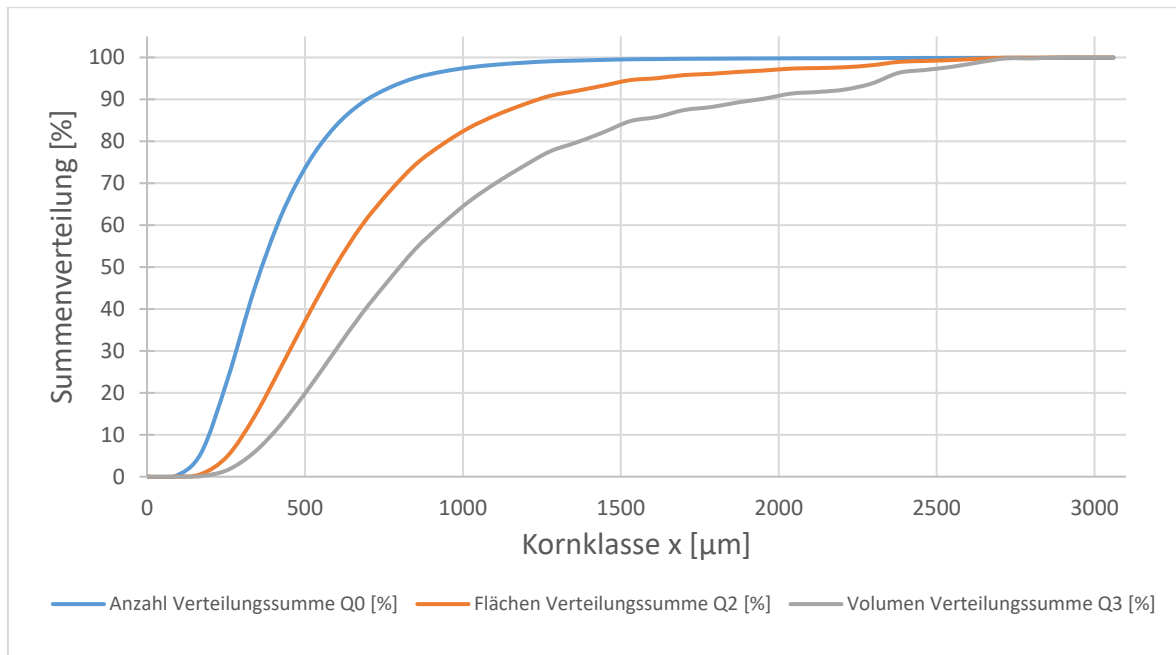


Abbildung 40: Verteilungssummen der OPC-Analyse

Die Abbildung 40 stellt die unterschiedlichen Mengenarten in Form von drei Verteilungssummen dar. Das Feinheitsmerkmal entspricht dem Resultat der Abschätzung, was der längsten Länge der Partikel gleicht. Aufgrund der Tatsache, dass sich mindestens ein freies Pixel zwischen den Partikeln befinden muss, beginnt das Kornspektrum erst ab 85 µm. Dadurch spielen Partikel, welche kleiner als 85 µm groß sind, bei dieser Analyse keine Rolle. Durch das Quadrieren und Kubieren der Längen ist eindeutig zu erkennen, dass sich die Verteilungen in den Grobbereich verschieben.

6.2.1 Fazit der optischen Analysen

Die Untersuchungen der Partikeleigenschaften ergeben, dass es sich um eher flache Partikel handelt. Aufgrund dessen ist die Herangehensweise wie der OPC eine Volumenverteilung erstellt nicht für diese Partikelform geeignet. Für eine Analyse von sphärischen Partikeln ist es möglich, eine korrekte Aussage durch die OPC-Analyse zu treffen. Allerdings ist das Kubieren einer Länge für flache Partikel fehlerhaft. Auch die Analyse mithilfe eines Digitalmikroskops, wobei die Annahme der durchschnittlichen Partikelhöhe getroffen wurde, enthält Fehler.

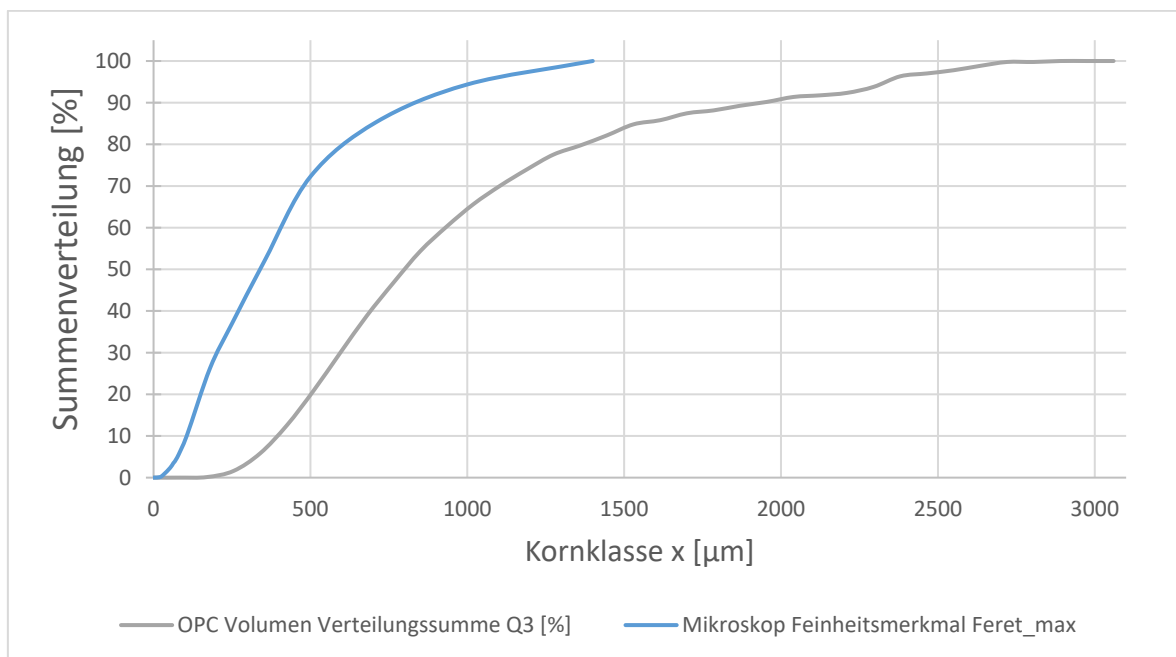


Abbildung 41: Vergleich der Mikroskop- und OPC-Analyse

Das Ausmaß der Fehlerinterpretation ist der Abbildung 41 zu entnehmen. Dabei handelt es sich um die Volumen-Summenverteilung des OPC (graue Kurve) und die Volumen-Summenverteilung des Mikroskops (blaue Kurve), wobei das Feinheitsmerkmal des maximalen Feret-Durchmessers gewählt wurde. Dieser gilt als eher vergleichbar, da somit die längste Länge des Partikels widerspiegelt wird.

7 Vergleich der Analyseverfahren

Der Vergleich verschiedener Analysemethoden gestaltet sich als komplexe Aufgabe. Jedes Analyseverfahren verwendet eine eigene Vorgehensweise zur Charakterisierung von Partikeln, wobei insbesondere die Form der untersuchten Partikel eine maßgebliche Rolle spielt. Zusätzlich sind die spezifischen Eigenschaften der Partikel von entscheidender Bedeutung. Bei dem zu untersuchenden Material handelt es sich um ein disperses Stoffsystem, welches hauptsächlich aus plattenartigen Partikeln besteht. Diese Partikelform sorgt dafür, dass sich je nach Betrachtung die Größe anders beschreiben lässt. Zudem ist es wichtig, die gewählte Mengengröße zu berücksichtigen, um mögliche Fehlinterpretationen zu vermeiden. Die nachfolgende Abbildung 42 verdeutlicht, dass es für die Charakterisierung von Partikeln auf ihre Größe keine eindeutige Definition gibt.

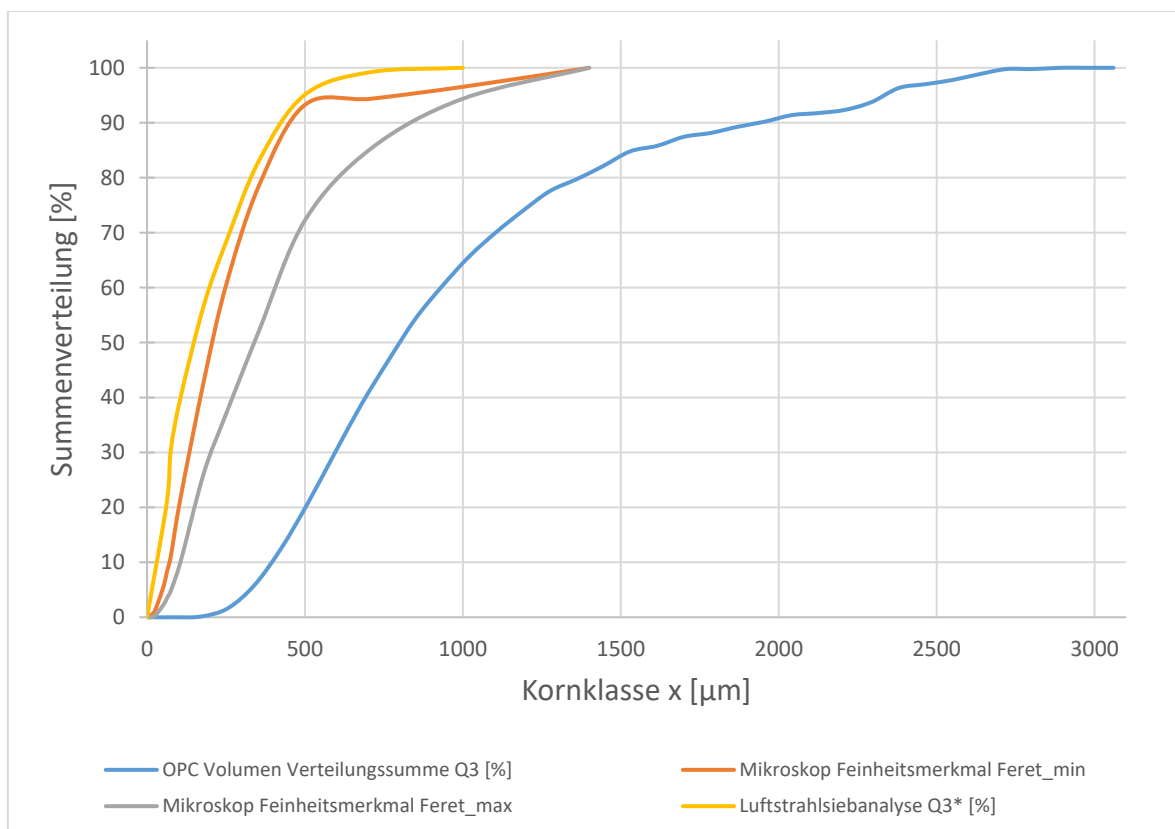


Abbildung 42: Vergleich der unterschiedlichen Analysemethoden

Die Abbildung 42 stellt die unterschiedlichen Summenverteilungen der angewandten Analyseverfahren dar. Bei der Untersuchung von unterschiedlichen Analyseverfahren ist darauf zu achten, dass es sich um die gleiche Mengenart handelt. In dieser Bachelorarbeit wurde als primäre Mengenart das Volumen bzw. die Masse gewählt. Der Unterschied zwischen einer Volumen- und einer Massenverteilung liegt lediglich in der Partikeldichte. Da es sich um dasselbe Schüttgut handelt, welches untersucht wurde und demzufolge dieselbe Partikeldichte aufweist, lassen sich die Analyseverfahren miteinander vergleichen. Die gelbe Kurve beschreibt die Ergebnisse der Lufstrahlsiebanalyse. Die rote Kurve stellt die der Mikroskopanalyse dar, wobei hierbei als Feinheitsmerkmal der minimale Feret-Durchmesser gewählt wurde. Bei einer Lufstrahlsiebanalyse passieren die Partikel die Siebmaschen mit ihrer kleinsten Länge, demzufolge lassen sich diese Arten gut miteinander vergleichen. Die Graphen verlaufen annähernd identisch, jedoch bildet die Luftstrahlsiebanalyse einen erhöhten Feinanteil ab. Der Grund der Divergenz kann aufgrund der Bildverarbeitung vom Mikroskop zurückzuführen sein. Bei dieser wurden die Kleinstpartikel aufgrund von Agglomeration weniger bis gar nicht berücksichtigt.

Bei der grauen Kurve handelt es sich um die ausgewerteten Daten des Mikroskops mit dem Feinheitsmerkmal des maximalen Feret-Durchmessers. Es lässt sich eindeutig ein Verschieben in die Grobfraktion erkennen. Die OPC-Analyse (blaue Kurve) nutzt zum Berechnen der Volumina ein Kubieren der längsten Länge eines Partikels, dies bewirkt eine verfälschte Wahrnehmung der Partikelform. Durch das Kubieren generiert der OPC formgleiche Würfel. Aus diesem Grund verläuft der Graph überdurchschnittlich weit in den Grobbereich. Der Vergleich ist somit zur Partikelcharakterisierung nicht anwendbar.

Betrachtet man die Anzahlverteilungen beider Analyseverfahren so lassen sich korrelierende Ergebnisse, bezogen auf das maximale Korn, erkennen.

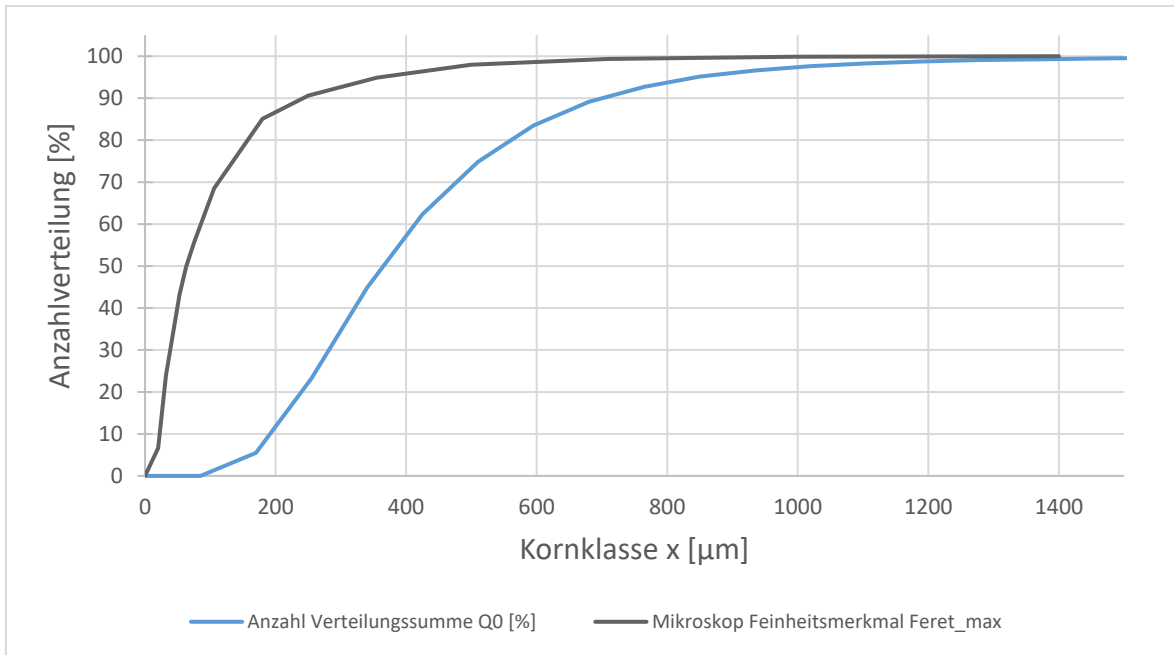


Abbildung 43: Anzahl Summenverteilung

Aufgrund der Tatsache, dass der OPC erst Partikel zwischen 85-170 µm erfasst, ist es schwer, für das gesamte Kornspektrum repräsentative Aussagen zu treffen. Die Abbildung 43 zeigt die graphische Darstellung der Anzahl Verteilungssummen vom OPC (blaue Kurve) und Mikroskop (schwarze Kurve). Hierbei lassen sich zur maximalen Partikelgröße identische Aussagen treffen. Die Partikel beider Analysen liegen zu 100 % kleiner als 1400 µm. Das bedeutet, dass ein Detektieren der größten Länge möglich ist und dass sich ein Überschreiten des maximalen Korn erkennen lässt.

7.1 Herausarbeitung der Vor- und Nachteile der OPC-Analyse

Diese Bachelorarbeit arbeitet heraus, wie eine Partikelcharakterisierung einzuordnen ist. Bezogen auf die Analyseverfahren ist zu sagen, dass die Partikelgrößen nicht eindeutig definiert werden können. Das Zusammenspiel mehrerer Faktoren ist von entscheidender Bedeutung. Für das Untersuchen von Schüttgütern, welches zur starken Agglomeration neigt, ist es notwendig, diese vorab zu dispergieren. Andernfalls ist die OPC-Analyse für diesen Anwendungsfall nicht geeignet. Außerdem lassen sich keine repräsentativen Aussagen im Feinbereich treffen.

Ein bedeutender Vorteil der OPC-Analyse liegt darin, dass Produktproben in Echtzeit aus dem Prozess entnommen werden können, um somit die Effizienz der Vermahlungsanlagen zu steigern. Durch die maximale Korngrößendetektierung ist es möglich, das gesamte Kornspektrum zu kategorisieren und Siebbrüche innerhalb des Vermahlungsprozesses zu erkennen. Dadurch lässt sich die OPC-Analyse weniger in die Partikelcharakterisierung einordnen, sondern vielmehr in die Schadensprävention und Qualitätssicherung innerhalb von Zerkleinerungsanlagen.

8 Fazit und Ausblick

Das Ziel dieser Bachelorarbeit war es, herauszufinden, ob die OPC-Analyse mit herkömmlichen Analysen vergleichbar ist. Zu Beginn wurden die theoretischen Grundlagen für die Partikelcharakterisierung erfasst. Im Zuge dessen sind mögliche Fehlerquellen aufgezählt worden, um danach die Versuche einzustufen. Des Weiteren wurden Untersuchungen zu den Partikeleigenschaften durchgeführt. Im Laufe der Ausarbeitung wurde klar, dass die Ergebnisse der Partikelgrößenanalyse abhängig von der Beschaffenheit der Schüttgüter sind. Für unterschiedliche Schüttgüter lassen sich nur dann repräsentative Aussagen zur Partikelgröße treffen, wenn eindeutige Spezifikationen wie die Mengengart und die Partikeleigenschaften bekannt sind. So lässt sich die Untersuchung der kleinsten Breite eines Partikels mittels Luftstrahlsiebanalyse durchführen. In diesem Fall wird die Größe der Partikel auf die kürzeste Länge der projizierten Fläche beschränkt. Wohingegen die Analyse mittels OPC ein anderes Ergebnis ergibt. Hierbei bezieht sich die Partikelgröße auf die längste Länge einer projizierten Partikelfläche. Um repräsentative Vergleiche ziehen zu können, muss vorab geklärt werden, auf welches Maß sich bezogen wird.

Mit dem Wissen wie die Verteilungen aus der OPC-Analyse berechnet werden und wie sich diese gegenüber anderen Verfahren verhalten, lassen sich Überschreitungen eines gesetzten Grenzwertes erkennen und Maßnahmen in einem Vermahlungsprozess einleiten. Es ist nicht möglich, diese Vergleichbarkeit auf der Grundlage eines mathematischen Faktors zu verallgemeinern. Für jede neu vermahlene Rezeptur muss eine Vergleichsanalyse durchgeführt werden, um eine Vergleichbarkeit herstellen zu können. Die OPC-Analyse ersetzt daher nicht die herkömmliche Analyse mit einem Luftstrahlsieb oder einem Vibrationssiebturn.

8.1 Ausblick auf potenzielle Weiterentwicklungen der OPC-Analyse

Der aktuelle Entwicklungsstand der OPC-Technologie befindet sich noch in den Anfängen. Um eine repräsentative Partikelcharakterisierung zu gewährleisten, bedarf es einer fortlaufenden Weiterentwicklung. Es ist wichtig zu beachten, dass bei der OPC-Analyse Agglomerate als einzelne Partikel betrachtet werden. Die Untersuchung mithilfe eines Laserbeugungsspektrometers hat gezeigt, dass eine Dispergierung mittels Ultraschall möglich ist. Dabei kann eine Modifikation der Probenaufbereitung innerhalb des OPC-Fallrohrs in Betracht gezogen werden. Zudem müssen die Partikeleigenschaften untersucht werden, denn nur formgleiche und dispergierte Partikel lassen sich mit dem OPC analysieren, die Partikelform muss bekannt sein. Des Weiteren ist es wichtig, die Schwerkraftbewegung der Partikel zu gewährleisten, alternativ kann ein künstlich erzeugter Luftstrom genutzt werden, um eine gezielte Zuführung in den Messbereich zu ermöglichen.

Die Abschattungsmethode der OPC-Analyse führt zu weiteren Einschränkungen, da Partikel kleiner als 85 µm nicht detektiert werden können, was das erfasste Kornspektrum begrenzt. In Bezug auf die Schadensprävention in Vermahlungsprozessen ist der OPC in seiner aktuellen Form einsatzfähig. Durch die Festlegung eines oberen Grenzwerts können Überschreitungen erkannt werden, was wiederum mit Schäden in der Vermahlungsanlage in Verbindung gebracht werden kann. Die Inlineanalyse ermöglicht eine sofortige Intervention im Prozess, um die Qualität des Produkts zu sichern bzw. zu steigern.

Abschließend lässt sich sagen: Die Weiterentwicklung und mögliche Modifikationen des OPC können zu einer Preiserhöhung führen, jedoch auch ein enormes Potential in Bezug auf Qualität und Prozesssicherheit mit sich bringen. Aufgrund der Tatsache, dass es sich bei dem OPC um eine Inlineanalyse handelt, lassen sich somit immense Zeitersparnisse hervorgerufen. Allerdings muss abgeschätzt werden in welcher Relation der Preisanstieg zu den aktuellen und zu den bevorstehenden Möglichkeiten steht. Dementsprechend müssen Kostenkalkulationen durchgeführt werden, um die Wirtschaftlichkeit einer Inlineanalyse beurteilen zu können.

Literatur- und Quellenverzeichnis

- [1] Tietjen Verfahrenstechnik GmbH, „Tietjen Broschüre, Zerkleinerungstechnik für Ihre Anwendung,“ 2023. [Online]. Available: <http://www.tietjen-original.com>. [Zugriff im Januar 2024].
- [2] M. Stieß, Mechanische Verfahrenstechnik-Partikeltechnologie 1, 3. Auflage, Berlin, Deutschland: Springer, 2009.
- [3] Prof. Dr.-. Ing. M. Geweke, Mechanische Verfahrenstechnik 1+2, Hamburg, Deutschland, 2023.
- [4] K. Düffels, „Laborpraxis,“ Laborpraxis, 19. April 2021. [Online]. Available: <https://www.laborpraxis.vogel.de/10-fehler-bei-der-partikelanalyse-a-0bc522dbcc4a73ba5e56c7ebc4b961b6/>. [Zugriff am 29. Februar 2024].
- [5] D. Schulze, Pulver und Schüttgüter, Deutschland: Springer-Verlag GmbH, 2019.
- [6] V. L. Karl Schwister, Verfahrenstechnik für Ingenieure, 3. Auflage, München: Carl Hanser Verlag, 2019.
- [7] „Retsch,“ Retsch GmbH, [Online]. Available: <https://www.retsch.de/>. [Zugriff am 20. Februar 2024].
- [8] K. Dybeck, Interviewee, *online particle Controler*. [Interview]. 2. Februar 2024.
- [9] *ISO 3310-1:2016*, Schweiz, 2016.
- [10] *Deutsches Institut für Normung e.V. DIN 66165, Teil 1+2*, Berlin, Deutschland: Beuth Verlag GmbH, 2016-2021.
- [11] „PK Elektronik Vertriebs GmbH,“ KERN & SOHN GmbH, [Online]. Available: <https://www.pkelektronik.com/kern-prazisionswaage-pcb-2500-2-ablesbarkeit-0-01g-max-2500g.html>. [Zugriff am 3. März 2024].
- [12] A. Wittig, „GeoGebra, Wahrscheinlichkeiten oder Wahrscheinlichkeitsrechnung, Baumdiagramm,“ GeoGebra, 2024. [Online]. Available: <https://www.geogebra.org/m/TEXkgCKn>. [Zugriff am 29. Februar 2024].

- [13] F. Kurt Retsch GmbH Co. KG, *Bedienungsanleitung Analysensiebmaschine Typ AS 200 control*, Deutschland: F. Kurt Retsch GmbH Co. KG, 1998.
- [14] Hosokawa Alpine AG, „Hosokawa Alpine, Alpine Luftstrahlsieb e200 LS Produktkatalog,“ 2022. [Online]. Available: https://www.hosokawa-alpine.de/fileadmin/user_upload/content/Mechanische_Verfahrenstechnik/Maschinen/Luftstrahlsieb_und_Laborgeraete/Luftstrahlsieb/0061-DE-2022-05-Luftstrahlsieb.pdf. [Zugriff am 4. März 2024].
- [15] K. D. GmbH, „Keyence, VHX-7000 Digitalmikroskop Katalog,“ 2022. [Online]. Available: <https://www.keyence.de/mykeyence/?ptn=001>. [Zugriff am 5. März 2024].
- [16] W. Rasband, „ImageJ open source software,“ 1997, 2010. [Online]. Available: <https://imagej.net/ij/index.html>. [Zugriff am 29. Januar 2024].
- [17] T. F. S. Inc., „Pycnomatic ATC, For solids and powders density,“ Italien, 2007.
- [18] L. Figura, *Lebensmittelphysik, 2. Auflage, Physikalische Kenngrößen-Messung und Anwendung*, Deutschland: Springer-Verlag GmbH, 2021.
- [19] W. Müller, *Mechanische Verfahrenstechnik und ihre Gesetzmäßigkeiten, 3. Auflage*, Berlin: Walter de Gruyter GmbH, 2022.
- [20] D. I. GmbH, „DYNA Instruments,“ April 2020. [Online]. Available: <http://www.dynainstruments.com>. [Zugriff am 22. Januar 2024].
- [21] B. f. Straßenwesen, „Kornformbeurteilung mit dem optischen Partikelmessgerät Camsizer,“ Carl Schünemann Verlag GmbH, Bergisch Gladbach, 2014.
- [22] H. K. Dr. Günther Croll, „Neue Technik der Partikelgrößenbestimmung,“ *Mühle+Mischfutter Heft 12*, pp. 1-2, 17. Juni 2010.
- [23] H. Sievers, „Micromeritics,“ 3. September 2020. [Online]. Available: <http://www.micromeritics.com>. [Zugriff am 25. Januar 2024].
- [24] H. & Boecker, „Haver&Boecker Die Drahtweber, Partikelanalyse,“ Juli 2022. [Online]. Available: <http://www.haver-partikelanalyse.com>. [Zugriff am 22. Januar 2024].

Alle Bilder, Tabellen und Texte ohne Verzeichniserwähnung sind selbst erstellt.

Anhangsverzeichnis

Anhang A: Durchführung von Siebanalysen mit dem Vibrationssiebturm, Tietjen	XVI
Anhang B: Durchführung von Siebanalysen mit dem Luftstrahlsieb, Tietjen	XVII
Anhang C: DIN 66165-1 Tabelle 2	XVIII
Anhang D: DIN ISO 3310-1 Tabelle 1	XIX
Anhang E: Laserbeugungsanalyse	XX
Anhang F: Ausschnitt der Mikroskopanalyse	XXI
Anhang G: Mikroskopanalyse Feinheitsmerkmal, mittlerer Feret-Durchmesser	XXII
Anhang H: Mikroskopanalyse Feinheitsmerkmal, minimaler und maximaler Feret-Durchmesser	XXIII
Anhang I: OPC-Analyse Teil 1	XXIV
Anhang J: OPC-Analyse Teil 2	XXV
Anhang K: Luftstrahlsiebanalyse Rezeptur 1, HAW	XXVI
Anhang L: Luftstrahlsiebanalyse Rezeptur 2, HAW	XXVII
Anhang M: Siebanalyse Rezeptur 1+2, Tietjen	XXVIII

Anhang A: Durchführung von Siebanalysen mit dem Vibrationssiebturm, Tietjen

6.1_Vertrieb

Technikum

TIETJEN

Arbeitsanweisung

Durchführung von Siebanalysen

VERFAHRENSTECHNIK GMBH

Durchführung von Siebanalysen mit dem Vibrationssiebturm der Firma Retch

1.) Auswahl der Siebmaschine:

Der Siebturm wird üblicherweise bei größeren Produkten verwendet. Bei Siebmaschenweiten kleiner 200 – 100 μ wird die Analyse ungenau. In dem Fall ist das Luftstrahlsieb zu verwenden. Die Grenze ist produktabhängig und muss vom Laboranten beurteilt werden. Im Protokoll ist die verwendete Siebmaschine zu vermerken.

2.) Durchführung einer Analyse mit dem Siebturm:

Eine Siebanalyse mit dem Siebturm wird üblicherweise mit einer repräsentativen Probe von ca. 100g durchgeführt. Bei Produkten mit niedrigem Schüttgewicht von deutlich weniger als 0,5 kg/l muss die Probemenge auf 50g oder weniger reduziert werden.

Die Auswahl der Siebe erfolgt entsprechend des erwarteten Kornspektrums. Die maximale Anzahl der Siebe ist durch die Höhe der Siebmaschine begrenzt. Der Turm wird so zusammen-gestellt, dass sich das Sieb mit der größten Maschenweite oben, und das feinste Sieb unten direkt über der Feinstaubsammelschale befindet. Für die feinen Siebe können bei Bedarf Siebhilfsmittel wie Bürsten oder Kugeln verwendet werden. Im Protokoll vermerken! Bei Produkten, die sich elektrostatisch aufladen, können die Siebe vor dem Einsetzen mit Antistatikspray aus dem Phonohandel eingesprüht werden.

Die Siebzeit beträgt üblicherweise 10 Minuten. Abweichende Siebzeiten sind im Protokoll zu vermerken. Die Siebschwingweite soll auf einen möglichst hohen Wert eingestellt werden, der Wert ist im Protokoll zu vermerken.

Bei einer Versuchsreihe sollen Zusammenstellung der Siebe, Schwingungsweite und Zeit nicht verändert werden, um die Vergleichbarkeit sicherzustellen.

Die Rückstände auf den einzelnen Sieben werden gewogen. Damit die Ergebnisse vergleichbar werden mit Analysen anderer Labore, muss die Summenverteilung gebildet werden und in Prozent ausgedrückt werden.

3.) Siebe:

Für den Siebturm stehen folgende Siebe zur Verfügung:

32 63 100 160180 244 250 355 500710 1000
1400 2000 2800 4000

Die Auswahl der Siebe richtet sich nach der Partikelgröße und nach den Erfordernissen des Prozesses und der Qualitätssicherung.

Anhang B: Durchführung von Siebanalysen mit dem Luftstrahlsieb, Tietjen

6.1_Vertrieb

Technikum

TJETJEN

Arbeitsanweisung

Durchführung von Siebanalysen

VERFAHRENSTECHNIK GMBH

Durchführung von Siebanalysen mit den Luftstrahlsieb der Firma Koller

1.) Auswahl der Siebmaschine:

Das Luftstrahlsieb wird üblicherweise für eine genauere Analyse mit Siebmaschenweiten kleiner 200 – 100µ eingesetzt.

2.) Durchführen einer Analyse mit dem Luftstrahlsieb:

Bei dem Luftstrahlsieb werden separate Analysen für jedes Sieb durchgeführt. Für eine Siebanalyse wird eine repräsentative Probe von 10 g abgewogen. Die Probe wird dem feinsten Sieb aufgegeben und Siebmaschine und Staubsauger entsprechend unten angegebener Werte eingeschaltet. Nach der Siebung wird die verbliebene Probe gewogen und dem nächst gröberen Sieb aufgegeben, u.s.w.

Da das Feingut durch die Siebe gesaugt wird und im Staubsauger verloren ist, erhalten wir beim Luftstrahlsieb direkt die Rückstands-Summenverteilung. Beträgt die Anfangsprobe exakt 10,0g, können die gewogenen Rückstandsgewichte mit 10 multipliziert werden, und man erhält direkt die Summenverteilung in Prozent.

Bei sich elektrostatisch aufladenden Produkten wie Spelzen sollte der Kunststoffdeckel der Siebmaschine mit Antistatikspray eingesprüht werden.

Empfohlene Siebzeiten:

- ≤ 50µ: 3 Minuten
- ≤ 80µ: 2,5 Minuten
- ≤ 150µ: 2 Minuten
- > 150µ: 1,5 Minuten

Die Siebzeiten können bei schwierigen Produkten verlängert werden und müssen dann im Protokoll vermerkt werden.

Bei einer Versuchsreihe sollen Zusammenstellung der Siebe und Siebzeiten nicht verändert werden, um die Vergleichbarkeit sicherzustellen.

Die Rückstände auf den einzelnen Sieben werden gewogen. Damit die Ergebnisse vergleichbar werden mit Analysen anderer Labore, muss die Summenverteilung gebildet werden und in Prozent ausgedrückt werden.

3.) Siebe:

Für das Luftstrahlsieb stehen folgende Siebe zur Verfügung:

32 63 100 160 180 244 250 355 500 710 1000

Die Auswahl der Siebe richtet sich nach der Partikelgröße und nach den Erfordernissen des Prozesses und der Qualitätssicherung.

Anhang C: DIN 66165-1 Tabelle 2

DIN 66165-1:2016-08

minimale Analysenmenge der einzelnen Siebfractionen sollte den Anforderungen an den Stichprobenumfang und der Präzision der benutzten Waage entsprechen.

Tabelle 2 — Größte zulässige Schüttvolumina des Siebrückstandes

Nennöffnungsweite des Siebbodens w mm	Größtes zulässiges Schüttvolumen des Siebrückstandes je Flächeneinheit des Siebbodens V_F $\text{cm}^3 \cdot \text{dm}^{-2}$
125,000	580,0
90,000	470,0
63,000	370,0
45,000	290,0
31,500	230,0
22,400	180,0
16,000	145,0
11,200	115,0
8,000	90,0
5,600	70,0
4,000	55,0
2,800	45,0
2,000	35,0
1,400	30,0
1,000	20,0
0,710	18,0
0,500	14,0
0,355	11,0
0,250	9,0
0,180	7,0
0,125	6,0
0,090	4,0
0,063	4,0
0,045	3,0
0,032	2,0
0,020	2,0
0,016	1,5
0,010	1,0

Anhang D: DIN ISO 3310-1 Tabelle 1

ISO 3310-1:2016(E)

Table 1 — Maximum permissible errors of apertures and wire diameters

Values in mm

Nominal aperture sizes, w^a			Maximum permissible errors on aperture size			Nominal sizes of wire diameters, d			
Principal sizes	Supplementary sizes		For any aperture size	For average aperture size	Maximum standard deviation	Preferred sizes	Permissible range of choice		
	(2)	(3)					(7)	(8)	(9)
R 20/3	R 20	R 40/3	+X	$\pm Y$	σ_0	d_{nom}	d_{max}	d_{min}	
(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)	(7)	(8)	(9)	
125	125	125	4,056	3,296	b	8	9,2	6,8	
						112	3,739	2,960	8
		106	3,590	2,805		6,3	7,2	5,4	
		100	3,438	2,649		6,3	7,2	5,4	
	90	90	90	3,180		2,389	6,3	7,2	5,4
		80		2,915		2,129	6,3	7,2	5,4
			75	2,779		1,999	6,3	7,2	5,4
			71	2,668		1,894	5,6	6,4	4,8
	63	63	63	2,443		1,685	5,6	6,4	4,8
		56		2,240		1,501	5	5,8	4,3
		53	2,150	1,423	5	5,8	4,3		
	50		2,060	1,344	5	5,8	4,3		
45	45	45	1,906	1,212	1,000	4,5	5,2	3,8	
	40		1,748	1,080	1,000	4,5	5,2	3,8	
		37,5	1,667	1,014	1,000	4,5	5,2	3,8	
	35,5		1,601	0,961	1,000	4	4,6	3,4	
31,5	31,5	31,5	1,467	0,855	0,907	4	4,6	3,4	
	28		1,345	0,762	0,801	3,55	4,1	3	
		26,5	1,292	0,722	0,757	3,55	4,1	3	
	25		1,238	0,682	0,714	3,55	4,1	3	
22,4	22,4	22,4	1,143	0,613	0,641	3,55	4,1	3	
	20		1,052	0,548	0,575	3,15	3,6	2,7	
		19	1,013	0,522	0,547	3,15	3,6	2,7	
	18		0,974	0,495	0,520	3,15	3,6	2,7	
16	16	16	0,894	0,441	0,467	3,15	3,6	2,7	
	14		0,811	0,387	0,413	2,8	3,2	2,4	
		13,2	0,777	0,365	0,392	2,8	3,2	2,4	
	12,5		0,747	0,346	0,374	2,5	2,9	2,1	
11,2	11,2	11,2	0,690	0,311	0,339	2,5	2,9	2,1	
	10		0,636	0,279	0,307	2,5	2,9	2,1	
		9,5	0,613	0,265	0,294	2,24	2,6	1,9	
	9		0,589	0,251	0,281	2,24	2,6	1,9	

NOTE All aperture sizes apply for plain weave.

^a In accordance with ISO 565:1990, Table 1.

^b On account of the small number of apertures to be measured, the calculation of the parameter σ_0 has no physical reality.

Anhang E: Laserbeugungsanalyse

Probe 5 mass mit US, Rezeptur 1			Probe 8 trocken, Rezeptur 1		
Partikelgröße	Verteilungsdichte q3	Verteilungssumme Q3, nass mit US	Partikelgröße	Verteilungsdichte q3	Verteilungssumme Q3, trocken ohne US
[µm]	[%]	[%]	[µm]	[%]	[%]
0,3752	0,0049	0	0,3751	0	0
0,4119	0,0086	0,0049	0,4118	0	0
0,4521	0,0130	0,0134	0,4521	0	0
0,4963	0,0195	0,0264	0,4963	0	0
0,5449	0,0265	0,0459	0,5448	0	0
0,5981	0,0344	0,0724	0,5980	0	0
0,6566	0,0436	0,1068	0,6565	0	0
0,7208	0,0544	0,1504	0,7207	0	0
0,7913	0,0671	0,2048	0,7911	0	0
0,8686	0,0815	0,2719	0,8685	0	0
0,9536	0,0980	0,3535	0,9534	0	0
1,0468	0,1167	0,4515	1,0466	0	0
1,1491	0,1375	0,5682	1,1489	0	0
1,2615	0,1600	0,7056	1,2612	0	0
1,3848	0,1840	0,8657	1,3845	0	0
1,5202	0,2090	1,0497	1,5199	0	0
1,6688	0,2349	1,2587	1,6685	0	0
1,8319	0,2612	1,4936	1,8316	0	0
2,0110	0,2873	1,7548	2,0107	0	0
2,2076	0,3129	2,0421	2,2073	0	0
2,4234	0,3374	2,3550	2,4230	0	0
2,6603	0,3606	2,6924	2,6599	0	0
2,9204	0,3820	3,0530	2,9200	0	0
3,2059	0,4013	3,4350	3,2055	0	0
3,5193	0,4181	3,8363	3,5188	0	0
3,8634	0,4324	4,2544	3,8628	0	0
4,2411	0,4441	4,6868	4,2405	0	0
4,6557	0,4533	5,1309	4,6551	0	0
5,1109	0,4601	5,5842	5,1102	0	0
5,6105	0,4648	6,0443	5,6098	0	0
6,1590	0,4683	6,5091	6,1582	0,0004	0,0004
6,7611	0,4713	6,9774	6,7603	0,0006	0,0006
7,4221	0,4752	7,4487	7,4212	0,0034	0,0034
8,1477	0,4816	7,9239	8,1467	0,0106	0,0041
8,9443	0,4931	8,4056	8,9432	0,0240	0,0147
9,8187	0,5129	8,8986	9,8175	0,0440	0,0387
10,7786	0,5454	9,4115	10,7773	0,0732	0,0827
11,8323	0,5944	9,9569	11,8309	0,1128	0,1558
12,9891	0,6629	10,5514	12,9876	0,1651	0,2687
14,2589	0,7520	11,2143	14,2573	0,2314	0,4338
15,6529	0,8601	11,9663	15,6512	0,3126	0,6652
17,1832	0,9821	12,8264	17,1813	0,4094	0,9778
18,8630	1,1074	13,8085	18,8610	0,5169	1,3872
20,7071	1,2216	14,9158	20,7050	0,6292	1,9040
22,7315	1,3087	16,1374	22,7292	0,7356	2,5333
24,9538	1,3575	17,4461	24,9513	0,8267	3,2689
27,3934	1,3655	18,8036	27,3906	0,8989	4,0956
30,0714	1,3407	20,1692	30,0685	0,9476	4,9946
33,0113	1,2974	21,5098	33,0081	0,9861	5,9422
36,2385	1,2507	22,8072	36,2352	1,0192	6,9282
39,7813	1,2114	24,0579	39,7777	1,0678	7,9475
43,6704	1,1841	25,2693	43,6665	1,1346	9,0153
47,9397	1,1693	26,4534	47,9356	1,2226	9,9020
52,6264	1,1656	27,6226	52,6220	1,3238	11,3726
57,7713	1,1721	28,7882	57,7666	1,4221	12,6964
63,4192	1,1881	29,9603	63,4141	1,5162	14,1185
69,6192	1,2110	31,1484	69,6138	1,5957	15,6347
76,4253	1,2354	32,3594	76,4196	1,6784	17,2303
83,8969	1,2541	33,5948	83,8907	1,7652	18,9088
92,0988	1,2626	34,8490	92,0923	1,8740	20,6740
101,1030	1,2644	36,1116	101,0960	2,0027	22,5479
110,9970	1,2710	37,3760	110,9790	2,1515	24,5506
121,8370	1,2938	38,6470	121,8290	2,3109	26,7021
133,7480	1,3328	39,9408	133,7400	2,4641	29,0131
146,8240	1,3685	41,2735	146,8150	2,5979	31,4771
161,1770	1,3679	42,6420	161,1680	2,6933	34,0750
176,9350	1,3044	44,0099	176,9250	2,7494	36,7682
194,2320	1,1828	45,3143	194,2220	2,7724	39,5177
213,2210	1,0476	46,4971	213,2100	2,7879	42,2901
234,0660	0,9618	47,5447	234,0540	2,8241	45,0780
256,9480	0,9785	48,5065	256,9360	2,9043	47,9020
282,0680	1,1267	49,4850	282,0560	3,0361	50,8063
309,6440	1,4075	50,6117	309,6310	3,2061	53,8424
339,9160	1,7895	52,0191	339,9020	3,3860	57,0486
373,1470	2,2181	53,8087	373,1320	3,5408	60,4345
409,6260	2,6382	56,0268	409,6110	3,6408	63,9753
449,6720	3,0116	58,6649	449,6570	3,6685	67,6161
493,6330	3,3174	61,6765	493,6170	3,6179	71,2845
541,8920	3,5466	64,9939	541,8760	3,4966	74,9024
594,8690	3,6930	68,5406	594,8520	3,3151	78,3989
653,0250	3,7547	72,2336	653,0080	3,0874	81,7141
716,8660	3,7284	75,9883	716,8490	2,8220	84,8014
786,9490	3,6116	79,7167	786,9320	2,5335	87,6234
863,8630	3,4065	83,3283	863,8660	2,2350	90,1570
948,3380	3,1127	86,7347	948,3220	1,9414	92,3920
1,041,0500	2,7351	89,8474	1,041,0300	1,6627	94,3334
1,142,8300	2,2979	92,5825	1,142,8100	1,4163	95,9961
1,254,5500	1,8167	94,8804	1,254,5400	1,2032	97,4124
1,377,2000	1,3331	96,6971	1,377,1900	0,8428	98,6156
1,511,8400	0,9037	98,0302	1,511,8300	0,4295	99,4584
1,659,6400	0,6180	98,9339	1,659,6300	0,1016	99,8878
1,821,8900	0,4481	99,5519	1,821,8800	0,0105	99,9895
2,000		100	2,000	0	100

Anhang

Anhang F: Ausschnitt der Mikroskopanalyse

Messung	Area	Volumen	Maximaler Feretdurchmesser	Minimaler Feretdurchmesser	Mittlerer Feretdurchmesser	Messung	Area	Volumen	Maximaler Feretdurchmesser	Minimaler Feretdurchmesser	Mittlerer Feretdurchmesser	Messung	Area	Volumen	Maximaler Feretdurchmesser	Minimaler Feretdurchmesser	Mittlerer Feretdurchmesser
	Fläche	Volumen pro Partikel (Stampfdichte)	Maximaler Feretdurchmesser	Minimaler Feretdurchmesser	(Feret+MinFeret)/2		Fläche	Volumen pro Partikel (Stampfdichte)	Maximaler Feretdurchmesser	Minimaler Feretdurchmesser	(Feret+MinFeret)/2		Fläche	Volumen pro Partikel (Stampfdichte)	Maximaler Feretdurchmesser	Minimaler Feretdurchmesser	(Feret+MinFeret)/2
	[µm ²]	[µm ³]	[µm]	[µm]	[µm]		[µm ²]	[µm ³]	[µm]	[µm]	[µm]		[µm ²]	[µm ³]	[µm]	[µm]	[µm]
8	102	67978,21071	13,601	10,607	12,104	111	170	113297,0179	46,872	7,891	27,3815	8	102	67978,21071	13,601	10,607	12,104
6	102	67978,21071	13,928	10,607	12,2675	24	114	75975,64727	19,647	8	13,8235	6	102	67978,21071	13,928	10,607	12,2675
2	100	66645,30462	14,56	9,979	12,2895	11	104	69311,11681	21,84	8,237	15,0385	3	100	66645,30462	14,142	10,733	12,4375
12	104	69311,11681	14,765	10	12,3825	10	103	68644,66376	18,385	8,433	13,409	13	106	70644,0229	14,318	11	12,659
3	100	66645,30462	14,142	10,733	12,4375	45	126	83973,08382	40,853	8,468	24,6605	16	111	73976,28813	14,318	11	12,659
5	102	67978,21071	15	10	12,5	41	124	82640,17773	21,095	8,497	14,796	36	121	80640,81859	14,318	11,885	13,1015
9	103	68644,66376	15,811	9,192	12,5015	61	135	89971,16124	27,659	8,558	18,1085	42	124	82640,17773	14,318	12	13,159
13	106	70644,0229	14,318	11	12,659	77	147	97968,59779	29,155	8,582	18,8685	2	100	66645,30462	14,56	9,979	12,2695
16	111	73976,28813	14,318	11	12,659	69	142	94636,33256	24,988	8,769	16,7335	21	114	75975,64727	14,56	10,791	12,6755
15	110	73309,83508	14,866	10,461	12,6635	72	143	95302,78561	28,32	8,963	18,6415	44	126	83973,08382	14,56	12,728	13,644
21	114	75975,64727	14,56	10,791	12,6755	25	115	76642,10032	17,464	9	13,232	12	104	69311,11681	14,765	10	12,3825
28	116	77308,55336	14,866	11	12,933	119	175	116629,2831	27,893	9	18,4465	15	110	73309,83508	14,866	10,461	12,6635
1	100	66645,30462	15,62	10,286	12,953	84	150	99967,95693	26,571	9,047	17,809	28	116	77308,55336	14,866	11	12,933
36	121	80640,81859	14,318	11,885	13,1015	62	136	90637,61429	25,807	9,05	17,4285	20	113	75309,19422	14,866	12,4	13,633
19	112	74642,74118	15,62	10,607	13,1135	9	103	68644,66376	15,811	9,192	12,5015	5	102	67978,21071	15	10	12,5
18	112	74642,74118	15,264	11	13,132	46	127	84639,53687	21,095	9,43	15,2625	39	122	81307,27164	15,232	12	13,616
42	124	82640,17773	14,318	12	13,159	102	164	109298,2996	42,544	9,466	26,02	18	112	74642,74118	15,264	11	13,132
25	115	76642,10032	17,464	9	13,232	37	122	81307,27164	23,431	9,613	16,522	30	117	77975,00641	15,264	11,628	13,432
31	117	77975,00641	16,155	10,394	13,2745	127	178	118628,6422	25,71	9,656	17,683	52	129	85972,44296	15,297	12	13,6485
33	118	78641,45945	16,763	9,799	13,281	33	118	78641,45945	16,763	9,799	13,281	93	153	101967,3161	15,524	14	14,765
26	115	76642,10032	15,811	10,8	13,3055	66	140	93303,42647	20,809	9,965	15,387	1	100	66645,30462	15,62	10,286	12,953
22	114	75975,64727	16,643	10,07	13,3565	2	100	66645,30462	14,56	9,979	12,2695	19	112	74642,74118	15,62	10,607	13,1135
14	108	71976,92899	16,643	10,119	13,381	12	104	69311,11681	14,765	10	12,3825	17	112	74642,74118	15,62	11,314	13,467
10	103	68644,66376	18,385	8,433	13,409	5	102	67978,21071	15	10	12,5	9	103	68644,66376	15,811	9,192	12,5015
30	117	77975,00641	15,264	11,628	13,446	43	125	83306,63078	18,248	10	14,124	26	115	76642,10032	15,811	10,8	13,3055
17	112	74642,74118	15,62	11,314	13,467	75	144	95969,23866	20,881	10	15,4405	27	116	77308,55336	15,811	11,314	13,5625
4	100	66645,30462	17,088	10,002	13,545	4	100	66645,30462	17,088	10,002	13,545	63	138	91970,52038	15,811	12	13,9055
35	120	79974,36555	16,125	11	13,5625	22	114	75975,64727	16,643	10,07	13,3565	50	129	85972,44296	15,811	12,021	13,916
27	116	77308,55336	15,811	11,314	13,5625	14	108	71976,92899	16,643	10,119	13,381	35	120	79974,36555	16,125	11	13,5625
39	122	81307,27164	15,232	12	13,616	1	100	66645,30462	14,56	10,286	12,2695	68	142	94636,33256	16,125	12	13,5625
20	113	75309,19422	14,866	12,4	13,633	31	117	77975,00641	16,155	10,394	13,2745	82	149	99301,50389	16,125	13	14,5625
57	133	88638,25515	16,279	11	13,6395	105	165	109964,7526	16,138	10,394	13,2745	31	117	77975,00641	16,155	10,394	13,2745
44	126	83973,08382	14,56	12,728	13,644	15	110	73309,83508	14,866	10,461	12,6635	57	133	88638,25515	16,279	11	13,6395
52	129	85972,44296	15,297	12	13,6485	100	162	107965,3935	26,571	10,511	16,541	55	131	87305,34906	16,279	12,023	14,241
49	128	85305,98992	16,643	11	13,8215	56	132	87971,8021	17,72	10,522	14,121	85	151	100634,41	16,279	13	14,6395
24	114	75975,64727	15,811	8	13,8235	34	119	79307,9125	19,105	10,522	14,8135	58	133	88638,25515	16,401	12,481	14,441
51	129	85972,44296	16,763	10,983	13,873	227	254	169279,0737	41,183	10,537	25,86	64	139	92636,97342	16,492	12,369	14,4305
63	138	91970,52038	15,811	12	13,9055	8	102	67978,21071	13,601	10,607	12,104	22	114	75975,64727	16,643	10,7	13,3665
50	129	85972,44296	15,811	12,021	13,916	6	102	67978,21071	13,928	10,607	12,2675	14	108	71976,92899	16,643	10,119	13,381
48	128	85305,98992	17,088	11	14,044	19	112	74642,74118	15,62	10,607	12,104	49	128	85305,98992	16,643	11	13,8215
68	142	94636,33256	16,125	12	14,0625	3	100	66645,30462	14,142	10,733	12,4375	78	148	98635,05084	16,643	12,728	14,6855
56	132	87971,8021	17,72	10,522	14,121	47	127	84639,53687	17,889	10,733	14,311	33	118	78641,45945	16,763	9,799	13,281
43	125	83306,63078	18,248	10	14,124	67	140	93303,42647	19,698	10,733	15,2155	51	129	85972,44296	16,763	10,983	13,873
7	102	67978,21071	16,643	11,649	14,206	151	193	128625,4379	24,597	10,733	17,665	7	102	67978,21071	16,643	11,649	14,206
55	131	87305,34906	16,279	12,203	14,241	59	134	89304,70819	20,125	10,752	15,4385	53	131	87305,34906	16,279	11,628	14,314
47	127	84639,53687	17,889	10,733	14,311	21	114	75975,64727	14,56	10,791	12,6755	97	158	105299,5813	17,029	13,416	15,2225
53	131	87305,34906	17	11,628	14,314	26	115	76642,10032	15,811	10,8	13,3055	29	117	77975,00641	17,029	14,045	15,537
38	122	81307,27164	17,205	11,628	14,3165	81	149	99301,50389	19,235	10,885	15,06	4	100	66645,30462	17,088	10,002	13,545
64	139	92636,97342	16,492	12,369	14,4305	51	129	85972,44296	16,763	10,983	13,873	48	128	85305,98992	17,088	11	13,8215
58	133	88638,25515	16,401	12,481	14,441	13	106	70644,0229	14,318	11	12,659	103	164	109298,2996	17,088	14	15,444
60	135	89971,16124	17,889	11,068	14,4785	16	111	73976,28813	14,318	11	12,659	86	151	100634,41	17,088	14,749	15,9185
54	131	87305,34906	17,205	11,8	14,5025	28	116	77308,55336	14,866	11	12,933	38	122	81307,27164	17,205	11,628	14,4165
82	149	99301,50389	16,125	13	14,5625	18	112	74642,74118	15,264	11	13,132	54	131	87305,34906	17,205	11,8	14,5025
70	143	95302,78561	17,205	12,021	14,613	35	120	79974,36555	16,125	11	13,5625	70	143	95302,78561	17,205	12,021	14,613
85	151	100634,41	16,279	13	14,6395	57	133	88638,25515	16,279	11	13,6395	79	149	99301,50389	17,205	12,612	14,9085
78	148	98635,05084	16,643	12,728	14,6855	49	128	85305,98992	16,643	11	13,8215	114	172	114629,924	17,205	14	15,6025
23	114	75975,64727	18,028	11,446	14,737	48	128	85305,98992	17,088	11	14,044	131	183	121960,9075	17,263	14,849	16,056
74	143	95302,78561	17,493	12	14,7465	71	143	95302,78561	20,396	11	15,698	25	115	76642,10032	17,464	9	13,232
93	153	101967,3161	15,524	14	14,762	99	159	105966,0343	20,616	11	15,808	74	143	95302,78561	17,493	12	14,7465
41	124	82640,17773	21,095	8,497	14,796	113	171	113963,4709	21,095	11	16,0475	105	157	104633,1283	17,493	13,923	15,708
40	123	81973,72469	17,72	11,879	14,7995	60	135	89971,16124	17,889	11,068	14,4785	56					

Anhang G: Mikroskopanalyse Feinheitsmerkmal, mittlerer Feret-Durchmesser

Höhe	Volumen	Masse	Fläche	Anzahl
Durchschnittliche Höhe aller Partikel; h (Stampfdichte)	Gesamtvolumen des Partikelkollektivs; V_{ges} , berechnet mit der Stampfdichte	Gesamtmas se des Partikelkolle ktivs; m_{Ges}	Gesamtfläche des Partikelkollektivs ; A_{ges}	Gesamtanza hl
[μm]	[μm^3]	[g]	[μm^2]	
666,4530462	9069156366	0,0112	13608095	1643

Mikroskop Feinheitsmerkmal Feret_{mittel}

durchschnittliche Höhe aller Partikel, Dichteverteilung

Klasse mittlerer Feretdurchmesser [μm]		Anzahl [%]	Fläche		Volumen		
			[μm^2]	[%]	[μm^3]	[%]	
0-	20	214	13,02495435	36999	0,271889636	24658096,26	0,271889636
20-	32	322	19,5982958	131230	0,964352468	87458633,26	0,964352468
32-	53	292	17,77236762	307070	2,256524517	204647736,9	2,256524517
53-	63	102	6,208155813	195507	1,436696319	130296235,7	1,436696319
63-	75	101	6,14729154	285509	2,098082061	190278342,8	2,098082061
75-	106	192	11,68594035	934471	6,867022901	622781044,6	6,867022901
106-	180	233	14,18137553	2461249	18,08665357	1640306894	18,08665357
180-	250	77	4,686548996	1776682	13,056067	1184075131	13,056067
250-	355	63	3,834449178	2627900	19,31129963	1751371960	19,31129963
355-	500	31	1,886792453	2299004	16,89438529	1532178219	16,89438529
500-	710	14	0,852099817	1786888	13,13106647	1190876951	13,13106647
710-	1000	0	0	0	0	0	0
1000-	1400	2	0,121728545	765586	5,625960136	510227121,8	5,625960136
Summe:		1643	100	13608095	100	9069156366	100

durchschnittliche Höhe aller Partikel, Summenverteilung

Klasse mittlerer Feretdurchmesser [μm]		Anzahl		Volumen	
		[%]		[μm^3]	[%]
0-	20	0	0	0	0
20-	32	214	13,02495435	24658096,26	0,271889636
32-	53	536	32,62325015	112116729,5	1,236242104
53-	63	828	50,39561777	316764466,4	3,492766622
63-	75	930	56,60377358	447060702,1	4,929462941
75-	106	1031	62,75106512	637339044,9	7,027545002
106-	180	1223	74,43700548	1260120089	13,8945679
180-	250	1456	88,61838101	2900426983	31,98122147
250-	355	1533	93,30493001	4084502114	45,03728847
355-	500	1596	97,13937918	5835874074	64,3485881
500-	710	1627	99,02617164	7368052293	81,24297339
710-	1000	1641	99,87827145	8558929244	94,37403986
1000-	1400	1641	99,87827145	8558929244	94,37403986
1000-	1400	1643	100	9069156366	100

Anhang H: Mikroskopanalyse Feinheitsmerkmal, minimaler und maximaler Feret-Durchmesser

Mikroskop Feinheitsmerkmal Feret_{max}
durchschnittliche Höhe aller Partikel, Dichteverteilung

Klasse maximaler Feretdurchmesser [µm]	Anzahl [%]	Fläche		Volumen		
		[µm ²]	[%]	[µm ³]	[%]	
0- 20	109	6,634205721	15562	0,114358402	10371342,31	0,1143584
20- 32	285	17,34631771	84883	0,623768426	56570533,92	0,62376843
32- 53	317	19,29397444	220342	1,619197985	146847597,1	1,61919798
53- 63	108	6,573341449	150356	1,104901164	100205214,2	1,10490116
63- 75	94	5,721241631	180422	1,325843184	120242791,5	1,32584318
75- 106	213	12,96409008	720374	5,293716718	480095446,7	5,29371672
106- 180	272	16,55508217	2203245	16,19069385	1468359342	16,1906938
180- 250	91	5,538648813	1456755	10,70506195	970858807,3	10,705062
250- 355	70	4,260499087	2073627	15,23818727	1381975031	15,2381873
355- 500	51	3,104077906	2727237	20,04128425	1817575406	20,0412843
500- 710	22	1,339013999	1781565	13,09195005	1187329421	13,09195
710- 1000	9	0,547778454	1228141	9,025076618	818498310,6	9,02507662
1000- 1400	2	0,121728545	765586	5,625960136	510227121,8	5,62596014
Summe:	1643	100	13608095	100	9069156366	100

Mikroskop Feinheitsmerkmal Feret_{min}
durchschnittliche Höhe aller Partikel, Dichteverteilung

Klasse minimaler Feretdurchmesser [µm]	Anzahl [%]	Fläche		Volumen		
		[µm ²]	[%]	[µm ³]	[%]	
0- 20	407	24,77175898	102643	0,75427898	68406740,02	0,75427898
20- 32	293	17,83323189	203128	1,49269975	135375274,4	1,49269975
32- 53	269	16,37248935	478547	3,51663477	318929105,9	3,51663477
53- 63	102	6,208155813	343997	2,52788506	229257848,5	2,52788506
63- 75	84	5,112598904	372894	2,7402366	248516342,2	2,7402366
75- 106	191	11,62507608	1451224	10,664417	967172655,5	10,664417
106- 180	176	10,71211199	2902278	21,3275848	1934232014	21,3275848
180- 250	65	3,956177724	2363821	17,3706974	1575375706	17,3706974
250- 355	35	2,130249544	2483172	18,2477562	1654917544	18,2477562
355- 500	18	1,095556908	1990232	14,6253535	1326396179	14,6253535
500- 710	1	0,060864273	150573	1,1064958	100349834,5	1,1064958
710- 1000	1	0,060864273	294802	2,1663723	196471690,9	2,1663723
1000- 1400	1	0,060864273	470784	3,45958784	313755430,9	3,45958784
Summe:	1643	100	13608095	100	9069156366	100

durchschnittliche Höhe aller Partikel, Summenverteilung

Klasse maximaler Feretdurchmesser [µm]	Anzahl [%]	Volumen	
		[µm ³]	[%]
0	0	0	0
0- 20	109	10371342,31	0,1143584
20- 32	394	66941876,23	0,73812683
32- 53	711	213789473,3	2,35732481
53- 63	819	313994687,6	3,46222598
63- 75	913	434237479,1	4,78806916
75- 106	1126	914332925,8	10,0817859
106- 180	1398	2382692268	26,2724797
180- 250	1489	3353551075	36,9775417
250- 355	1559	4735526106	52,2157289
355- 500	1610	6553101512	72,2570132
500- 710	1632	7740430934	85,3489632
710- 1000	1641	8558929244	94,3740399
1000- 1400	1643	9069156366	100

durchschnittliche Höhe aller Partikel, Summenverteilung

Klasse minimaler Feretdurchmesser [µm]	Anzahl [%]	Volumen	
		[µm ³]	[%]
0	0	0	0
0- 20	407	68406740,02	0,75427898
20- 32	700	203782014,4	2,24697873
32- 53	969	522711120,3	5,7636135
53- 63	1071	751968968,8	8,29149855
63- 75	1155	1000485311	11,0317352
75- 106	1346	1967657967	21,6961522
106- 180	1522	3901889981	43,023737
180- 250	1587	5477265687	60,3944343
250- 355	1622	7132183231	78,6421905
355- 500	1640	8458579410	93,2675441
500- 710	1641	8558929244	94,3740399
710- 1000	1642	8755400935	96,5404122
1000- 1400	1643	9069156366	100

Anhang

Anhang I: OPC-Analyse Teil 1

	0	85	170	255	340	425	510	595	680	765	850	935	1020	1105	1190	1275	1360	1445
	0	0	939	2060	2000	1878	1106	893	424	212	181	60	45	45	60	60	30	0
	0	0	559	1864	2109	1841	1247	920	652	314	209	128	23	46	58	11	11	0
	0	0	637	1543	1951	2002	1352	739	727	561	153	102	114	25	51	25	12	0
	0	0	596	1980	2250	1750	1211	750	538	288	211	115	96	96	0	19	0	38
	0	0	527	1612	2221	1673	1379	831	557	375	334	192	101	30	50	30	20	10
	0	0	715	1869	2260	1837	1219	682	569	292	178	130	113	32	0	16	32	0
	0	0	395	1443	1786	1743	1283	1208	823	406	256	256	139	106	85	21	21	10
	0	0	659	2329	2865	1690	1113	453	329	226	82	123	0	0	41	41	0	20
	0	0	639	1824	2237	1970	1105	679	545	226	213	186	106	66	53	66	26	13
	0	0	361	2368	2565	1513	953	690	427	394	296	65	32	164	32	0	32	65
	0	0	338	1652	1851	1809	1446	942	694	495	297	165	123	57	24	33	16	0
	0	0	341	1414	1828	1600	1432	1067	725	437	395	263	143	71	95	41	47	11
	0	0	366	1501	1908	1630	1311	964	625	509	360	203	129	74	81	74	27	33
	0	0	320	1158	1669	1497	1420	1241	802	570	421	261	196	101	118	47	17	47
	0	0	383	1195	1902	1876	1413	994	680	541	279	165	253	130	78	17	0	52
	0	0	726	1972	1937	1660	1557	934	380	276	173	173	34	69	103	0	0	0
	0	0	436	1991	2482	1909	1296	914	381	204	163	109	27	27	0	27	27	0
	0	0	607	2000	2678	1607	892	821	428	250	285	71	71	35	0	35	0	0
	0	0	925	2222	2518	1814	925	555	518	222	111	74	111	0	0	0	0	0
	0	0	638	2076	2343	1751	1218	800	498	243	104	92	69	23	11	11	11	0
	0	0	400	1405	2400	1740	1351	918	670	335	291	97	151	54	64	32	10	21
	0	0	291	1542	2038	1736	1240	1003	701	550	334	172	140	97	64	43	10	21
	0	0	631	2149	2189	1854	1163	887	414	177	216	157	59	39	0	19	19	19
	0	0	696	1876	2359	1489	1237	696	502	251	290	77	96	77	38	116	19	19
	0	0	629	1529	1814	1844	1424	914	554	479	239	194	134	89	29	44	14	29
	0	0	513	1571	1956	1798	1254	938	592	405	296	167	118	148	69	69	49	9
q0 [%]	0	0,0000	5,4873	17,7481	21,5831	17,5042	12,5181	8,6281	5,6750	3,5531	2,4488	1,4604	1,0088	0,6542	0,4631	0,3450	0,1731	0,1604
Anzahl Verteilung:	0	0	5,4873	23,2354	44,8185	62,3227	74,8408	83,4688	89,1438	92,6969	95,1458	96,6062	97,6150	98,2692	98,7323	99,0773	99,2504	99,4108
q0 [Anzahl]	0	0	44,45985533	143,8003802	174,8727302	141,8246636	101,4253109	69,90733402	45,98059615	28,78812249	19,84130503	11,8324855	8,173961953	5,300778994	3,751991716	2,795296154	1,402322485	1,299485503
Q0 [Anzahl]	0	0	44,45985533	188,2602355	363,1329657	504,9576293	606,3829402	676,2902743	722,2708704	751,0589929	770,9002979	782,7327834	790,9067654	796,2075444	799,9595361	802,7548322	804,1571547	805,4566402
q2 [μm^3]	0	0	1284889,819	9350619,721	20215287,61	25617079,86	26380723,38	24748943,93	21261427,66	16847528,98	14335342,88	10344254,64	8504210,824	6472383,671	5313195,469	4544103,31	2593735,669	2713358,217
Q2 [μm^3]	0	0	1284889,819	10635509,54	30850797,15	56467877,01	82848600,39	107597544,3	128858972	145706501	160041843,8	170386098,5	178890309,3	185362693	190675888,4	195219991,8	197813727,4	200527085,6
q2 [%]	0	0	0,597713756	4,349784671	9,403884532	11,91672687	12,27196374	11,51288151	9,890535054	7,837247743	6,668611984	4,812010498	3,956046442	3,010867313	2,471628287	2,113856783	1,206571542	1,26221837
Flächen Verteilun	0	0	0,597713756	4,947498427	14,35138296	26,26810983	38,54007357	50,05295508	59,94349014	67,78073788	74,44934987	79,26136036	83,21740681	86,22827412	88,69990241	90,81375919	92,02033073	93,2825491
q3 [μm^3] Würfel	0	0	218431269,2	2384408029	6873197787	10887258942	13454168922	14725621637	14457770810	12888359671	12185041451	9671878087	8674295040	7151983957	6322702608	5793731720	3527480509	3920802624
Q3 [μm^3] Würfel	0	0	218431269,2	2602839298	9476037085	20363296027	33817464950	48543086587	63000857397	75889217067	88074258519	97746136606	1,0642E+11	1,13572E+11	1,19895E+11	1,25689E+11	1,29216E+11	1,33137E+11
q3 [%] Würfel	0	0	0,13477603	1,471222727	4,240886907	6,717634983	8,301464703	9,085973943	8,920705155	7,952350198	7,518390181	5,967723092	5,352196372	4,412902998	3,90122146	3,574836889	2,176519048	2,419205882
OPC Volumen Ver	0	0	0,13477603	1,605998757	5,846885664	12,56452065	20,86598535	29,95195929	38,87266445	46,82501465	54,34340483	60,31112792	65,66332429	70,07622729	73,97744875	77,55228564	79,72880469	82,14801057

Anhang J: OPC-Analyse Teil 2

1530	1615	1700	1785	1870	1955	2040	2125	2210	2295	2380	2465	2550	2635	2720	2805	2890	2975	3060	Partikelanzahl	
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	660	
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	858	
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	784	
38	0	0	19	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	520	
10	10	20	0	0	10	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	986	
16	16	16	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	615	
10	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	935	
20	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	485	
26	0	0	0	13	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	751	
0	0	0	0	0	0	0	0	0	32	0	0	0	0	0	0	0	0	0	304	
0	16	33	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1210	
17	5	5	17	11	0	5	5	0	5	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1668	
54	27	27	6	6	0	0	0	0	6	27	13	13	0	13	0	0	0	0	1472	
29	11	11	11	5	11	0	5	0	0	0	11	0	0	0	0	5	0	0	1683	
17	8	0	0	0	8	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1146	
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	289	
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	733	
35	0	0	0	35	35	35	0	0	0	71	0	0	0	0	0	0	0	0	280	
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	270	
23	0	0	11	0	0	23	11	0	0	0	0	11	11	11	0	0	0	0	862	
10	10	21	0	0	0	10	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	925	
10	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	927	
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	507	
38	19	19	0	19	0	0	0	19	19	0	0	0	19	0	0	0	0	0	517	
14	0	14	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	667	
19	0	9	0	0	0	0	0	9	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1012	
																			Mittelwert:	810,2308
0,1485	0,0489	0,0673	0,0246	0,0342	0,0246	0,0281	0,0081	0,0108	0,0238	0,0377	0,0092	0,0092	0,0115	0,0092	0,0000	0,0019	0,0000	0,0000	99,9065	
99,5592	99,6062	99,6735	99,6961	99,7323	99,7569	99,7850	99,7931	99,8038	99,8277	99,8654	99,8746	99,8838	99,8954	99,9046	99,9046	99,9065	99,9065	99,9065		
1,202881085	0,380185207	0,545347633	0,19944142	0,277348225	0,19944142	0,22748787	0,065441716	0,087255621	0,193208876	0,305394675	0,074790533	0,074790533	0,093488166	0,074790533	0	0,015581361	0	0	809,4735	
806,6595213	807,0397065	807,5850541	807,7844956	808,0618438	808,2612852	808,4887731	808,5542148	808,6414704	808,8346793	809,140074	809,2148645	809,289655	809,3831432	809,4579337	809,4579337	809,4735151	809,4735151	809,4735151		
2815824,285	991608,5618	1576054,66	635465,2388	969859,0075	762270,0937	946713,5191	295510,2487	426165,18	1017635,979	1729877,595	454444,1036	486325,4379	649109,3692	553330,276	0	130137,0848	0	0	214967416,2827	
203342909,9	204334518,5	205910573,2	206546038,4	207515897,4	208278167,5	209224881	209520391,3	209946556,4	210964192,4	212694070	213148514,1	213634839,6	214283948,9	214837279,2	214837279,2	214967416,3	214967416,3	214967416,3		
1,30968423	0,461283193	0,733159791	0,296610028	0,451165588	0,35459797	0,440398613	0,137467461	0,198246407	0,473390803	0,804716187	0,211401389	0,226232164	0,301957097	0,257401929	0	0,060538051	0	0	100,0000	
94,59243333	95,05371652	95,78687631	96,08248634	96,53365193	96,8882499	97,32864851	97,46611597	97,66436238	98,13775318	98,94246937	99,15387076	99,38010292	99,68208002	99,93946195	99,93946195	100	100	100		
4308211156	1601447827	2679292922	1134305451	1813636344	1490238033	1931295579	627959278,5	941825047,8	2335474571	4117108675	1120204715	1240129867	1710403188	1505058351	0	376096175	0	0	162069820245,1910	
1,37445E+11	1,39047E+11	1,41726E+11	1,4286E+11	1,44674E+11	1,46164E+11	1,48096E+11	1,48724E+11	1,49665E+11	1,52001E+11	1,56118E+11	1,57238E+11	1,58478E+11	1,60189E+11	1,61694E+11	1,61694E+11	1,6207E+11	1,6207E+11	1,6207E+11		
2,658243928	0,988122172	1,65317202	0,699886907	1,119046311	0,919503724	1,191644179	0,387462192	0,581123029	1,441029902	2,540330253	0,691186498	0,765182478	1,055349593	0,928648127	0	0,232058118	0	0	100,0000	
84,8062545	85,79437667	87,44754869	88,1474356	89,26648191	90,18598563	91,37762961	91,765092	92,34621503	93,78724493	96,32757519	97,01876168	97,78394416	98,83929375	99,76794188	99,76794188	100	100	100		

