

Masterarbeit

„Homogenitätsanalyse von Feststoffmischungen“

verfasst von

Doris EBERHARD, BSc.

eingereicht am



KUNSTSTOFFVERARBEITUNG

Department Kunststofftechnik

Lehrstuhl für Kunststoffverarbeitung

Vorstand: Univ. Prof. Dipl.-Ing. Dr. mont. Clemens HOLZER

Montanuniversität Leoben

Leoben, 25.03.2011

Eidesstattliche Erklärung

Eidesstattliche Erklärung:

Ich erkläre an Eides statt, dass ich diese Arbeit selbstständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt und mich auch sonst keiner unerlaubten Hilfsmittel bedient habe.

Doris EBERHARD, BSc.

Danksagung

Diese Arbeit entstand im Zuge meiner Tätigkeit als Diplomandin bei der Firma Soplar s.a. Kunststoffmaschinen bzw. als Studentin an der Montanuniversität Leoben, Studienrichtung Kunststofftechnik in den Monaten Mai 2010 bis Februar 2011.

An dieser Stelle möchte ich mich bei sämtlichen Personen, die mich bei der Durchführung meiner Masterarbeit tatkräftig unterstützt haben und für mich immer wertvolle Hinweise parat hatten, recht herzlich bedanken:

- Für die Begutachtung der Masterarbeit bei Herrn Univ. Prof. Dipl.-Ing. Dr. mont. Clemens HOLZER.
- Für die Betreuung seitens des IKV bei Herrn Dipl.-Ing. Artur FERTSCHEJ.
- Für die Projektbetreuung seitens Soplar s.a. bei Herrn Dipl.-Ing. Markus DUERINGER.
- Ein sehr großer Dank gilt meinen beiden Kollegen Herrn Marco SCHAMAUN und Herrn Dipl.-Ing. FH) Sebastian SWOBODA für die mehr als tatkräftige Unterstützung bei der Konstruktion, sowie bei der Steuerungs- und Auswertesoftwareentwicklung der Granulatmischungs-entnahmestation.
- An dieser Stelle möchte ich mich auch bei allen weiteren Kollegen und Kolleginnen der Firma Soplar s.a., die mir oft mit Rat und Tat zur Seite gestanden sind, recht herzlich bedanken.
- Der größte Dank gilt meinen Eltern, nicht nur für die finanzielle Unterstützung, die mir das Studium ermöglicht hat, sondern auch für den starken Rückhalt und den oft tausenden aufbauenden und motivierenden Worten. „Ohne euer großes Vertrauen und Zuspruch wäre ich wohl nie so weit gekommen. Danke!“
- Auch meinen Freunden und beiden Brüdern möchte ich auf diesem Weg einen Dank aussprechen, die es mit mir während meines Studiums oft nicht immer einfach hatten. Danke für euer Verständnis.

Kurzfassung

Kunststoffe werden selten als unbehandeltes Polymerisat zu Halbzeugen oder Fertigprodukten weiterverarbeitet. Spezielle technologischen Eigenschaften und Verarbeitbarkeit werden erst durch Zusatz von Füll- und Verstärkungstoffen, Weichmachern, Gleitmitteln, Farbstoffen und Stabilisatoren erreicht. Eine einwandfreie und gleichmäßige Materialqualität des Extrudats ist nur dann gegeben, wenn während der Extrusion eine gleichmäßige Einmischung dieser Zuschlagstoffe erreicht werden kann, deshalb kommt der Feststoffmischung als Vormischen eine entscheidende Bedeutung zu. Werden die Zuschlagstoffe nicht oberflächlich durch Bindekräfte fixiert oder nicht unmittelbar nach dem Mischen im Granulat gebunden, können Entmischungen beim Absinken und beim Transport eintreten, weil zwischen Polymerisat und Zuschlagstoffen meist erhebliche Unterschiede in Form, Korngröße und Gewicht vorhanden sind. [1]

In dieser Masterarbeit wurde nun erstmals ein Ansatz für ein Bewertungsverfahren für die Qualität der Homogenität der Feststoffmischung, welche aus körnigem Gut besteht und dem Extruder über die pneumatische Feststoffförderungsanlage von den vorgeschalteten Mischaggregaten zugeführt wird, erstellt.

Aufbauend auf diesem definierten Qualitätskriterium wurde in weiterer Folge ein Qualitätsbewertungskonzept erstellt, um unterschiedliche Misch- bzw. Fördersysteme miteinander vergleichen zu können. Die Realisierung des entwickelten Qualitätsbewertungskonzeptes erfolgte in einer eigens entwickelten Messstation. Abschließend erfolgte eine Fehlerabschätzung der Messstation und die Konzeptüberprüfung anhand einer Versuchsreihe, um verifizieren zu können, wie reproduzierbar die entwickelte Messstation arbeitet.

Dabei wurden der Homogenitäts- bzw. der Qualitätsunterschied einer definierter Normmischung aufgrund unterschiedlicher Förderstrecken gezeigt. Folgende Messungen wurden durchgeführt:

- Die Homogenität der Mischung, welche die Dosier- bzw. Mischeinheit verlässt.
- Die Homogenität der Mischung, welche sich nach einer 10 m langen horizontalen Förderstrecke im Materialtrichter ergibt.
- Die Homogenität der Mischung, welche sich nach einer 10 m langen vertikalen Förderstrecke im Materialtrichter ergibt.

Es zeigte sich, dass die entwickelte Granulatmischungsentnahme- und Auswertestation sehr gut reproduzierbare Testergebnisse liefert.

Abstract

Untreated polymers are rarely produced to semi-finished or finished products. Special technological properties and workability can only be achieved by the addition of fillers and reinforcing agents, plasticizers, lubricants, pigments and stabilizers. A good and homogeneous material quality of the extrudate is only given if in the extrusion process a constant mixing of these additives to the polymer can be achieved. Therefore the solid pre-mixing has an important influence for the quality. If the agents are not fixed by bonding forces or if they are not bound immediately after the mixing into the granulate, separation by the transport can occur. The reason for this is the difference between the polymer and the agents, especially in the shape, grain size and weight. [1]

In this master thesis a valuation method for the quality of the homogeneity of the solid mixture, which is supplied to the extruder using the pneumatic conveying of the mixing aggregates, was found.

The next step was to create a quality valuation method to compare different mixing and transporting systems. The developed quality valuation method was realized in a special measuring station. An error estimation and verifying the reproducibility of the measuring station was done based on the first series of tests.

The homogeneity and the quality difference of two defined standard mixtures in dependence of different transport tracks were measured. The following measurements have been done:

- The homogeneity of the solid mix which leaves the dosing and mixing aggregates.
- The homogeneity of the solid mix which is the result of a 10 m horizontal transport in the material funnel.
- The homogeneity of the solid mix which is the result of a 10 m vertical transport in the material funnel.

It was found out that the developed measuring station provides very good test results with just a negligible error.

Inhaltsverzeichnis

1	EINLEITUNG UND ZIELSETZUNG	1
2	THEORETISCHE GRUNDLAGEN.....	4
2.1	LAGERUNG UND FÖRDERUNG.....	4
2.2	DOSIERUNG	6
2.3	MISCHEN	9
2.4	STAND DER TECHNIK	11
3	QUALITÄTSKONZEPTENTWICKLUNG.....	15
3.1	ERMITTELN DER ZULÄSSIGEN HÖCHSTVARIANZ FÜR EINE ZUFALLSMISCHUNG	16
3.2	PROBENAHMEN	20
3.3	BESTIMMUNG DER IST-GEWICHTSKONZENTRATION BZW. DEREN STREUUNG UM DIE SOLL- GEWICHTSKONZENTRATION	20
3.4	QUALITÄTSVERGLEICH.....	21
4	MESSKONZEPTENTWICKLUNG	25
4.1	PROBENAHMEN NACH DEM MATERIALTRICHTER BZW. NACH DEM MISCHER	26
4.1.1	<i>Schnellfahrender Schieber</i>	26
4.1.2	<i>Zwei schnellfahrende Schieber</i>	28
4.1.3	<i>Schnecke</i>	29
4.1.4	<i>Förderband</i>	30
4.1.5	<i>Zellenrad</i>	34
4.1.6	<i>Langes Rohr</i>	35
4.1.7	<i>Förderband mit Teller</i>	36
4.1.8	<i>Probenlift (Paternosteraufzug)</i>	37
4.1.9	<i>Schieber – Stempel</i>	38
4.2	BESTIMMUNG DER GEWICHTSKONZENTRATION DER ENTNOMMENEN PROBE	41
4.3	UMGESETZTES GESAMTKONZEPT.....	44
5	FEHLERABSCHÄTZUNG.....	47
5.1	FEHLERARTEN.....	47
5.1.1	<i>Grobe Fehler</i>	47
5.1.2	<i>Systematische Fehler (systematische Messabweichung)</i>	48
5.1.3	<i>Zufällige Fehler (statistische Messabweichung)</i>	48
5.2	FEHLERABSCHÄTZUNG DER GRANULATMISCHUNGSENTNAHME- UND AUSWERTESTATION	50
5.2.1	<i>Schieber (systematischer Fehler)</i>	50
5.2.2	<i>Volumentoleranzen (Fehlerfortpflanzung)</i>	55
5.2.3	<i>Waage</i>	55
5.2.4	<i>Bilderfassung</i>	55
5.2.5	<i>Umgebungsbedingungen</i>	55
5.2.6	<i>Experimentelle Untersuchung des Gesamtfehlers der Messstation</i>	55
6	EXPERIMENTELLES.....	58

Inhaltsverzeichnis

6.1	DEFINITION DER NORMMISCHUNGEN	58
6.2	SIEBANALYSE.....	59
6.2.1	<i>Verwendete Geräte</i>	59
6.2.2	<i>Parameter</i>	61
6.2.3	<i>Auswertung</i>	61
6.2.4	<i>Ergebnisse</i>	66
6.3	HOMOGENITÄTSANALYSE DER FESTSTOFFMISCHUNG	69
6.3.1	<i>Verwendete Geräte</i>	69
6.3.2	<i>Versuchsanordnungen</i>	74
6.3.3	<i>Ergebnisse</i>	80
6.4	ERKENNTNISSE	89
7	ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK	90
8	LITERATURVERZEICHNIS	92
9	VERWENDETE ABKÜRZUNGEN	94

1 Einleitung und Zielsetzung

Kunststoffe werden selten als unbehandeltes Polymerisat zu Halbzeugen oder Fertigprodukten weiterverarbeitet. Spezielle technologischen Eigenschaften und Verarbeitbarkeit werden erst durch Zusatz von Füll- und Verstärkungsstoffen, Weichmachern, Gleitmitteln, Farbstoffen und diversen Stabilisatoren erreicht. Eine einwandfreie und überall gleichmäßige Materialqualität des Endproduktes beim Extrudieren oder Spritzgießen ist nur dann gegeben, wenn eine gleichmäßige Einmischung dieser Zuschlagstoffe erreicht werden kann, deshalb kommt der Feststoffmischung als Vormischen eine entscheidende Bedeutung zu. Werden die Zuschlagstoffe nicht oberflächlich durch Bindekräfte fixiert oder nicht unmittelbar nach dem Mischen im Granulat gebunden, können beim Absinken und beim Transport bzw. Fördervorgängen Entmischungen eintreten, weil zwischen Polymerisat und Zuschlagstoffen wie Füllmaterial, Pigmenten oder Stabilisatoren meist erhebliche Unterschiede in Kornform, -größe und -gewicht vorhanden sind. [1]

Beim Blasformen oder auch anderen Verarbeitungsprozessen kommt es immer wieder zu Entmischungsvorgängen in den Feststoffmischungen. Gründe dafür sind unterschiedliche Schüttgutdichten, welche aus unterschiedlicher Materialrohichte, Kornform und Korngröße resultieren, statische Aufladung des Fördergutes, diverse Umlenkungen und vor allem der lange Förderweg bei der pneumatischen Förderung von den Mischaggregaten, in denen das Grundmaterial meist mit Masterbatch und Mahlgut vermischt wird. Diese Unterschiede der Materialzufuhr in den Extruder wirken sich bei dem nachfolgenden Flaschenherstellungsprozess negativ aus, da diese einerseits erhebliche Farbabweichungen verursachen und andererseits zu Wanddickenstreuungen und somit zu Gewichtsschwankungen der erzeugten Flaschen führen. Dieser Farbunterschied wird mittels Mehrzugabe von teurem Masterbatch kompensiert, was jedoch die Herstellungskosten der erzeugten Flaschen in die Höhe treibt. Die Wanddickenstreuungen führen zu einem erhöhten Materialverbrauch des Grundmaterials bzw. wenn dieser Unterschied zu groß ist, führt dieser zu Ausschussware. Dieser Ausschuss verursacht letztlich dem Flaschenerzeuger zusätzliche Kosten, die von den Kunden nicht getragen werden. Da die Kunden pro Stück Flasche und nicht nach dem Gesamtgewicht bezahlen, ist es für den Flaschenerzeuger ein Anliegen, den Materialverbrauch inklusive des verbrauchten Masterbatches so gering wie nur möglich zu halten, indem die geforderte Mindestwandstärke bzw. der Farbton nicht allzu sehr überschritten wird.

Der Hersteller hat somit das Bestreben einerseits den Ausschuss und andererseits den Materialverbrauch so gering wie nur möglich zu halten, indem die Qualität der

Feststoffmischung, welche dem Extruder zugeführt wird, quantifiziert, verbessert und aufrechterhalten wird.

Es ist bekannt, dass sich rieselfähige Feststoffmischungen mit unterschiedlich großen bzw. schweren Teilchen bei der Förderung entmischen. Bei einer Mischung gleich großer, unterschiedlich dichter/schwerer Teilchen dringen die schwereren durch die Schüttung der leichteren nach unten hindurch bzw. bei einer Mischung gleich dichter/schwerer, unterschiedlich großer Teilchen rieseln die kleineren zwischen den größeren nach unten durch. [26]

Das sogenannte Absacken von schweren bzw. kleinen Teilchen wird in **Fehler!**
Verweisquelle konnte nicht gefunden werden. systematisch dargestellt.

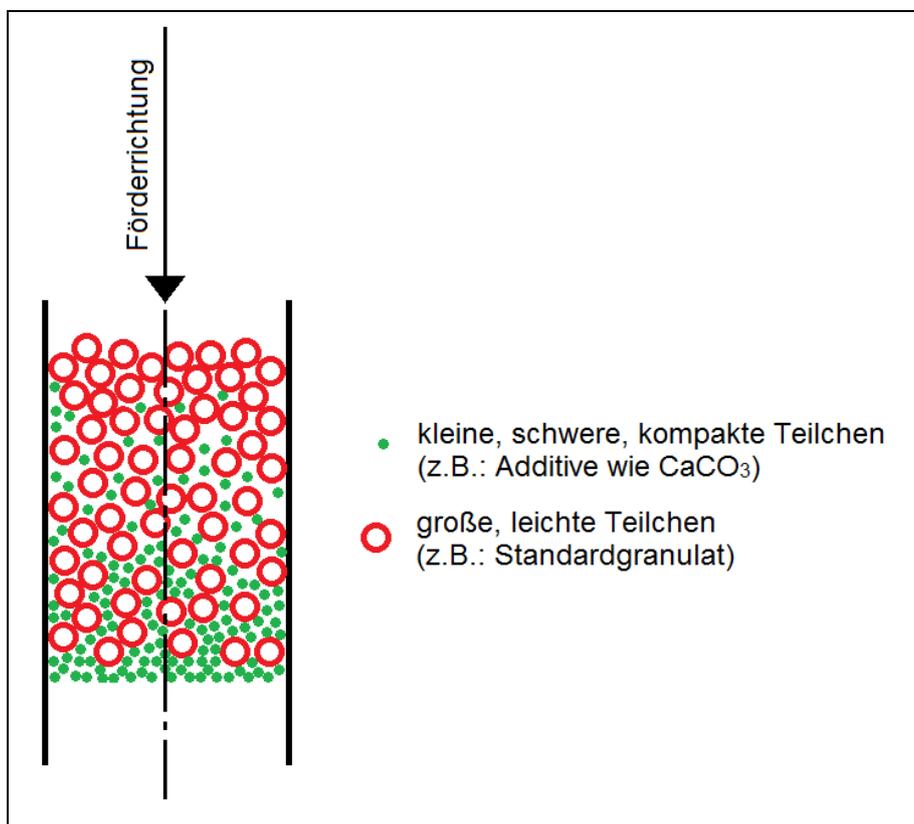


Abbildung 1: Absacken von kleinen, schweren und kompakten Teilchen in einer Schüttung von großen, leichten Teilchen

Des Weiteren ist bekannt, dass Teilchen mit unterschiedlicher Oberflächengestalt unterschiedliche Flugeigenschaften besitzen. So zeigt sich bei ausreichend langen Förderstrecken die Tendenz, dass die kleinen, schweren und kompakten Teilchen weniger weit fliegen bzw. dass ein höherer Druck erforderlich ist, um die gleiche Wegstrecke zurückzulegen als dies bei großflächigen und dünnen Teilchen der Fall ist. Dieser Unterschied der Flugeigenschaften von Partikeln wird z.B. bei der Materialtrennung mittels Windsichter ausgenutzt, jedoch ist dies in der Förderung

von Granulatmischungen unerwünscht. Speziell dann, wenn Neuware mit Mahlgut vermischt wurde, führt dieser Unterschied zu erheblichen Problemen, da die Materialkomponenten teilweise separiert werden, was in **Fehler! Verweisquelle konnte nicht gefunden werden.** gezeigt wird.

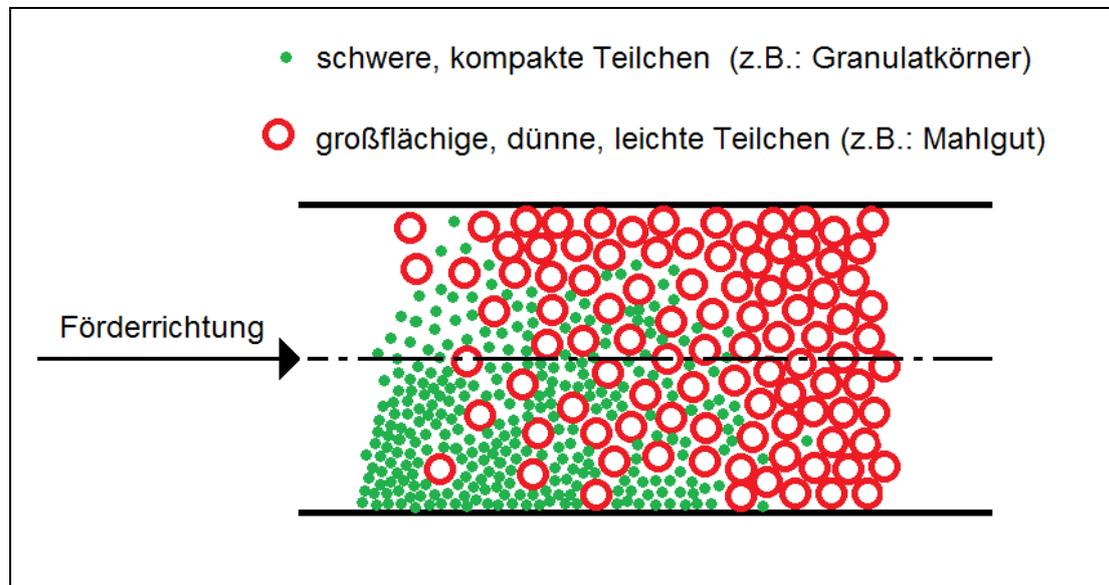


Abbildung 2: Unterschiedliche Flugeigenschaften von schweren, kompakten Teilchen zu großflächigen, dünnen Teilchen

Diese Entmischungsvorgänge in der Feststoffmischung bei der pneumatischen Förderung von den Mischaggregaten zu den Extrudern führen in der Verarbeitung immer wieder zu Fehlproduktionen und damit zu erheblichen Mehrkosten aufgrund des erhöhten Materialverbrauches, um die geforderte Qualität der erzeugten Formteile einzuhalten und zu garantieren.

In dieser Masterarbeit sollte nun erstmals ein Ansatz für ein Bewertungsschema für die Qualität der Homogenität der Feststoffmischung, welche dem Extruder über die pneumatische Feststoffförderungsanlage von den vorgeschalteten Mischaggregaten zugeführt wird, erstellt werden.

In erster Linie sollte eine Definition für die Mischqualität der Feststoffmischung, welche aus körnigem Gut besteht und dem Extruder zugeführt wird, erarbeitet werden. Aufbauend auf dieser definierten Qualität sollte in weiterer Folge ein Qualitätsbewertungskonzept erstellt werden, um unterschiedliche Misch- bzw. Fördersysteme miteinander vergleichen zu können. Die Realisierung des entwickelten Qualitätsbewertungskonzeptes sollte in einer eigens entwickelten Messstation erfolgen. Abschließend erfolgten eine Fehlerabschätzung der Messstation und die Konzeptüberprüfung anhand der ersten Versuchsreihen, um die Reproduzierbarkeit der Ergebnisse der entwickelten Messstation zu verifizieren.

2 Theoretische Grundlagen

In diesem Abschnitt sollen die wesentlichen Punkte und Unterschiede der Materialaufbereitung diskutiert werden, um einen näheren Einblick in den gesamten Förder- und Mischprozess zu geben.

Unter der Materialaufbereitung versteht man alle Arbeitsschritte, die zwischen der Synthese des Kunststoffes und seiner Formgebung in der Verarbeitungsmaschine anfallen. Zur Aufbereitung zählen somit als Hauptunterpunkte das Fördern, Dosieren, Mischen, Granulieren und zum Teil auch die Zwischenlagerung. Die Notwendigkeit zur Aufbereitung resultiert zum großen Teil daraus, dass Kunststoffe nach der Polymerisation nicht direkt (ohne Zwischenschritte) verarbeitbar sind bzw. ein unzureichendes Eigenschaftsbild aufweisen. Folglich müssen dem Basiskunststoff diverse Additive zugegeben werden, um die notwendigen Eigenschaften zu erzielen. Dieser Vormischprozess wird in **Fehler! Verweisquelle konnte nicht gefunden werden.** schematisch dargestellt. [10]

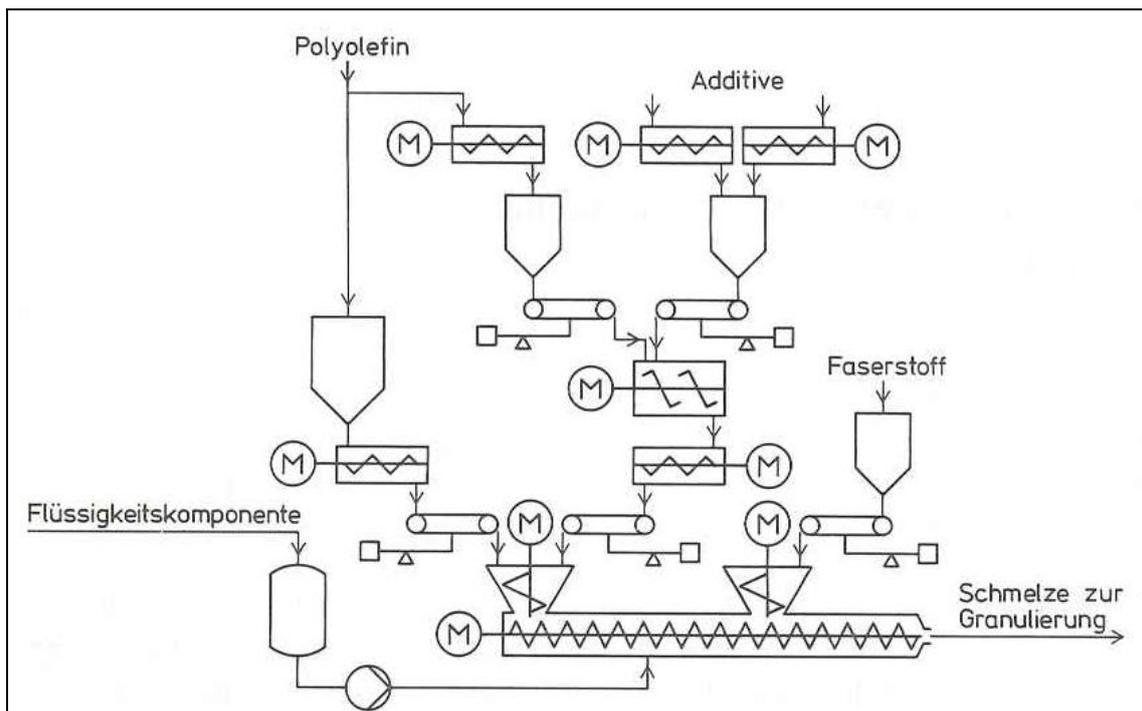


Abbildung 3: Fließschema einer Aufbereitungsanlage mit Zudosierung von Additiven, Farbstoff und Füllstoff [1]

2.1 Lagerung und Förderung

Die Granulatlagerung erfolgt entweder in Säcken für kleinere Mengen, wie z.B. für Masterbatch) oder mittels großer Vorratssilos großen Mengen für Standardmaterial),

die in der Regel durch pneumatische Förderer mit den Dosieraggregaten bzw. Mischern direkt in Verbindung stehen. Die dabei zu beachtenden vorliegenden Schüttguteigenschaften sind [25]:

- Das Schüttgut überträgt keine oder nur sehr kleine Zugspannungen.
- Das Schüttgut überträgt ruhend Druck- und Schubspannungen.
- Das Schüttgut fließt unter Einwirkung von Schubspannungen, wenn sie ausreichend hoch sind (Fließgrenze).
- Das Schüttgut hat eine vom Spannungszustand abhängige Fließgrenze.
- Das Schüttgut ändert abhängig von Belastung und Bewegung seine Dichte.

Diese Eigenschaften geben dem Schüttgut eine Stellung zwischen Flüssigkeiten und Feststoffen.

Die bestehenden Fördersysteme sind meistens entweder als **Druck- oder Saugförderung** ausgelegt, es werden aber auch Kombinationen der beiden Methoden eingesetzt. Mechanische Fördermittel wie Förderschnecken, Transportbänder oder Rüttelrutschen werden nur bei speziellen Anwendungen eingesetzt.

Druckförderungen können als **Dünnstromförderungen** (meist als Flugförderung bekannt) und als **Dichtstromförderungen** ausgeführt werden. Bei der Flugförderung wird das Granulat mit einer hohen Luftgeschwindigkeit durch die Leitung geblasen. Im Bereich von 15 – 20 m/s wird aus der Dünnstromförderung eine **Strähnenförderung**, d.h. Teile des zu fördernden Produktes gleiten in Strähnen durch die Rohrleitung und nur ein Teil der Partikel verbleibt in schwebendem Förderzustand. Langsamförderungen bzw. Dichtstromförderungen werden mit Luftgeschwindigkeiten von 4 – 10 m/s betrieben. Bei diesem Förderverfahren sammelt sich das Produkt in Pfropfen, die von dem Fördergas durch die Leitung geschoben werden, somit handelt es sich bei diesem Verfahren um eine Granulat schonende Förderung. Die unterschiedlichen Fördermechanismen in Abhängigkeit vom Förderdruck Δp und der Fördergeschwindigkeit des Gases v_g einer pneumatischen Förderung werden in Abbildung 4 gezeigt. [9]

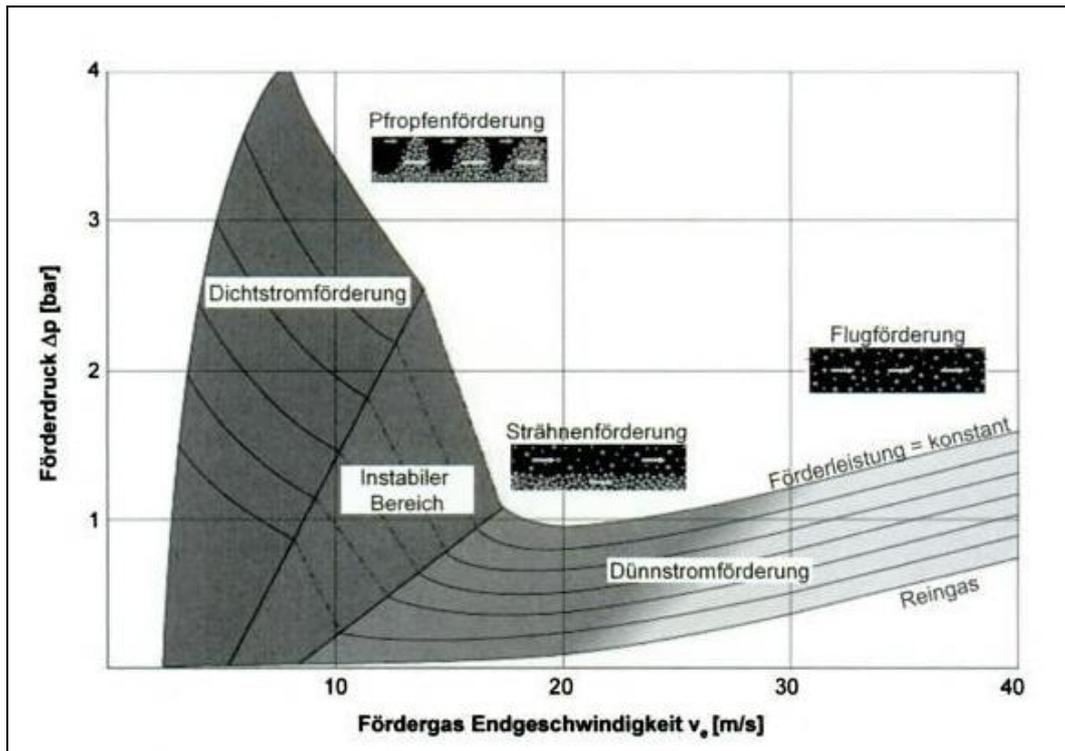


Abbildung 4: Zustandsdiagramm pneumatischer Förderungen [9]

2.2 Dosierung

Grundsätzlich unterscheidet man zwischen kontinuierlicher und diskontinuierlicher Dosierung. Bei der kontinuierlichen Dosierung wird ein Mengenstrom in definierter Menge pro Zeiteinheit entnommen, bei der diskontinuierlichen wird jeweils dann, wenn eine bestimmte Menge an Schüttgut erreicht ist, entnommen. Eine weitere Unterscheidung ist die gravimetrische und volumetrische Dosierung. Bei der volumetrischen Dosierung wird jeweils ein vordefiniertes Volumen dosiert, im Gegensatz dazu wird bei der gravimetrischen Dosierung ein vordefiniertes Gewicht dosiert.

Ein typisches Beispiel für die **diskontinuierliche Dosierung** ist das Befüllen von Säcken, Behältern oder die Beschickung eines chargenweise durchgeführten Prozesses. Dies macht jedoch nur Sinn, wenn ein häufiger Produktwechsel erfolgt, kleine Mengen und Durchsätze benötigt werden oder eine amtliche Eichung oder Kontrollanalysen einzelner Chargen erforderlich ist. Die **kontinuierliche Dosierung** wird dann sinnvoll verwendet, wenn ein kontinuierlicher Prozess zu beschicken ist, eine geringe Anzahl von Komponenten vorliegt, Produktwechsel eher selten erfolgen, Komponenten gemischt werden sollen, die starke Entmischungserscheinungen zeigen, oder empfindliche Schüttgüter dosiert und gemischt werden sollen. [17]

Systeme für die **volumetrische Dosierung** sind zwar in der Anschaffung günstiger, die Dosiergenauigkeit wird aber von einer Vielzahl von Parametern beeinflusst wie z.B. Schüttgutdichte oder Korngröße, die sich von Charge zu Charge ändern können. Beim **Schneckendosierer** wird das Schüttgut durch eine schraubenförmige Wendel, die in einem Zylinder gelagert ist, gefördert. Dieses System kann nur bei guten Fließeigenschaften des zu fördernden Materials eingesetzt werden. Dies gilt grundsätzlich auch für den **Banddosierer**, bei dem das Fördergut aus einem vollen Trichter über ein Förderband abgezogen wird. Der Volumenstrom wird dabei über eine verschiebbare Klappe geregelt. Bei den **Zellenrad- und Lochscheibendosierern** werden Kammern volumetrisch gefüllt, die dann nach einem bestimmten Drehwinkel des Rotors bzw. der Scheibe wieder entleert werden. Der Massestrom wird über die Drehzahl variiert. **Vibrationsrinnendosierer** sind keine echten Volumendosierer, denn sie arbeiten nach dem Mikrowurf-Prinzip, indem eine Rinne elektromagnetisch zu Schwingungen angeregt wird. Dieses System wird hauptsächlich bei grob- und feinkörnigen Gütern eingesetzt. [10]

Eine Zusammenstellung von Prinzipskizzen verwendeter volumetrischer Dosiersysteme erfolgt in Abbildung 5.

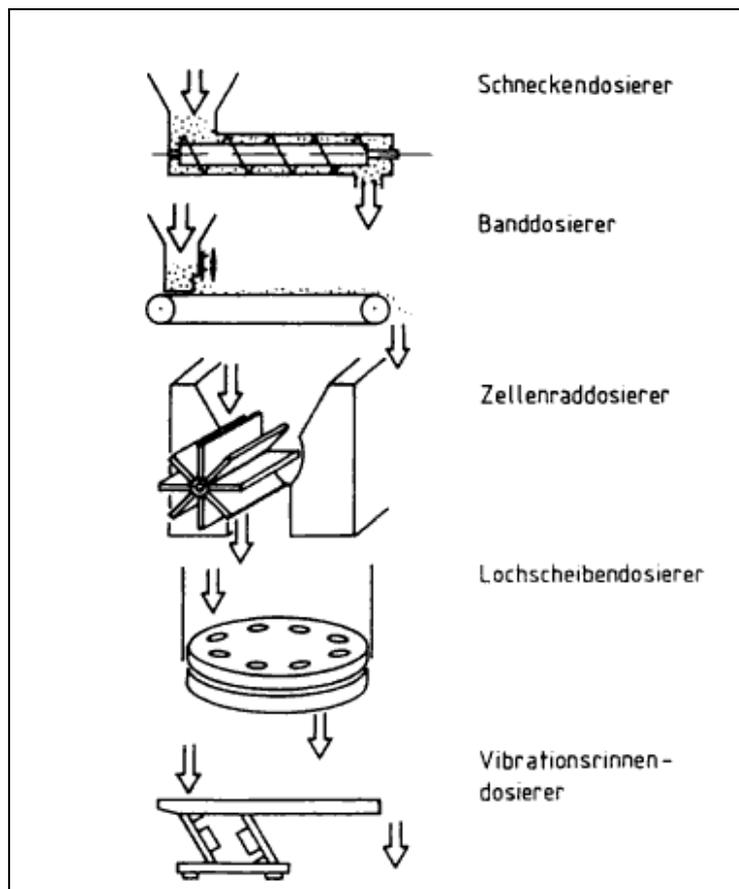


Abbildung 5: Volumetrische Dosiersysteme [10]

Bei der **gravimetrische Dosierung** ist sowohl eine diskontinuierliche als auch eine kontinuierliche Arbeitsweise möglich. Im diskontinuierlichen Betrieb werden die Einzelkomponenten nacheinander auf die Waage gelegt und additiv abgewogen. Im Gegensatz zu diesem Verfahren arbeiten **Dosierbandwaagen** kontinuierlich. Dabei ist eine Wägebrücke mit genau definierter Messstrecke unter einem Förderband angeordnet. Der Massestrom wird kontinuierlich erfasst und dient als Regelgröße für die Bandgeschwindigkeit oder den Öffnungsgrad des Trichters. Für kleine Masseströme werden **Differentialdosierwaagen** eingesetzt, hier werden Vorratsbehälter und Dosierorgan z.B. Förderschnecke) gewogen (Gewichtskraft F_G). Die Gewichtsabnahme pro Zeit (dF_G/dt) ist gleich dem geförderten Massestrom. Eine kontinuierliche Dosierung ist möglich, da das Dosierorgan während der kurzen Zeitspanne des Nachfüllens mit konstanter Drehzahl weiterläuft. Ihr Vorteil ist der einfache Aufbau, gute Regelungseigenschaften und die Möglichkeit zur Kapselung. Eine weitere Möglichkeit der Dosierung ist die Verwendung von **Durchflussmessgeräten**, die ein vom Massestrom abhängiges Signal liefern. Diese drei unterschiedlichen Möglichkeiten der gravimetrischen Dosierung werden in **Fehler! Verweisquelle konnte nicht gefunden werden.** präsentiert. [17]

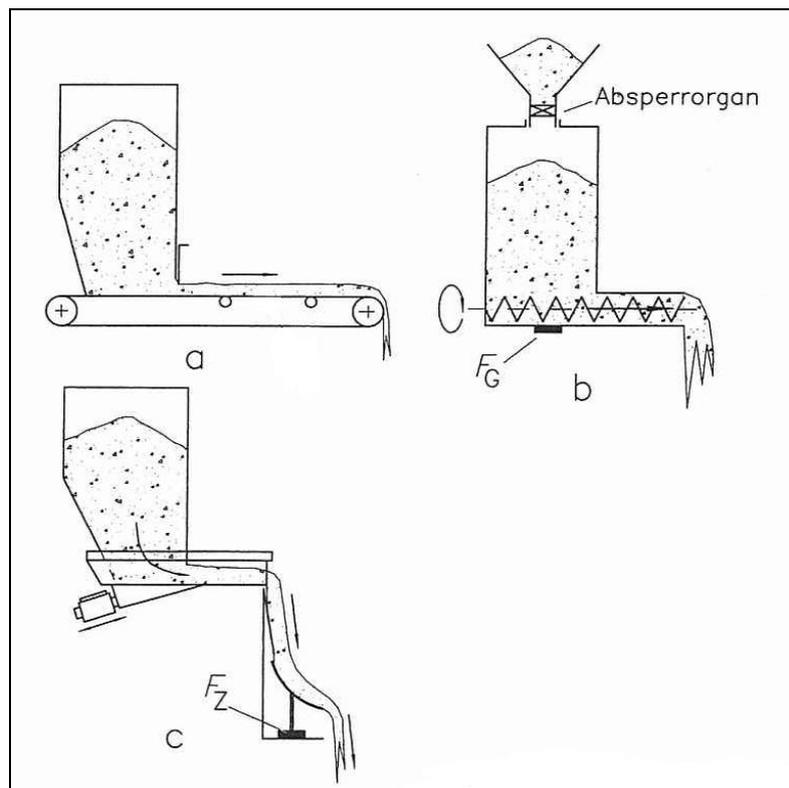


Abbildung 6: Gravimetrische Dosiersysteme (a: Dosierbandwaage; b: Differentialdosierwaage; c: Durchflussmessgerät; F_G : Gewichtskraft; F_Z : Zentrifugalkraft) [17]

2.3 Mischen

Unter Feststoffmischen versteht man das Verteilen mindestens einer Feststoffkomponente in einer anderen, wobei sich die Partikel in wenigstens einer physikalischen Eigenschaft unterscheiden. Während das relevante Stoffverhalten für den Mischprozess von Newtonschen Flüssigkeiten ausreichend durch die Dichte, die Viskosität und die Diffusionskoeffizienten beschrieben wird, ist dies bei Feststoffen wesentlich komplizierter. So kann das zu mischende Gut bei gleicher Stoffzusammensetzung gerundet oder kantig, isometrisch oder faserig, grob oder fein, schwer oder leicht, agglomeriert oder desagglomeriert, trocken oder feucht, rieselfähig oder kohäsiv sein. Diese unterschiedlichen Eigenschaften einerseits der Einzelpartikel und andererseits des Partikelkollektivs haben einen großen Einfluss auf das Gesamtverhalten disperser Systeme.

Unter **Grobmischen** (**konvektives Mischen**) sind Bewegungen größerer Partikelkomplexe relativ zueinander zu verstehen, die einen schnellen Konzentrationsausgleich über das gesamte Mischungsvolumen herbeiführen sollen. Einen großen Einfluss auf das Grobmischen hat somit die Form des Mischbehälters. Das **Feinmischen** schließt die Relativbewegungen bis hin zu den Einzelbewegungen ein und bestimmt somit letztlich den erreichbaren Endzustand. Unter **Schermischen** werden die Relativbewegungen verstanden, die sich in den Scherzonen (Zonen mit großen Geschwindigkeitsgradienten) vollziehen. [17]

Des Weiteren werden noch **distributives Mischen** (Verteilen der Komponenten) und **dispersives Mischen** (zusätzliche Agglomeratzerstörung) unterschieden. [2]

Für die Aufhebung der gegenseitigen Teilchenfixierungen in einer Schüttung existieren technische Feststoffmischer mit ganz unterschiedlichen Konzepten. [17]

- Rotierende Mischbehälter, in denen das Mischgut umgewälzt wird.
- Mischbehälter, in denen die Mischgutbewegung durch rotierende Agitationsorgane (Mischwerkzeuge) erzwungen wird.
- Pneumatische Mischer, in denen die Umwälzung des Mischguts mittels eines strömenden Gases bewirkt wird.
- Bunkermischer bzw. Silomischer, in denen vor allem der Schüttgutfluss für das Hervorbringen der Mischwirkung verantwortlich ist.

Wesentlich für die Wahl des Wirkprinzips und damit auch der Mischerbauart sind in erster Linie die Fließigenschaften des Mischgutes, aber auch seine Partikelgrößenverteilung sowie seine Neigung zur Entmischung. Je schlechter die

Fließeigenschaften sind, desto mehr muss auf die Einwirkung von Mischwerkzeugen zurückgegriffen werden. [17]

Mischsysteme mit rotierenden Mischwerkzeugen

Werden die Mischbehälter nicht selbst gedreht, sondern mit rotierenden Werkzeugen ausgerüstet, vollzieht sich das Vermengen nach dem Prinzip des Teilens und Umschichtens. Beispiele für solche zusätzlich eingebauten rotierenden Bauteile sind Pflugscharen, Leitschaufeln oder Schneckenband-Wendeln. Die Einbauten drehen sich langsam, teilen und verdrängen so das Mischgut zur Seite. Hinter dem Mischwerkzeug rieselt das Gut in die entstehenden Hohlräume hinein, wodurch es umgeschichtet wird. Solche langsam laufenden Werkzeuge werden zweckmäßigerweise wandgängig ausgeführt, um mögliche Toträume zu vermeiden. [12]

Das Wirkungsprinzip des Pflugscharmischers ist in **Fehler! Verweisquelle konnte nicht gefunden werden.** dargestellt.

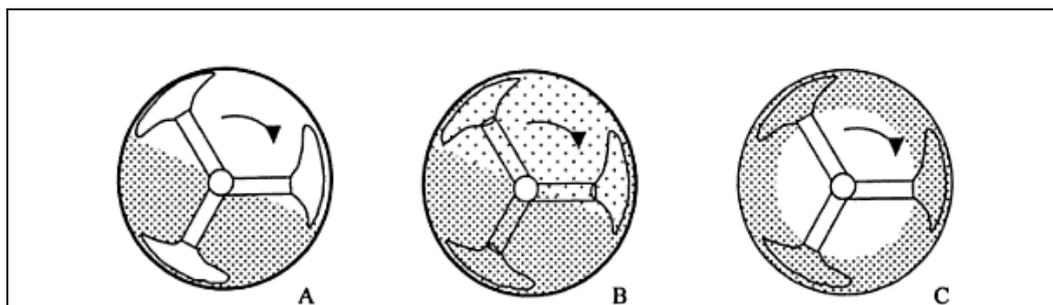


Abbildung 7: Pflugscharmischer A: zu langsame Drehzahl, B: optimale Drehzahl, C: überhöhte Drehzahl) [8]

Diese langsam laufenden Mischer werden **Schubmischer** genannt, da sie alleine mithilfe der Schubkraft arbeiten. Durch die geringen auftretenden Kräfte wird das Mischgut nicht zusätzlich aufgewirbelt und erfährt dadurch eine schonende Behandlung, was zur Folge hat, dass kaum Zerkleinerungseffekte auftreten. Die verwendeten Behälter sind vorzugsweise kreiszylindrisch, trog oder kegelförmig gebaut, welche waagrecht, senkrecht oder geneigt angeordnet werden können.

Die schnelllaufenden Werkzeuge werden hingegen auch als **Wurfmischer** bezeichnet, da hierbei durch die schnelle Drehbewegung zusätzlich zu der Schubkraft die Zentrifugalkräfte zum Herausschleudern (Herauswerfen) des Gutes aus der umlaufenden Gutmasse führt, wodurch die Mischwirkung erheblich verstärkt wird.

2.4 Stand der Technik

Üblich ist es, die Kunststoffgranulatfeststoffmischung, welche die Dosieraggregate bzw. die Mischer dem Extruder bereitstellen, optisch zu beurteilen. Hierzu gibt es meistens keine Vergleichsbilder von Vergleichsproben von Qualitätsgüteklassen, in die man die vorliegende Mischung einteilen hätte können. Es wird nur mittels des Augenscheins des jeweiligen Mitarbeitenden unterschieden in:

- Optisch für gut befundene Mischung keine offensichtlichen Anlagerungshäufungen),
- Optisch für schlecht befundene Mischung Anlagerungshäufungen sind ersichtlich).

Als Erkennungsmerkmale dienen dabei die optisch leicht zu unterscheidenden Farben bzw. die verschiedene Korngrößen der einzelnen Mischgüter. Im Standardfall besteht die Mischung aus drei bzw. vier bis maximal sechs) verschiedenen Materialien: Neugranulat, Masterbatch, Recyclingmaterial von innen betrieblich hergestellten defekten Flaschen bzw. Butzenabfälle) und diversen sonstigen Additiven.

Bei einer typischen Dreikomponentenmischung, die beispielsweise aus 65 Gew% Komponente A Neugranulat, weiß), 30 Gew% Komponente B Recyclingmaterial, hellblau) und 5 Gew% Komponente C Masterbatch, dunkelblau) besteht, ist es für das menschliche Auge sehr schwierig bzw. im Grunde fast unmöglich zu überprüfen, ob diese Gewichtsverteilung auch wirklich in der Mischung enthalten ist. Es fällt trotz der deutlich unterschiedlichen Farben nicht auf, wenn statt der geforderten 5 Gew% Masterbatch nur 3 Gew% oder 8 Gew% enthalten sind, was jedoch eine hohe Relevanz für die Erzeugung der vom Kunden gewünschten Flaschenfarbe hat. Das einzige, das dem menschlichen Auge wirklich auffällt, sind jene Stellen, an denen sich eine bestimmte Sorte von Einzelpartikeln ansammeln, was einer Entmischungerscheinung gleichkommt. Mit anderen Worten, diese bislang durchgeführte einfache, jedoch alles andere als aussagekräftige Art der Bewertung der „Mischqualität der Feststoffmischung“ ist für eine Prozessoptimierung nicht zielführend.

Eine ausführliche Literaturrecherche zeigte, dass die Qualitätsbestimmung der Feststoffmischung vor dem Extruder bis lang nur eine untergeordnete Rolle spielte, vielmehr wurde die Homogenität der Kunststoffschmelze im Extruder bzw. die Qualität des erzeugten Produktes betrachtet, worauf in dieser Arbeit nicht weiter eingegangen wird.

Es existieren jedoch Studien, die sich mit der Bestimmung der Qualität bzw. der Mischgüte einer Zufallsmischung auseinandergesetzt haben. Im Folgenden wird nun auf einige dieser Studien näher eingegangen.

Eine der umfangreichsten und somit auch wichtigsten Forschungsarbeiten lieferte Stange K. [21], [22], [24], [23]), der sich ausführlich mit der Bestimmung der Mischgüte einer Zufallsmischung bestehend aus körnigem Gut beschäftigte. Er untersuchte, wie der Gleichförmigkeitsgrad einer Zufallsmischung aus körnigen Stoffen von den verschiedenen Einflussgrößen abhängt und entwickelte eine Formel für die Berechnung der Varianz einer Zufallsmischung. Stange K. fand heraus, dass die Varianz einer Zufallsmischung von folgenden Faktoren abhängig ist:

- Relative Gewichtsanteile der Mischungskomponenten,
- Zerkleinerungsgrad,
- Gleichmäßigkeit der Zerkleinerung,
- Stichprobengröße.

Die von Stange K. in [21] entwickelte Formel zur Berechnung der zulässigen Varianz einer Zufallsmischung war anfangs nur für eine Zweikomponentenmischung zulässig. Durch weitere Forschungsarbeit gelang es ihm jedoch, die von ihm entwickelte Formel für eine Drei- bzw. Mehrkomponentenmischung zu modifizieren und zu erweitern [22]. Auch wenn Stanges K. Arbeiten bereits 1954 – 1967 veröffentlicht wurden, wird in moderneren Büchern wie [1] stets auf Stanges K. Studien verwiesen.

Eine etwas modernere Studie aus dem Jahre 1990 von Raasch J. und Sommer K. [13][15] beschäftigt sich mit statistischen Prüfverfahren im Bereich der Mischtechnik, jedoch gilt dies nur für eine Zweikomponentenmischung. Als Mischgütemaß definieren die beiden den Mittelwert der quadratischen Abweichung (Varianz), da sich die positiven und negativen Abweichungen vom Sollwert nicht gegenseitig aufheben dürfen. Die statistisch berechnete Varianz einer Stichprobe stellt lediglich ein Schätzwert für die tatsächliche Varianz der Zufallsmischung dar. Dies führt somit unweigerlich zu Fehlern der ersten Art (eine gute Mischung wird abgelehnt) und Fehlern der zweiten Art (eine schlechte Mischung wird angenommen). In weiterer Folge führten die beiden Konfidenzintervalle ein. Mit Hilfe dieser Intervalle lässt sich sagen, ob die Mischgüte (Qualität) der Mischung mit einer bestimmten Wahrscheinlichkeit ausreichend oder zu wenig ausreichend ist.

Es existieren in der Literatur noch zahlreiche weitere unterschiedliche Definitionen für die Mischgüte einer Zufallsmischung, welche jedoch nur für eine Zweikomponentenmischung Gültigkeit besitzen. Die nachstehenden Formeln zeigen

einen Auszug über die am häufigsten verwendeten und bekanntesten Mischgütedefinitionen. [1]

Segregationsgrad:
$$\frac{S^2}{S_0^2} = \frac{1}{N} \frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{x^*(1-x)} \quad 1)$$

Normierte Varianz:
$$\frac{S^2}{\bar{x}} = \frac{1}{N} \frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{\bar{x}} \quad 2)$$

Rel. Standardabweichung:
$$\frac{S}{S_0} = \left[\frac{1}{N} \frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{x^*(1-x)} \right]^{1/2} \quad 3)$$

Variationskoeffizient:
$$\frac{S}{\bar{x}} = \left[\frac{1}{N} \frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{\bar{x}^2} \right]^{1/2} \quad 4)$$

mit

S aktuelle Standardabweichung

S₀ Anfangsstandardabweichung

S² aktuelle Varianz

S₀² Anfangsvarianz

N Probenanzahl

x_i aktuelle Gewichtskonzentration

\bar{x} mittlere Gewichtskonzentration

Δx_{\max} maximaler Gewichtskonzentrationsunterschied

Der Segregationsgrad stellt die auf den Anfangszustand bezogene Varianz dar. Bei der normierten Varianz wird S² auf die mittlere Konzentration \bar{x} bezogen. Die relative Standardabweichung ist gleich der Quadratwurzel des Segregationsgrades. Der Variationskoeffizient ist das Verhältnis von Standardabweichung zur mittleren Konzentration. Außer den auf die Varianz zurückzuführenden Mischgütemaßen werden auch andere Mischgütemaße verwendet wie z.B. der Mischungsgrad.

Mischungsgrad:
$$M = 1 - \frac{\Delta x_{\max}}{\sqrt{x(1-x)}} \quad 5)$$

mit

\bar{x} mittlere Gewichtskonzentration

Δx_{\max} maximaler Gewichtskonzentrationsunterschied

Da bei vielen praktischen Mischproblemen die Anforderungen an die Mischgüte durch die maximal zulässigen Abweichungen vom Mittelwert festgelegt werden, ist der Mischungsgrad gegenüber den Maßen, die die Standardabweichung oder Varianz verwenden, als praxisgerechter anzusehen und wird daher öfters eingesetzt.

Des Weiteren finden sich auch noch Studien, die mit Hilfe der Verweilzeit einzelner Partikeln im Mischraum die Mischqualität bestimmen bzw. die erforderliche Mischzeit ermitteln, um eine vorgegebene Durchmischung zu erreichen. Da dies kein Zugang für das gestellte Problem der Qualitätsbestimmung einer Feststoffmischung durch pneumatische Förderung ist, wird auf eine nähere Darstellung an dieser Stelle verzichtet.

Eine aus den 1980er Jahren von Müller W. veröffentlichte Studie [13] zeigt eine Übersicht über den damaligen Kenntnisstand zur Auslegung von Feststoffmischern.

Eine Übersicht von den aktuell verwendeten Feststoffmischern ist in [20][11] aufgelistet, es ist zu sehen, dass kaum ein Unterschied zu der Einteilung in [13] vorliegt. Mueller M. zeigt in [11] auch Empfehlungen zur Auswahl von Mischsystemen für die jeweilige Zusammensetzung bzw. Beschaffenheit der zu mischenden Komponenten.

Um die Eigenschaften von Schüttgütern grundsätzlich besser verstehen zu können, seien an dieser Stelle noch die Arbeiten von Schwedes J. [18], [19], [20]) erwähnt, der sich intensiv mit der Schüttgutmechanik auseinandergesetzt hat, jedoch nicht explizit mit einer Definition für die Mischgüte.

3 Qualitätskonzeptentwicklung

Der erste abzuhandelnde Punkt dieser Masterarbeit ist den Begriff der Qualität einer Kunststoffgranulatmischung zu definieren und ein Bewertungskonzept zu erstellen, um eine Abgrenzung zwischen einer guten und einer schlechten Mischung zu schaffen.

Der eigentliche Begriff Qualität kommt von lat. *qualitas* = Beschaffenheit und ist lt. EN ISO 8402 wie folgt definiert:

„Qualität ist die Gesamtheit von Merkmalen und Merkmalswerten) einer Einheit bezüglich ihrer Eignung, festgelegte und vorausgesetzte Erfordernisse zu erfüllen.“

„Einheit ist das, was einzeln beschrieben und betrachtet werden kann.“ z.B.:
Prozess, Produkt,..)

Da im Rahmen dieser Masterarbeit die Mischqualität von einer Feststoffmischung und nicht die Qualität eines fertigen Endproduktes untersucht werden soll, wird hier definiert:

- Qualität:** Homogenität der Mischung als ein Maß für die Durchmischung einer Feststoffmischung.
- Einheit:** Entnommene Teilmenge (Probenmenge) der zu untersuchenden Gesamtmischung.
- Merkmal:** Die Streuung der gemessenen Ist-Gewichtskonzentrationen der einzelnen Materialkomponenten der Teilmenge.
- Eignung:** Wenn berechnete Streuung der Ist-Gewichtskonzentration in den Grenzen der gewünschten Güteklasse liegt.
- Erfordernisse:** Erreichen der geforderten Güteklasse.

Da es sich bei dem zu untersuchenden Produkt um eine Feststoffmischung handelt, bei der durch die Einstellung am Dosieraggregat die Soll-Gewichtskonzentrationen vorgegeben werden, ist die tatsächlich vorhandene Ist-Gewichtskonzentration bzw. deren Streuung als zu untersuchendes Qualitätsmerkmal zu definieren. Eine Feststoffmischung aus körnigem Gut, wie sie hier durch die Kunststoffgranulatkörner zugrunde gelegt wird, entspricht im besten Falle einer homogenen Zufallsmischung, da nie eine vollkommene Vermischung (wie dies bei Flüssigkeiten gegeben ist) zu Stande kommen wird. Eine graphische Gegenüberstellung der möglichen Mischungszustände einer Feststoffmischung ist in Abbildung 8 gegeben.

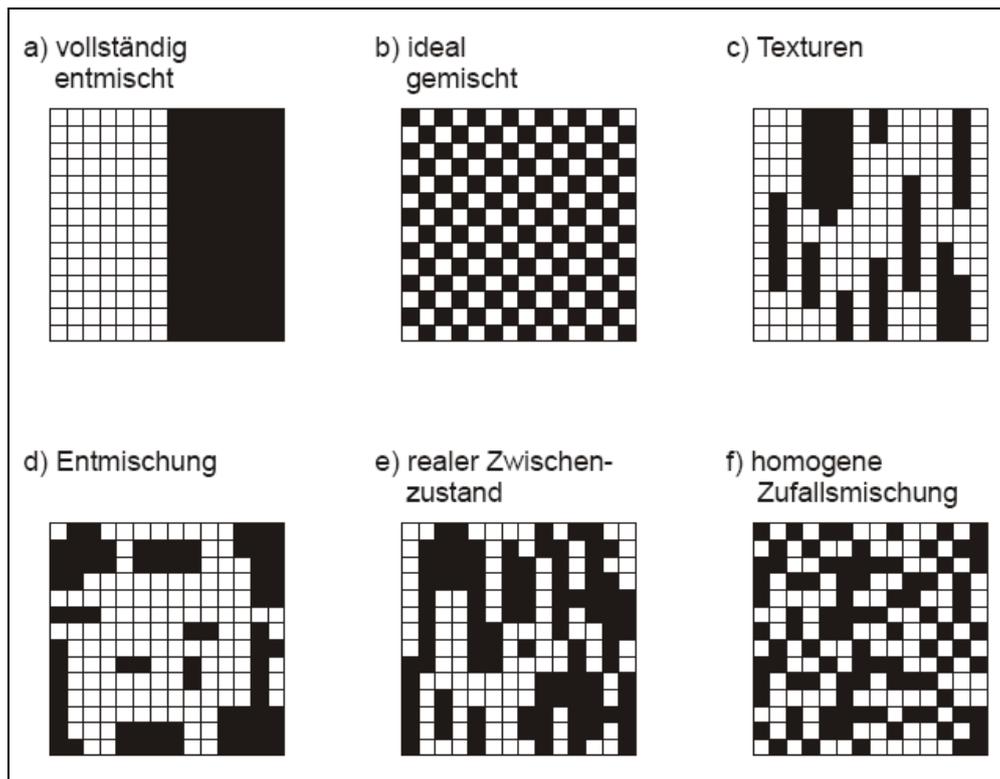


Abbildung 8: Darstellung verschiedener Mischungszustände [7]

Kein reales Mischsystem kann in der Praxis eine ideal gemischte Feststoffmischung herstellen. Aus diesem Grund wird als Vergleichskriterium die in [21] von Stange K. entwickelte höchstzulässige Varianz für eine Zweikomponentenzufallsmischung herangezogen. Das heißt, beste Qualität ist dann erreicht, wenn eine homogene Zufallsmischung mit minimaler Streuung zu Grunde liegt, denn ein realer Mischer kann nicht besser mischen als der Zufall es erlaubt. Anders gesagt, alle in den Grenzen der höchstzulässigen Zufallsvarianz streuenden Konzentrationsunterschiede der zu untersuchenden Mischung stellen keine Entmischungserscheinungen dar, sondern erst alles außerhalb dieser Grenze. Je weiter entfernt dieser Wert von der Grenze liegt, desto schlechter gemischt ist die Mischung bzw. desto größer sind die Entmischungserscheinungen. Folglich ist die Homogenität und somit die Qualität der Mischung besser, je geringer die Streuung der Ist-Gewichtskonzentration ist bzw. schlechter, je größer die Streuung ist.

3.1 Ermitteln der zulässigen Höchstvarianz für eine Zufallsmischung

Bei der zu untersuchenden Kunststoffgranulatmischung handelt es sich wie bei jeder anderen Feststoffmischung im besten realen Fall um eine Zufallsmischung, somit wird die höchstzulässigste Varianz für eine Zufallsmischung, die Stange K. in [21] für

eine Zweikomponentenmischung hergeleitet hat, als Vergleichskriterium herangezogen. Die von Stange K. hergeleitete Formel lautet wie folgt:

$$\sigma_z^2 = \frac{P \cdot Q}{g} \left[P \cdot \gamma_Q (1 + C_Q^2) + Q \cdot \gamma_P (1 + C_P^2) \right] \quad 6)$$

mit

σ_z^2 zulässige Höchstvarianz für eine Zufallsmischung

P Sollgewichtskonzentration der Komponente P

Q Sollgewichtskonzentration der Komponente Q

g Gewicht der entnommenen Teilmischung (Probengewicht)

γ_Q mittleres Korngewicht der Komponente Q

C_Q^2 Variationszahl der Komponente Q

γ_P mittleres Korngewicht der Komponente P

C_P^2 Variationszahl der Komponente P

Um diese zulässige Höchstvarianz berechnen zu können, bedarf es jedoch genauere Kenntnisse der mittleren Korngröße und deren Verteilung aller in der Mischung vorkommenden Einzelkomponenten. Diese notwendigen Informationen für die weitere Berechnung erhält man aus der Siebanalyse der einzelnen Materialkomponenten.

Mit Hilfe einer Siebanalyse lassen sich für die Berechnung der zulässigen Höchstvarianz die notwendigen Materialkennwerte γ_P bzw. γ_Q (mittleres Korngewicht der Komponente P bzw. Q als Maß für den Zerkleinerungsgrad) und C_P^2 bzw. C_Q^2 (Variationszahl der Komponente P bzw. Q als Maß für die Gleichförmigkeit der Zerkleinerung) ermitteln. Eine typische Siebdurchgangslinie ist in Abbildung 9 dargestellt. Dabei wird der relative gewichtsmäßige Siebdurchgang D über der Maschengröße bzw. der Korngröße x dargestellt. Daraus lässt sich bei einem Siebdurchgang von 63,2 % der kennzeichnende Durchmesser des jeweiligen Materials ermitteln.

3. Qualitätskonzeptentwicklung

Rechenblatt 1 zur Berechnung der Kenngröße $\gamma_P(1 + C_P^2)$, wenn die Siebdurchgangslinie $D(x)$ im Körnungsnetz durch keine Gerade ersetzbar ist

kennzeichnender Durchmesser $d^* = a = 25,0$ $[10^{-2} \text{ mm}]$
 spez. Gewicht $= 2,65$ $[\text{g/cm}^3]$
 Formfaktor
 für Würfel $= 1$
 für Kugeln $= \pi/6$

Produkt aus spez. Gewicht und Formfaktor $\lambda = 2,65$ $[\text{g/cm}^3]$
 kennzeichnendes Korngewicht $\gamma_P^* = \lambda a^3 = 4,14 \cdot 10^{-3} [\text{g}]$

1	2	3	4	5	6
Siebdurchgang	Korngröße			Ge- wichts- fak- toren	
D [%]	x [10^{-2} mm]	(x/a)	$(x/a)^3$	ϱ	$(x/a)^3 \cdot \varrho$
10	1,3	0,05	0,00	1/2	—
20	3,9	0,16	0,00	2	—
30	7	0,28	0,02	1	0,02
40	11	0,44	0,09	2	0,18
50	16	0,64	0,26	1	0,26
60	22	0,88	0,68	2	1,36
70	32	1,28	2,10	1	2,10
80	47	1,88	6,64	2	13,28
90	73	2,92	24,90	1/2	12,45
$S_1 =$					29,65
$\Delta D_1 = 10\% = 0,1$					$\frac{2}{3} S_1 \cdot \Delta D_1 =$ 1,98
90	73	2,92	24,9	1/2	12,5
92	83	3,32	36,6	2	73,2
94	95	3,80	54,9	1	54,9
96	115	4,60	97,3	2	194,6
98	150	6,00	216,0	1/2	108,0
$S_2 =$					443,2
$\Delta D_2 = 2\% = 0,02$					$\frac{2}{3} S_2 \cdot \Delta D_2 =$ 5,91
98	150	6,00	216	1/2	108
98,5	165	6,60	288	2	576
99	180	7,20	373	1	373
99,5	210	8,40	593	2	1186
100	240	9,60	885	1/2	443
$S_3 =$					2686
$\Delta D_3 = 0,5\% = 0,005$					$\frac{2}{3} S_3 \cdot \Delta D_3 =$ 8,95
$D=1$					$\int_{D=0}^{D=1} (x/a)^3 d D \approx$ 16,84
$\gamma_P(1 + C_P)^2 = \gamma_P^* \int_{D=0}^{D=1} (x/a)^3 d D = 0,70 \cdot [10^{-3} \text{ g}]$					

(Die Korngrößen bei $D = 0$ und bei $D = 1$ muß man schätzen, da diese Werte im Körnungsnetz nicht darstellbar sind).

Abbildung 10: Rechenblatt zur Berechnung der Kennwerte von $\gamma_P(1 + C_P^2)$ [24]

3.2 Probenahme

Unterhalb des Materialtrichters bzw. des Mischers werden so lange gewichtsmäßig gleich große Proben entnommen, bis der gesamte Materialraum leer gefördert wurde. Anschließend werden jeweils fünf aufeinanderfolgende Einzelproben zu einem Zeitintervall zusammengefasst. Die Anzahl fünf ergibt sich daher, dass laut Statistik eine Varianz bzw. Standardabweichung erst dann ermittelt werden darf, wenn mindestens ein Probenumfang von fünf Einheiten zugrunde liegt. Eine Prinzipskizze der Probenahme und deren Aufteilung erfolgt in Abbildung 11.

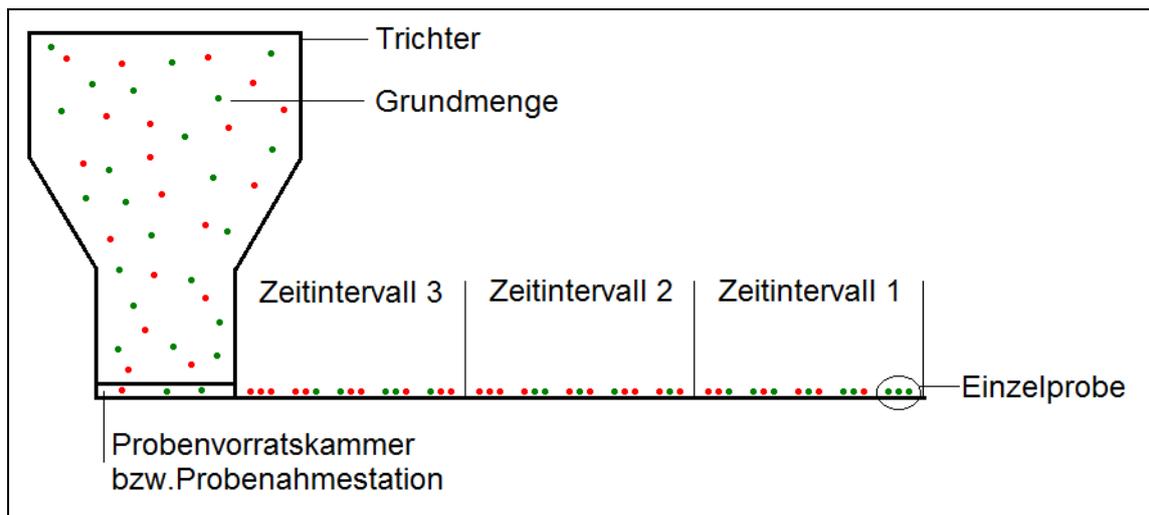


Abbildung 11: Prinzipskizze der Probenahme

3.3 Bestimmung der Ist-Gewichtskonzentration bzw. deren Streuung um die Soll-Gewichtskonzentration

Da es sich bei den definierten Normmischungen um Zweikomponentengemische handelt, reicht es aus, jeweils nur eine Komponente zu untersuchen und auszuwerten, da sich die andere automatisch ergibt. Nach der Probenahme aus dem Trichter bzw. Mischer wird die vorliegende Einzelprobe auf ihre Gewichtskonzentration von Komponente A oder Komponente B untersucht. Mittels der so bestimmten Ist-Gewichtskonzentrationen der Proben lässt sich der zeitliche Konzentrationsverlauf für den gesamten Entleerungsprozess erstellen. Anschließend werden jeweils fünf aufeinanderfolgende Einzelproben zu einem Zeitintervall zusammengefasst. Für jedes Zeitintervall wird in weiterer Folge die Standardabweichung der Ist-Gewichtskonzentration bestimmt, was mit Hilfe folgender Formel geschieht:

$$S_1 = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (x_i - x_{soll})^2} \quad 7)$$

mit

S_1 Standardabweichung um den Sollwert absoluter Wert)

n Anzahl der Proben in einem Zeitintervall

x_i Ist-Gewichtskonzentration

x_{soll} Soll-Gewichtskonzentration

Es ist darauf zu achten, dass es sich bei der obigen Formel um die Standardabweichung um den Sollwert und nicht wie üblich um den arithmetischen Mittelwert einer Messreihe (für fünf Proben im Zeitintervall) handelt, welche in der nachstehenden Formel dargestellt wird:

$$S_2 = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \quad 8)$$

mit

S_2 Standardabweichung um den arithmetischen Mittelwert absoluter Wert)

n Anzahl der Proben in einem Zeitintervall

x_i Ist-Gewichtskonzentration

\bar{x} arithmetischer Mittelwert

Die Standardabweichung aus Formel 7 wurde deshalb gewählt, da die übliche Form der Standardabweichung bei einer Mischung nicht ohne Weiteres mit den definierten Gütegrenzen verglichen werden kann, da es sich dabei um die Streuung um den aktuellen Mittelwert handelt. Dieser Sachverhalt wird in **Fehler! Verweisquelle konnte nicht gefunden werden.** bzw. Abbildung 13 gegenüber gestellt.

Diese für jedes Zeitintervall berechnete Standardabweichung wird gemeinsam mit der ermittelten Ist-Gewichtskonzentration, der Soll-Gewichtskonzentration sowie mit den maximalen Abweichungsgrenzen Wurzel der höchstzulässigen Varianz einer Zufallsmischung von Stange K. [24] graphisch gegenüber gestellt.

3.4 Qualitätsvergleich

Um unterschiedliche Misch- bzw. Fördersysteme miteinander vergleichen zu können, werden unterschiedliche Qualitätsgüteklassen eingeführt, indem man die berechnete

Standardabweichung der Ist-Gewichtskonzentration mit jener einer Zufallsmischung vergleicht. Die Qualitätsgüteklassen werden wie folgt definiert:

- $S \leq 2 * \sigma_z$ ausgezeichnete Qualität Güteklasse 1)
- $S \leq 4 * \sigma_z$ Standardqualität Güteklasse 2)
- $S \leq 6 * \sigma_z$ gerade noch ausreichende Qualität Güteklasse 3)
- $S > 6 * \sigma_z$ unzureichende Qualität

Als veranschaulichendes Fallbeispiel, soll hier eine Zweikomponentenmischung, welche idealerweise aus 50 Gew% Komponente A und 50 Gew% Komponente B gemischt ist, zugrunde liegen. Ein möglicher Konzentrationsverlauf dieser Zweikomponentenmischung ist in **Fehler! Verweisquelle konnte nicht gefunden werden.** bzw. in Abbildung 13 dargestellt. Dabei gilt:

Standardabweichung 1 oben = Sollkonzentration + S_1

Standardabweichung 1 unten = Sollkonzentration - S_1

Standardabweichung 2 oben = Mittelwert der Konzentration in dem Zeitintervall + S_2

Standardabweichung 2 unten = Mittelwert der Konzentration in dem Zeitintervall - S_2

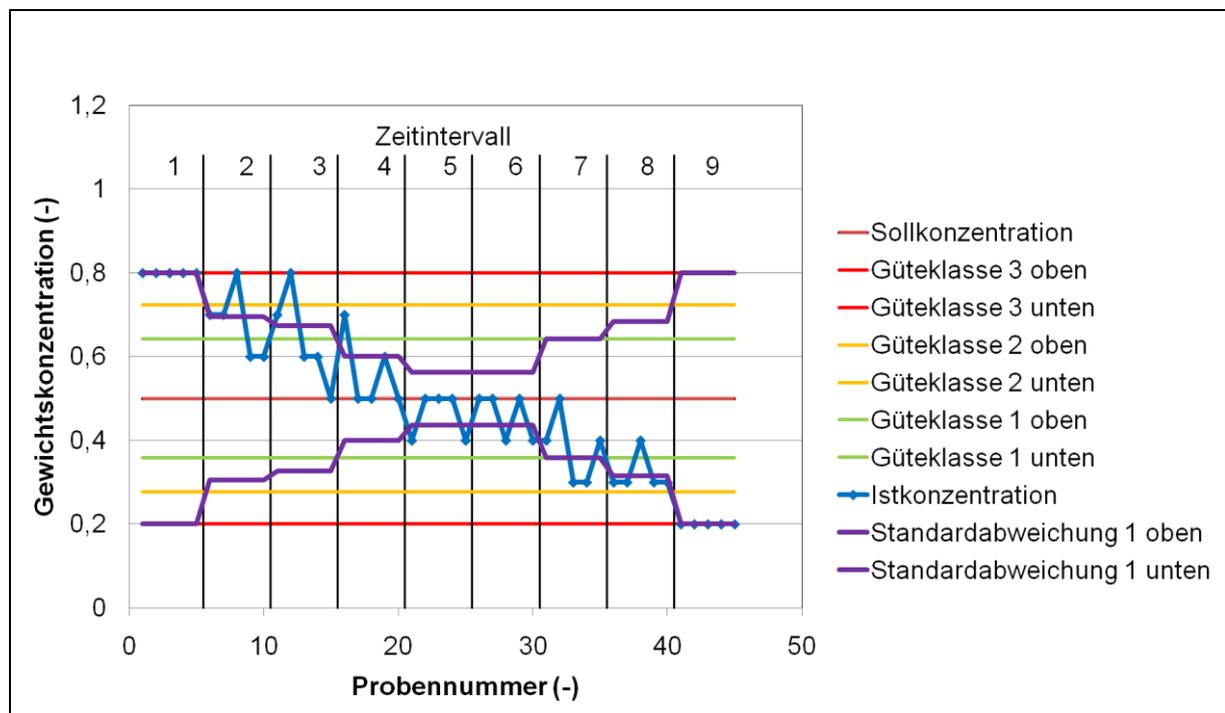


Abbildung 12: Konzentrationsverläufe mit den Güteklassengrenzlinien verglichen mit der Standardabweichung 1

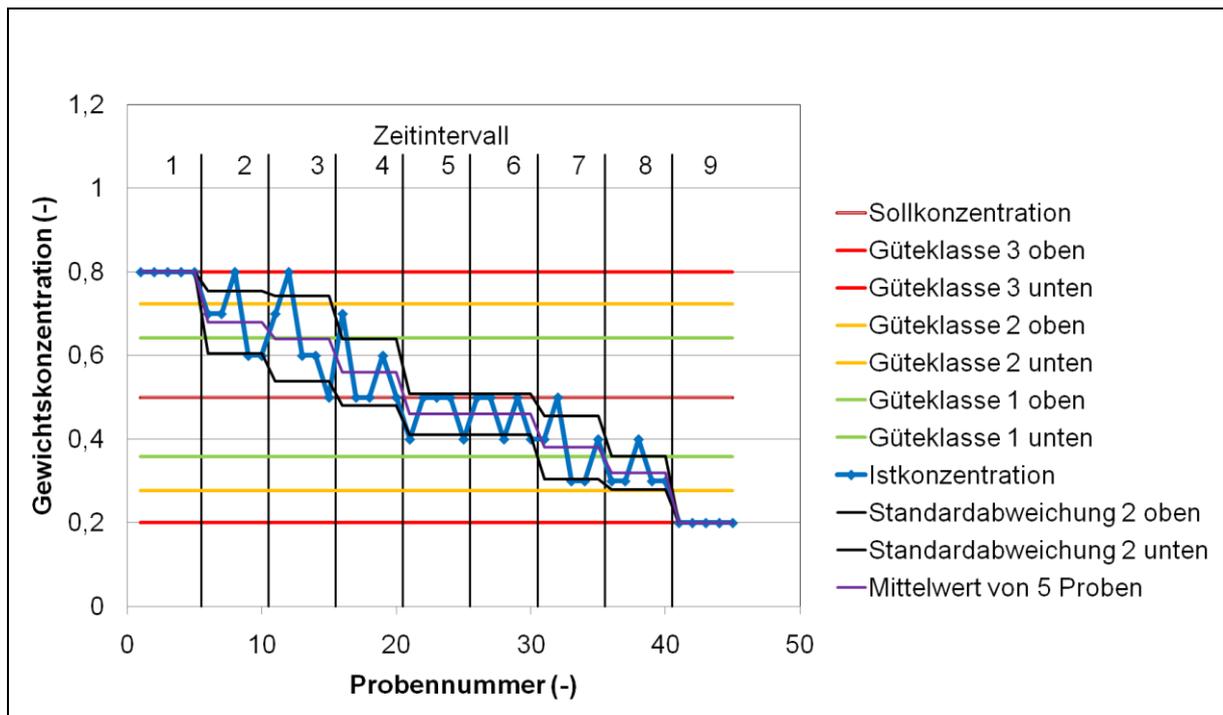


Abbildung 13: Konzentrationsverläufe mit den Güteklassengrenzlinien verglichen mit der Standardabweichung 2

Wie aus Abbildung 13 hervorgeht, ist der Vergleich mit der Standardabweichung 2 eher unpraktisch, da sich diese nicht symmetrisch um den Sollwert bewegt. Somit ist stets darauf zu achten, ob sich der aktuelle Mittelwert von fünf aufeinanderfolgenden Messwerten über oder unterhalb des vorgegebenen Sollwertes befindet. Ist der Mittelwert über dem Sollwert, so muss die Standardabweichung 2 oben mit den oberen Güteklassen verglichen werden, ansonsten die Standardabweichung 2 unten mit den unteren Güteklassen, was sehr unpraktikabel und unübersichtlich ist.

Aus **Fehler! Verweisquelle konnte nicht gefunden werden.** erkennt man, dass der Verlauf der Standardabweichung 1 um den Sollwert symmetrisch ist und daher kann diese zu jedem Zeitpunkt entweder mit den oberen oder unteren Gütegrenzen verglichen werden. Daher ist stets die Standardabweichung 1 (in weiterer Folge nur mehr als Standardabweichung bezeichnet) zu verwenden.

Um unterschiedliche Mischsysteme miteinander vergleichen zu können, wird nun in jedem Zeitintervall die Güteklasse bestimmt und der arithmetische Mittelwert über die ganze Zeitspanne des Prozesses ermittelt. Somit erhält man den arithmetischen Mischgütekennwert bzw. Homogenitätsindex des jeweiligen Systems zu:

$$\bar{H} = \frac{1}{j} \sum_{i=1}^j GK_i \quad 9)$$

mit

H Homogenitätsindex

j Anzahl der Zeitintervalle

GK_i Güteklasse des jeweiligen Zeitintervalles

Für das vorliegende Fallbeispiel ergibt sich folgender Güteklassenverlauf, welcher in Abbildung 14 dargestellt wird.

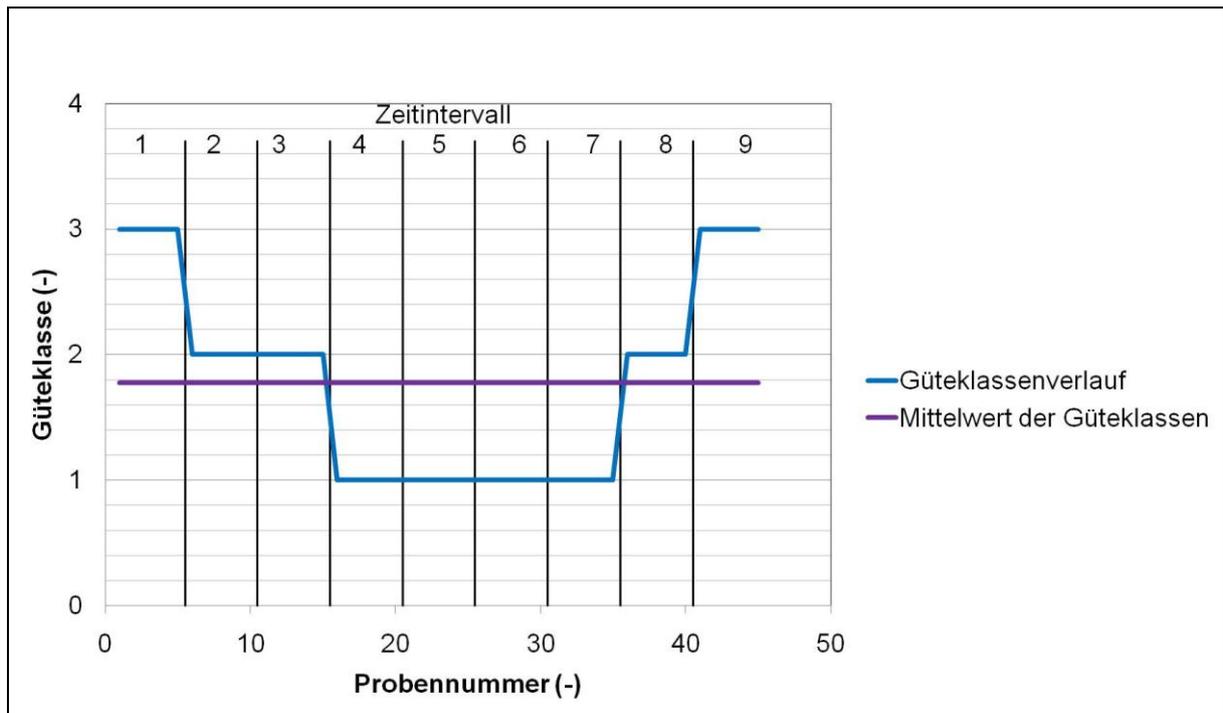


Abbildung 14: Güteklassenverlauf und daraus berechneter arithmetischer Mittelwert

Wie aus Abbildung 14 hervorgeht, ergibt sich der Homogenitätsindex für die vorliegende Mischung aus dem fiktiven Fallbeispiel zu 1,8.

4 Messkonzeptentwicklung

Aufbauend auf das erstellte Qualitätskonzept im vorigen Abschnitt soll an dieser Stelle ein Messkonzept zur Sicherstellung der Qualität der Feststoffmischung, welche dem Extruder mittels pneumatischer Förderung von den Dosieraggregaten zugeführt wird, entwickelt werden. Für diese Aufgabe stehen prozesstechnisch vier Grundarten der Prozessüberwachung zur Verfügung, welche in Abbildung 15 gezeigt werden. Bei der off-line Methodik werden manuell Proben entnommen und anschließend analysiert, mit den daraus gewonnenen Erkenntnissen wird der Prozess gesteuert. Ähnlich funktioniert die on-line Methodik, wobei die Probenahme automatisch erfolgt. Bei der in-line und der in situ Methodik wird auf eine Probenahme verzichtet, da eine Sonde im Prozessraum bzw. außerhalb des Prozessraums die relevanten Daten für die Prozesssteuerung liefert.

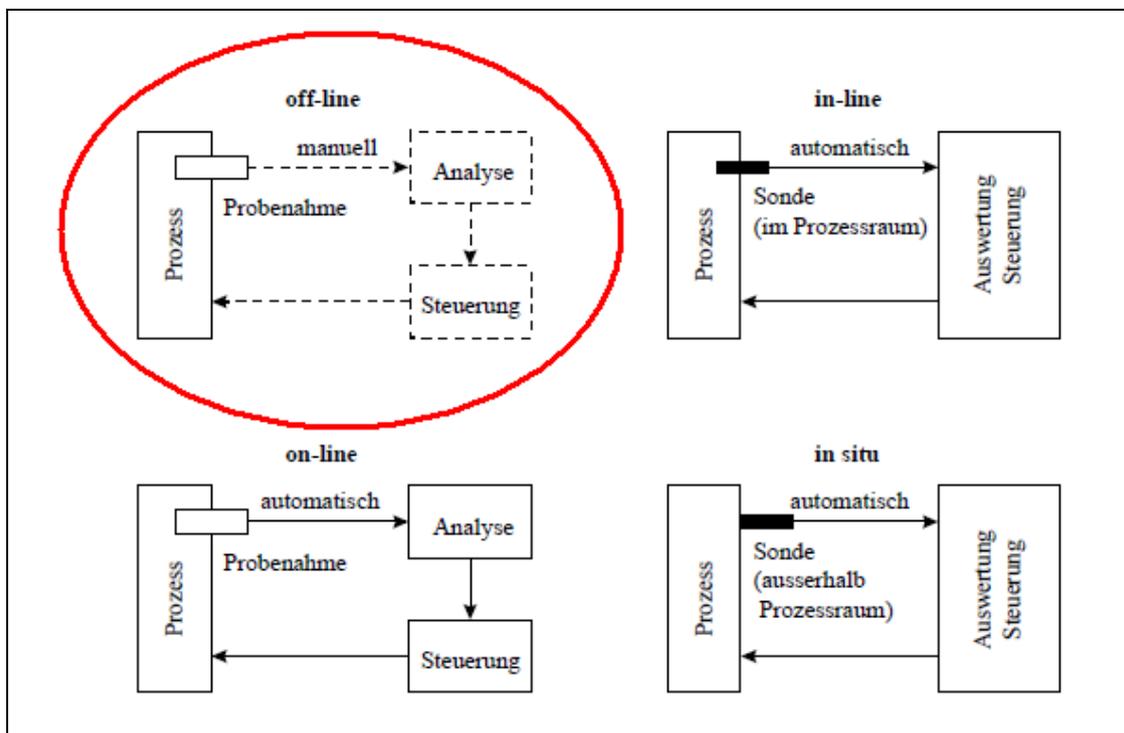


Abbildung 15: Unterschiedliche Verfahren der Prozessüberwachung [6]

Durch intensivste Überlegungen und Diskussionen wurde für den Rahmen dieser Masterarbeit die off-line-Anordnung rote Markierung in Abbildung 15) gewählt, da bei allen anderen Methoden der laufende Verarbeitungsprozess gestört und daher zu einem Produktionsausfall führen würde.

4.1 Probenahme nach dem Materialtrichter bzw. nach dem Mischer

Die unter Punkt 3 entwickelte Qualitätsbewertung für die Mischgüte einer Feststoffmischung setzt eine Probenahme, welche stets ein konstantes Probengewicht aufweisen muss, nach dem Mischer bzw. nach dem Trichter voraus. Diese Realisierung der Probenahme ist schwierig, denn durch die Probenahme darf die vorhandene Mischhomogenität nicht verändert bzw. beeinflusst werden, da dies zu einer Verfälschung der Ergebnisse führt. Folglich müssen bei jeder Probenahme alle zusätzlichen Bewegungen der Granulatkörner vermieden werden, da bei jedem Bewegungsvorgang aufgrund von Platzwechselfvorgängen Entmischungserscheinungen oder auch zusätzliche Vermischungsvorgänge auftreten können. Eine Prinzipskizze der Problematik der Probenahme nach dem Trichter wird in Abbildung 16 dargestellt.

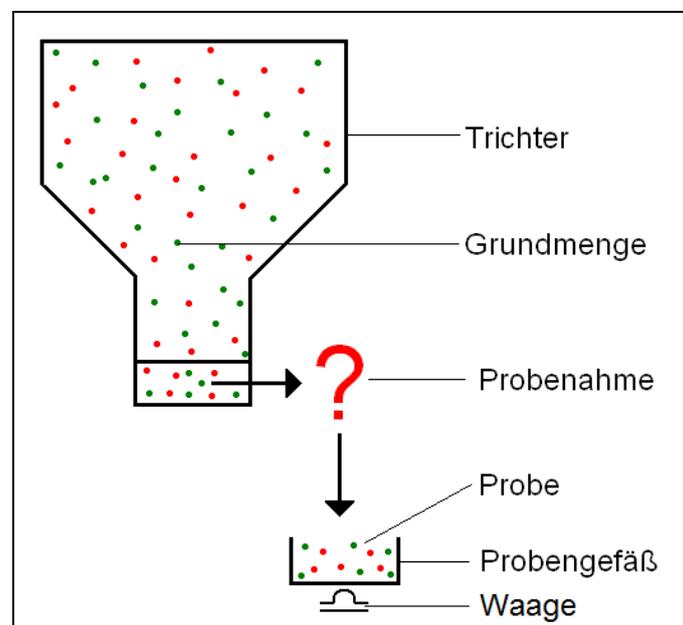


Abbildung 16: *Prinzipskizze der Problematik der Probenahme unterhalb des Trichters bzw. Mixers*

Eine geeignete Methodik der Probenahme nach dem Trichter bzw. nach dem Mischer zu entwickeln, stellte einen wesentlichen Kernpunkt dieser Masterarbeit da, aus diesem Grund werden im Folgenden einige vorgeschlagenen bzw. ausgearbeiteten Probenahmemethoden genauer diskutiert und erläutert.

4.1.1 Schnelfahrender Schieber

Es wird ein schnelfahrender Schieber am Ende des Trichterauslaufes montiert und unterhalb des Schiebers eine ausreichend genaue Waage mit einem Probenauffanggefäß platziert. Die Waage ist mit dem Schieber über die Steuerung

gekoppelt und gibt so dem Schieber das Signal für die Öffnungs- bzw. die Schließbewegung. Dieses System der Probenahme wird graphisch in Abbildung 17 dargestellt.

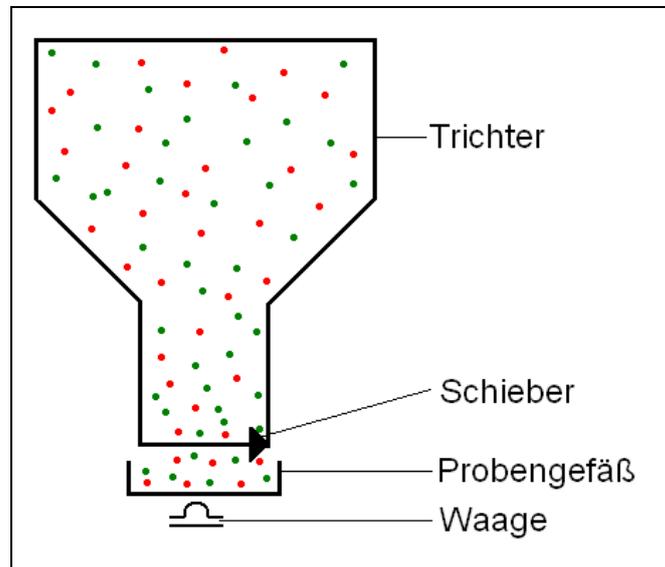


Abbildung 17: Prinzipskizze der Probenahme mittels eines schnellfahrenden Schiebers und anschließender Waage

Diese Variante wäre mechanisch und prozesstechnisch relativ einfach realisierbar und wird daher auch für viele Dosieraggregate verwendet. Das Problem hierbei ist jedoch, dass stets über den gesamten Querschnitt gleichmäßig und konstant gefördert werden muss, das heißt, der Schieber muss bei der gesamten Dosierung vollständig geöffnet sein. Aufgrund der zeitlichen Verzögerung zwischen Schieber- und Wiegesignal kann somit keine ausreichend genaue Dosierung erreicht werden, da sich noch zu viele Granulatkörner in der Luft befinden, die nicht gewogen werden. Des Weiteren gibt es eine zeitliche Verzögerung beim Öffnen bzw. beim Schließen des Schiebers. Das heißt, dort, wo der Schieber sich als Erstes öffnet, gelangt auch das erste Granulat Korn in das sich darunter befindliche Probengefäß, dadurch würde eine ungleichmäßige Füllung des Probenbehälters entstehen, was für die weitere Auswertung unzulässig ist. Demzufolge ist diese Variante der Probenahme für den vorliegenden Anwendungsfall nicht geeignet, da keine parallele Austragung der Granulatmischung gewährleistet ist. Diese Problematik bei der Entnahme mittels eines schnellfahrenden Schiebers wird in Abbildung 18 gezeigt.

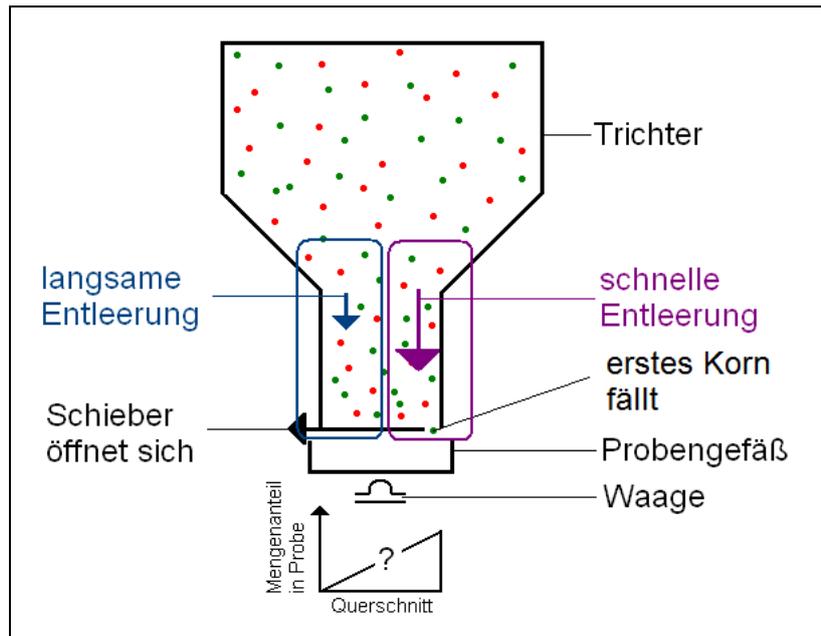


Abbildung 18: *Prinzipische Skizze der Problematik bei der Entnahme mittels eines schnellfahrenden Schiebers*

4.1.2 Zwei schnellfahrende Schieber

Die Realisierung mit zwei schnellfahrenden Schiebern hätte zwar den Vorteil, dass stets ein bestimmtes Volumen für die Probe dosiert werden könnte, jedoch steht man wiederum vor dem gleichen Problem wie bei dem Konzept mit nur einem Schieber und zwar, dass nicht über den gesamten Querschnitt parallel nach unten gefördert werden kann. Dieses Entnahmekonzept mittels zwei Schieber wird in Abbildung 19 graphisch dargestellt.

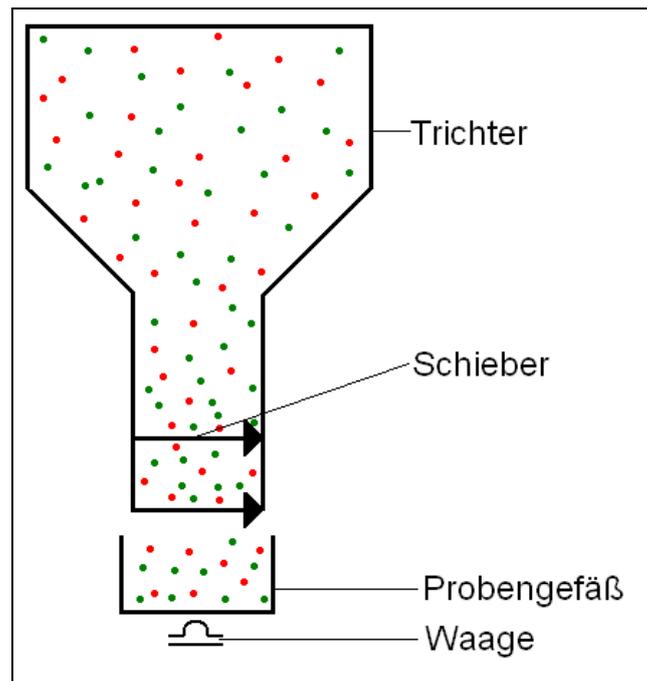


Abbildung 19: Prinzipskizze der Probenahme mittels zwei Schieber

4.1.3 Schnecke

Die Probenahme nach dem Trichter mittels einer Schnecke, wie es auch in der Realität durch die Extruderschnecke gegeben ist, wird in Abbildung 20 gezeigt. Dabei wird mit der Schnecke das Material aus dem Trichter in das Probengefäß gefördert, welches anschließend mit der Waage gewogen wird.

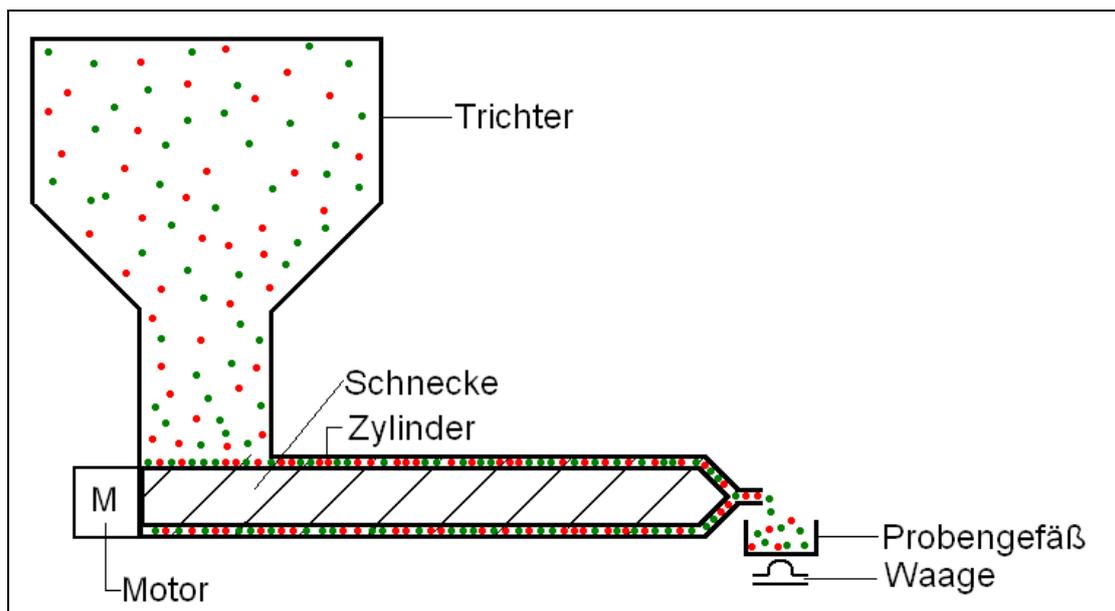


Abbildung 20: Prinzipskizze der Probenahme mittels anschließender Schnecke

Die Problematik bei dieser Art der Probenahme liegt zweifelsfrei an der Längs- bzw. Quervermischung der geförderten Granulatmischung durch die Bewegung der Schnecke. Dieser Effekt tritt zwar in der Realität auch auf, allerdings ist die Mischqualität nach dem Trichteraustritt interessant und nicht jene, die durch die Schnecke verursacht wird. Demzufolge ist diese Variante der Probenahme auch nicht zielführend, da die zu untersuchende Feststoffmischung durch die Schneckenbewegung verändert wird. Ein Vorteil dieser Variante wäre natürlich, dass mit geringen Schneckendrehzahlen genauestens auf ein bestimmtes Probengewicht dosiert werden könnte.

4.1.4 Förderband

Der Materialtrichter wird direkt oberhalb des Förderbandes mit einem bestimmten Abstand fixiert. Durch die kontinuierliche Bewegung des Förderbandes und den vorhandenen Spalt, welcher sich in Förderrichtung befindet, wird die Feststoffmischung aus dem Trichter kontinuierlich heraus gefördert. Am Ende des Förderbandes fallen die geförderten Granulatkörner auf eine Waage, wo stets Proben mit konstantem Gewicht entnommen werden können. Dieses Prinzip der Probenahme wird in Abbildung 21 schematisch dargestellt.

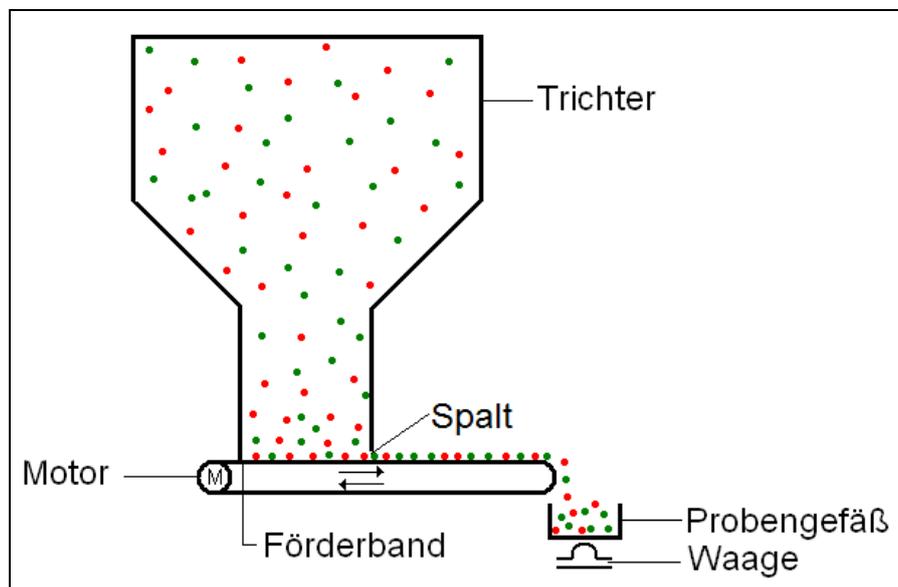


Abbildung 21: Prinzipskizze der Probenahme mittels eines Förderbandes

Dieses Prinzip der Probenahme wurde mit einfachen Vorversuchen genauer untersucht. Dabei wurde ein kreisförmiges bzw. ein viereckiges Rohr mit zwei Materialien mit unterschiedlichen Farben auf verschiedene Weisen gefüllt und wieder entleert, um so möglichst einfach den Vorgang des Förderbandes zu simulieren. Bei der ersten Versuchsanordnung, welche in Abbildung 22 gezeigt wird, wurde das

Rohr in zwei Querschnitte unterteilt. Der vordere Bereich wurde mit weißen und der hintere Bereiche mit schwarzen Granulatkörnern gefüllt. Anschließend wurde das Rohr leicht von der Tischplatte abgehoben und mit der Hand langsam und kontinuierlich vorwärts geschoben bis sich so der gesamte Inhalt des Rohres entleert hat.

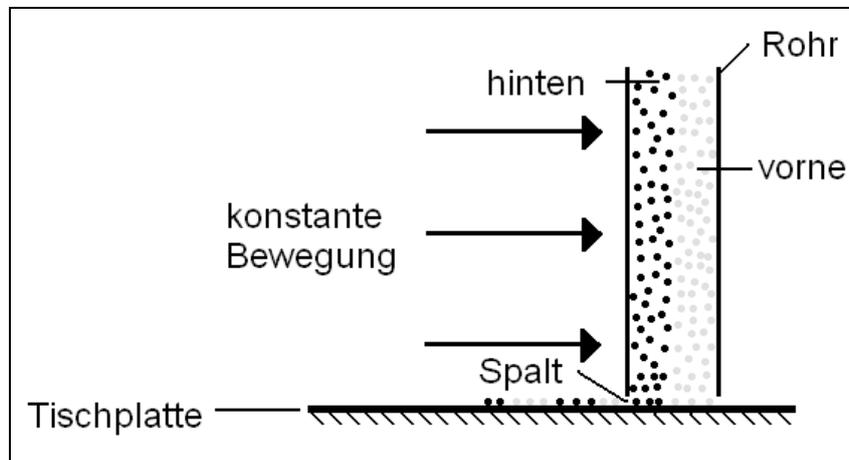


Abbildung 22: *Prinzipskizze des ersten Vorversuches zur Probenahme mittels eines Förderbandes Materialtrennung: hinten schwarz) / vorne weiß))*

Dieser erste Vorversuch wurde durchgeführt, um herauszufinden, ob die beiden Materialien gleichmäßig ausgetragen werden. Das Ergebnis des ersten Vorversuches, das in Abbildung 23 dargestellt wird, zeigte, dass das vordere weiße) Material sich außen und das hintere schwarze) Material in der Mitte abgelagert hat. Dieser Effekt hätte keine weitere Auswirkung auf die zu untersuchende Feststoffmischung, da die Probenahme senkrecht zur Bewegungsrichtung erfolgt. Folglich wäre diese Variante für die Probenahme zulässig.

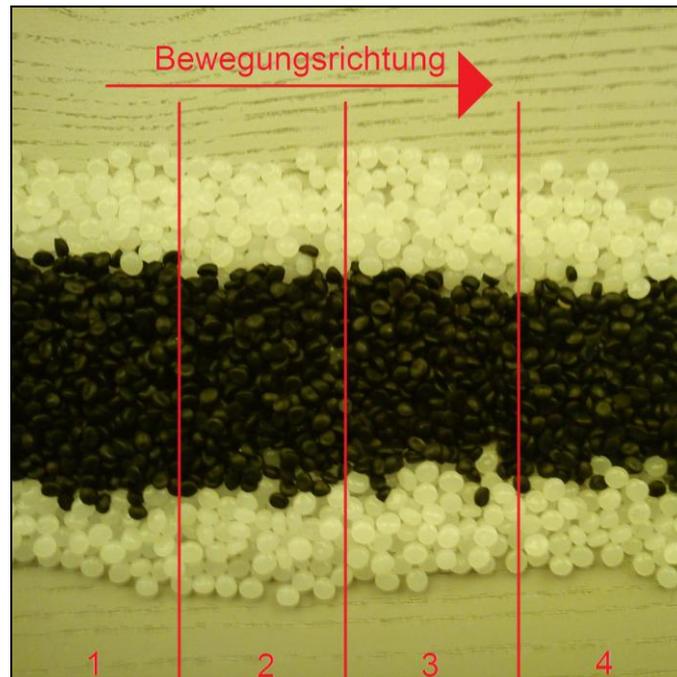


Abbildung 23: *Entstehendes Ausfließmuster bei einem Vierkanrohr $a = 32$ mm) welches hinten mit schwarzem und vorne mit weißem Material gefüllt wurde*

Für die nächste Versuchsanordnung wurde das Rohr vertikal in unterschiedliche Zonen unterteilt, jede zweite Zone wurde mit dem gleichen Material gefüllt, dadurch entstehen sich abwechselnde Schichten, was systematisch in Abbildung 24 dargestellt ist.

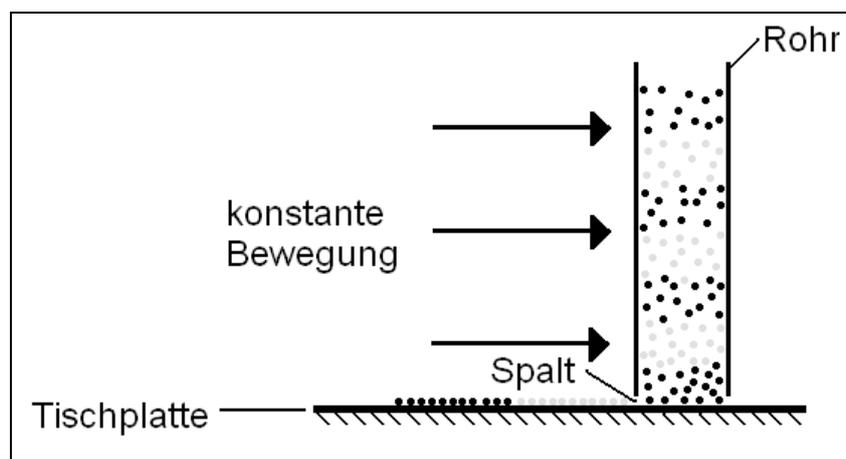


Abbildung 24: *Prinzipskizze des zweiten Vorversuches zur Probenahme mittels eines Förderbandes Mat erialtrennung: vertikaler Schichten-aufbau)*

Wie jedoch aus Abbildung 25 und Abbildung 26 hervorgeht, stellte sich heraus, dass die eingefüllten vertikalen Schichten das Rohr nicht gleichmäßig verlassen, da die Körner beim Austritt einen Platzwechsel vollziehen.

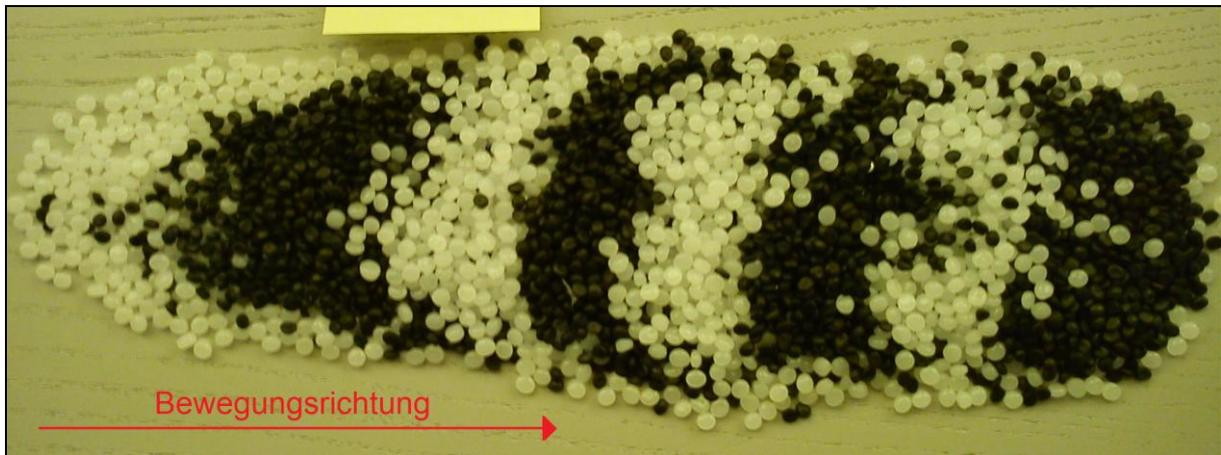


Abbildung 25: Entstehendes Ausfließmuster bei einem Rohr $d = 42 \text{ mm}$), welches abwechselnd mit weißem und schwarzem Material gefüllt wurde

Wie in Abbildung 25 ersichtlich ist, bildeten sich keine senkrechten Grenzen zwischen den weißen und schwarzen Granulatkörnern aus, sondern leicht gebogene Streifen. Aufgrund dieser Tatsache wurde anschließend ein Vierkantrrohr $a = 32 \text{ mm}$) auf die gleiche Art und Weise gefüllt und wieder entleert, das entstandene Ausfließmuster zeigt Abbildung 26.

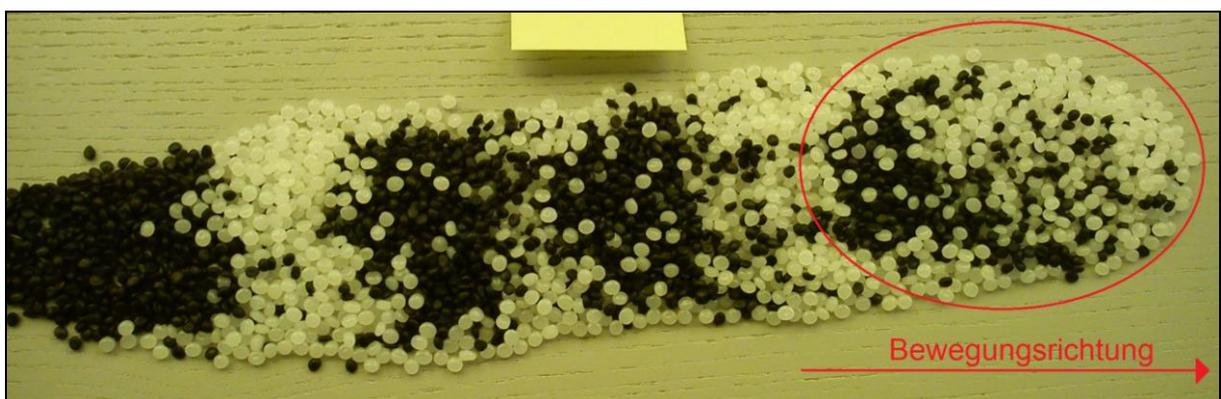


Abbildung 26: Entstehendes Ausfließmuster bei einem Vierkantrrohr $a = 32 \text{ mm}$), welches vertikal abwechselnd mit weißem und schwarzem Material gefüllt wurde

Im linken Bereich der Abbildung 26, der zugleich dem Beginn des Entleerungsprozesses entspricht, hat sich ein streifenähnliches Muster gezeigt, im

rechten Bereich wurde jedoch das Material komplett vermischt. Dieser Bereich wird etwas vergrößert in Abbildung 27 dargestellt.

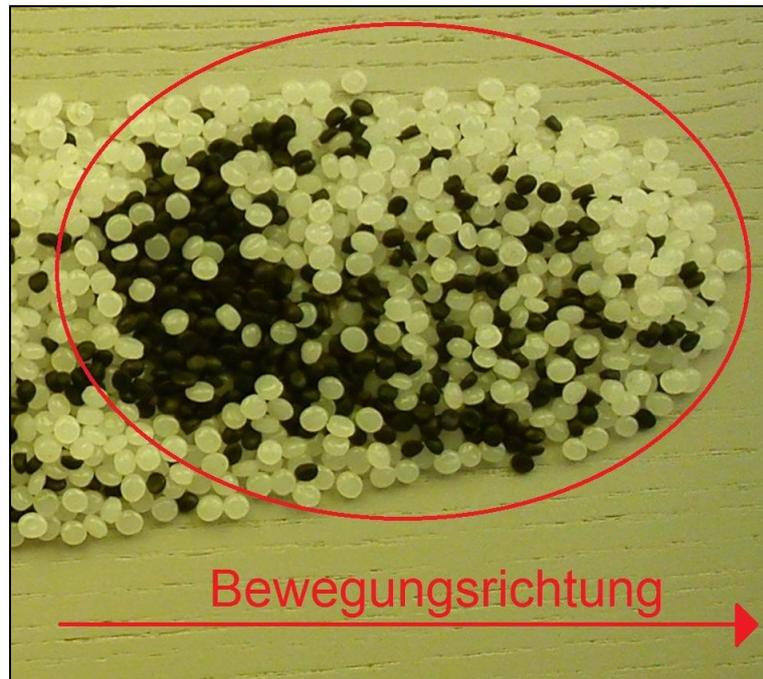


Abbildung 27: Vergrößerte Darstellung des Ausfließmusters bei einem Vierkantrohr $a = 32 \text{ mm}$), welches vertikal abwechselnd mit weißem und schwarzem Material gefüllt wurde

Wie aus Abbildung 27 hervorgeht, wird das Material, welches das Rohr als letztes verlässt, am stärksten gemischt, daher ist auch diese Art der Probenahme mittels Förderbandes unzulässig.

4.1.5 Zellenrad

Unterhalb des Trichteraustrittes wird ein Zellenrad montiert, welches sich sehr langsam dreht, darunter befindet sich ein Probengefäß, das wiederum auf einer Waage steht. Das Zellenrad ist mit der Waage so gekoppelt, dass eine definierte Probengewichtsmenge in das Probengefäß dosiert wird. Diese Art der Probenahme nach dem Materialtrichter wird in Abbildung 28 dargestellt.

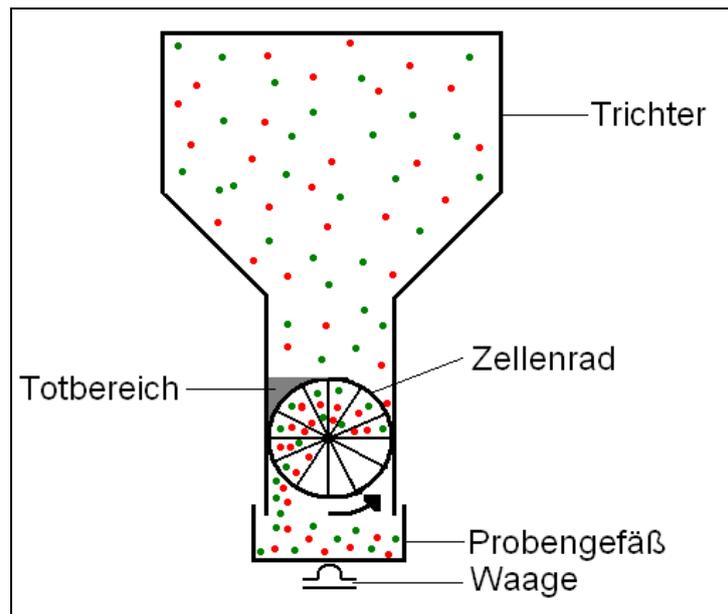


Abbildung 28: Prinzipskizze der Probenahme mittels eines Zellenrades

Da jedoch bei dieser Methode der Probenahme mittels eines Zellenrades die Zellen von dem Rad nur von dem rechten Teil des Querschnittes gefüllt werden, kommt es auf der linken Seite zu einem Rückstau bzw. sogar zu einem Totbereich (siehe grauer Bereich in Abbildung 28), wo kein Material gefördert wird, infolgedessen ist auch diese Art der Probenahme unzulässig.

4.1.6 Langes Rohr

Es wird ein langes Rohr nach dem Trichteraustritt montiert, um so die geförderte Feststoffmischung einzufrieren. Mit einer Vielzahl an Schiebern, welche in einem konstanten Höhenabstand platziert werden, kann die Gesamtmenge im Rohr in kleinere Teilmengen (Proben) unterteilt werden. Dieses Prinzip der Probenahme ist in Abbildung 29 dargestellt.

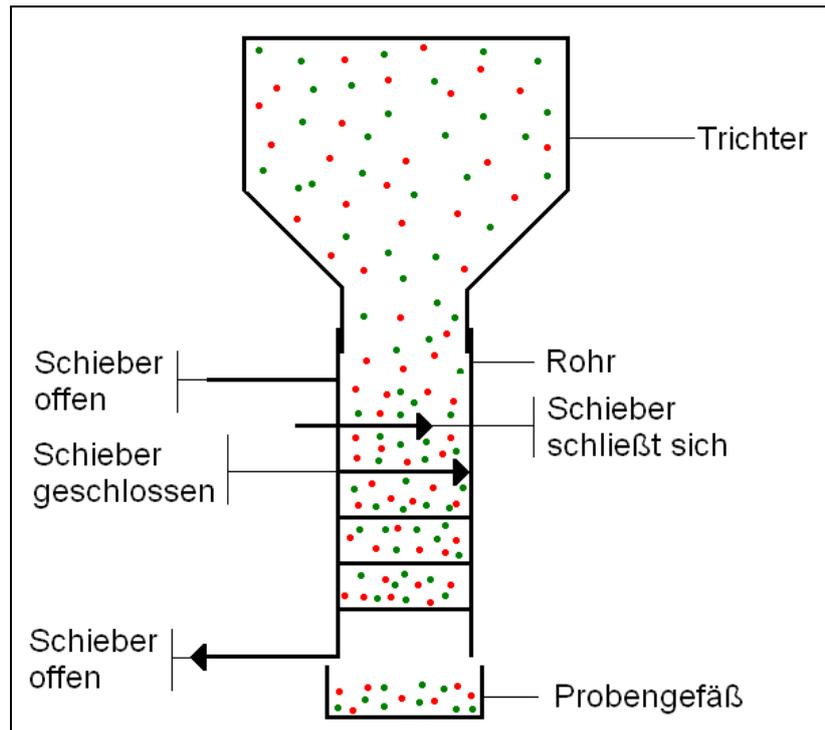


Abbildung 29: *Prinzipskizze der Probenahme mittels eines langen Rohrs und mehrerer Schieber*

Nachteilig hierbei sind die Vielzahl an benötigten Schiebern und die große erforderliche Länge des Rohres, um das gesamte Grundvolumen des Trichters einzufangen. Ein weiterer Nachteil ist, dass die einzelnen Teilmengen nicht den gleichen Förderweg besitzen. Das heißt, dass die untersten Proben einen längeren Förderweg durchwandern und daher auch länger Zeit haben sich zu entmischen als jene Proben, die sich weiter oben im Rohr befinden. Demzufolge können hier keine Vergleiche zwischen den einzelnen Proben gezogen werden, da für die einzelnen Teilbereiche nicht die gleichen Förderbedingungen herrschen. Um jeweils den gleichen Ausgangszustand (gleiche Förderbedingungen) zu schaffen, ist es notwendig die Proben immer an der gleichen Stelle möglichst störungsfrei zu entnehmen bzw. dort einzufangen.

4.1.7 Förderband mit Teller

Vor dem Förderband wird bereits ein Teilvolumen der Feststoffmischung mittels eines Schiebers (Tellers) für das nachfolgende Förderband bereitgestellt. Der Teller wird oben bei der Öffnung in den Trichter eingeschoben, dadurch ist das darunter befindliche Material zwischen Förderband und Teller eingefangen. Dies hat den Vorteil, dass die darüber befindliche Feststoffmischung im Trichter nicht weiter gestört wird. Durch die fortlaufende Bewegung des Förderbandes werden der Teller und das Material langsam nach unten bzw. aus dem Trichter befördert. Diese

Methode der Probenahme mittels Förderbandes und Tellers wird in Abbildung 30 gezeigt.

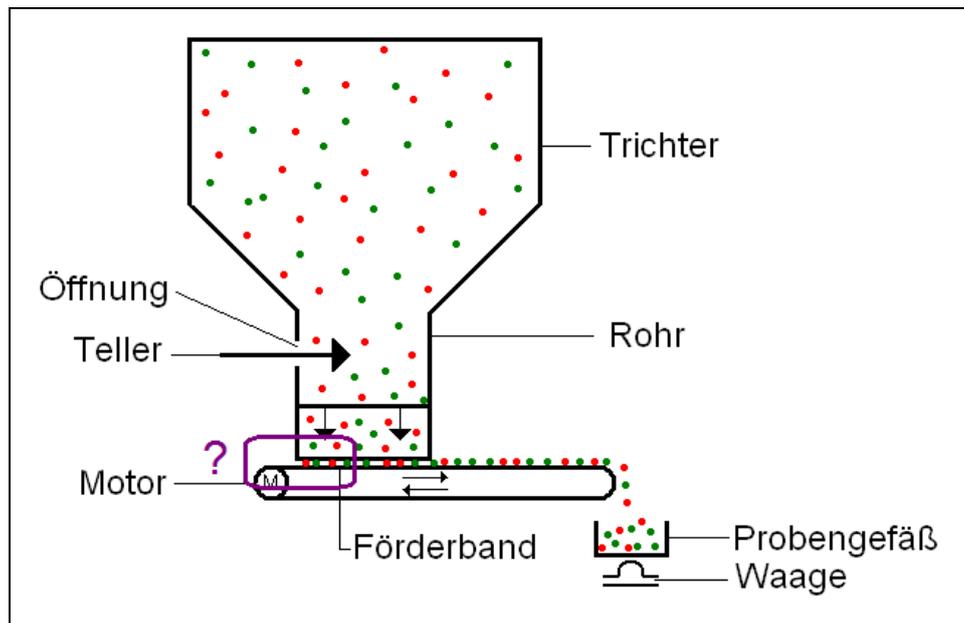


Abbildung 30: Prinzipskizze der Probenahme mittels Förderbandes und Tellers

Die Problematik hierbei ist jedoch, dass man den Teller an der unteren Position direkt über dem Förderband) nicht wieder heraus bekommt bzw. an die obere Position zurückführen kann, ohne dabei die umliegende Feststoffmischung zu beeinflussen, daher ist diese Art der Probenahme unzulässig.

4.1.8 Probenlift (Paternosteraufzug)

An einer Schiene sind mehrere Teller befestigt, die im Trichter in einem bestimmten Abstand langsam und kontinuierlich nach unten fahren und so ein bestimmtes Materialvolumen aus dem Trichter befördern. Am unteren Ende der inneren Schiene werden die Teller durch die Drehung zur äußeren Schiene in das Probengefäß entleert und an der Außenseite wieder nach oben befördert, wo diese durch eine Drehbewegung in den Trichter bewegt werden. Diese Art der Probenahme mit Hilfe eines Probenliftes wird in Abbildung 31 gezeigt.

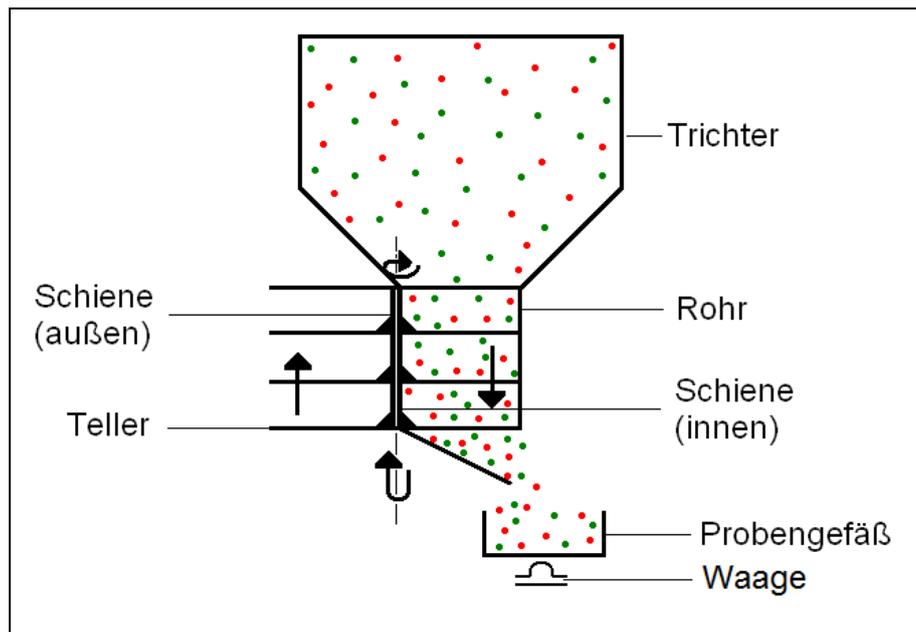


Abbildung 31: Prinzipskizze der Probenahme mittels Paternosterliftes

Die Problematik bei dieser Methode der Probenahme mittels Probenliftes ist, dass am oberen Ende eine Drehbewegung der Teller in den Trichter erfolgen muss, was mechanisch eher kompliziert zu realisieren ist. Daher wird diese recht komplexe Variante der Probenahme nicht weiter ausgeführt.

4.1.9 Schieber – Stempel

Eine scheinbar einfache Art der Probenahme ist die Probenahme mit Hilfe eines Schiebers und eines Stempels, was in Abbildung 32 dargestellt ist. Anfangs ist der Schieber geschlossen und der Stempel befindet sich am oberen Hub, danach wird der Schieber geöffnet und der Stempel bewegt sich langsam und kontinuierlich bis zu seinem mittleren Hub nach unten. Anschließend wird der Schieber geschlossen und so ein vordefiniertes Volumen dosiert. Der Stempel fährt danach zu seinem unteren Hub, wo das dosierte Material mit Hilfe eines weiteren Schiebers in das Probengefäß entleert wird und abschließend gewogen wird. Dieses Entnahmeprinzip stellt als einziges sicher, dass die Materialmischung aus dem Trichter konstant über den gesamten Querschnitt parallel nach unten ausgetragen wird. Diese Tatsache war der Grund für die Realisierung dieser Probenahme nach dem Trichter bzw. nach dem Mischer.

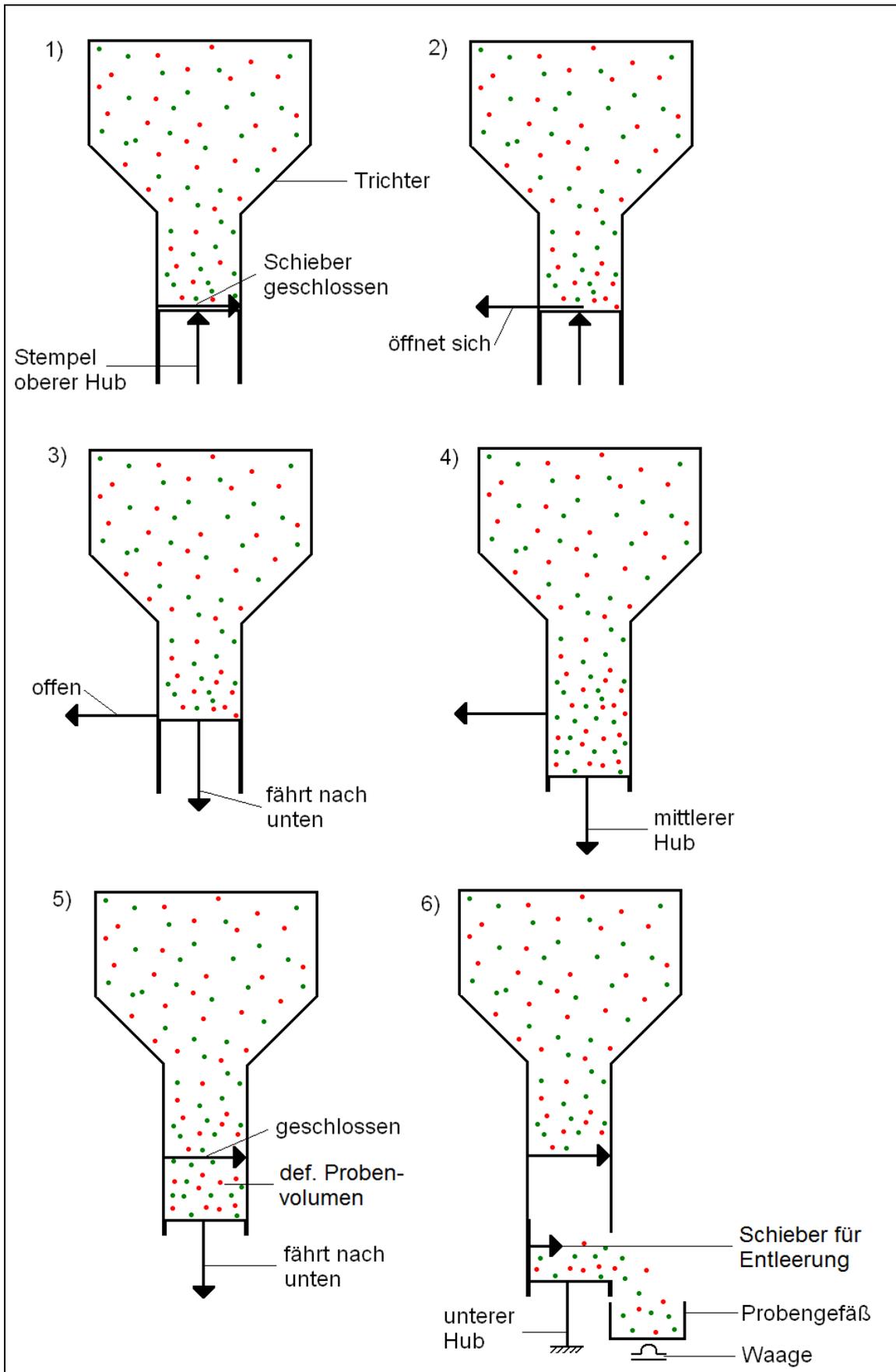


Abbildung 32: Prinzipskizze der Probenahme mittels Schieber – Stempelprinzips

Um eine erste Aussage über die Arbeitsweise bzw. über die Funktionstüchtigkeit des Schieber – Stempelprinzips treffen zu können, wurde zu diesem Zwecke eigens ein Modell aus Papier angefertigt, welches in Abbildung 33 gezeigt wird.

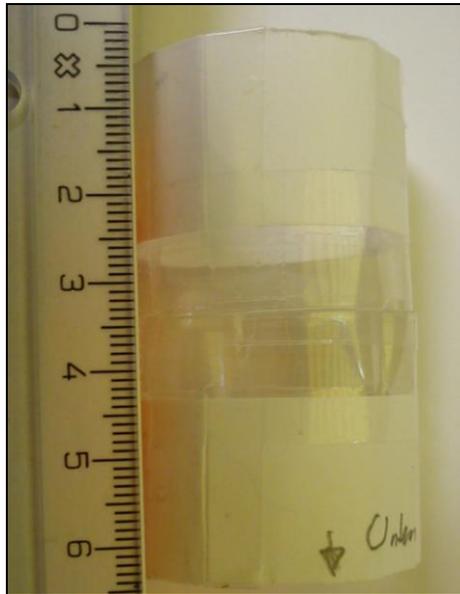


Abbildung 33: Papierzylindermodell $d = 35 \text{ mm}$; $h = 65 \text{ mm}$)

Dieses Papiermodell wurde mit zwei farblich zu unterscheidenden Granulaten (weiß und blau) auf verschiedenste Weisen gefüllt.

Im nun folgenden Vorversuch wurde der Papierzylinder unterhalb des Schiebers mit weißen und oberhalb des Schiebers mit blauen Granulatkörnern gefüllt. Nach der Befüllung wurde von Hand aus ein Schieber (aus PS) in die Öffnung geschoben, siehe Abbildung 34. Um die Änderungen der beiden Schnittflächen darzustellen wurde das obere Material entleert und der Schieber entfernt, siehe Abbildung 35.



Abbildung 34: Befüllung des Papiermodells und Einschubvorgang des Schiebers

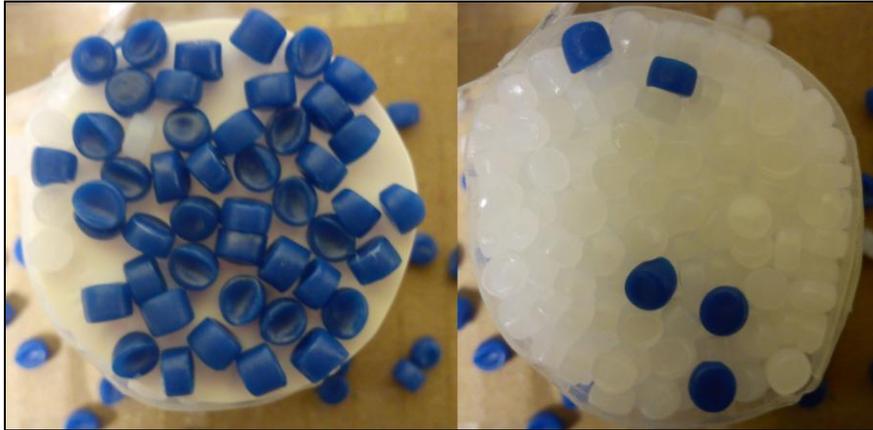


Abbildung 35: Veränderungen der Schnittebenen, links: oberhalb des Schiebers, rechts: unterhalb des Schiebers

Es ist zu sehen, dass einige weiße Körner in der oberen und einige blaue Körner in der unteren Schnittebene zu finden waren. Relativ gesehen ist dieser „Fehler“ jedoch zu vernachlässigen, da es sich hierbei um lediglich ein paar Granulatkörner von einigen hundert handelt. Somit wird bei dieser Methode der Probenahme die Homogenität der Mischung weitestgehend nicht verändert bzw. beeinflusst.

4.2 Bestimmung der Gewichtskonzentration der entnommenen Probe

Sind die Proben nach dem Trichter bzw. Mischer entnommen, ist die nächste Aufgabe, diese entnommenen Proben zu analysieren und miteinander zu vergleichen. Hierbei wird die Gewichtskonzentration und nicht die Volumenkonzentration herangezogen, da am Mischer in der Produktion die Gewichtskonzentration vorgegeben wird. Daher macht es auch nur Sinn, die vorgegebene Gewichtskonzentration mit der Istgewichtskonzentration zu vergleichen.

Bei solch einer großen Anzahl an Proben ist es nicht sinnvoll und zielführend, jede einzelne Probe separat in die einzelnen Komponenten zu trennen und im Anschluss zu wiegen, um so auf die gewichtsmäßige Zusammensetzung der zu Grunde liegenden Granulatmischung rückschließen zu können. Daher war die Forderung, ein zumindest teilweises automatisiertes Verfahren zu entwickeln, welches die Probengewichtskonzentrationen der einzelnen Komponenten ermittelt. Zu diesem Zwecke wurde firmenintern eine eigene Auswertesoftware basierend auf optischer Auszählung von Partikeln einer bestimmten Farbe entwickelt. Hierbei wird die Probe auf eine vordefinierte Fläche entleert und mit Hilfe eines Rüttelelementes so verteilt, dass sichergestellt ist, dass kein Partikel über einen anderen ruht. Nach dieser

Flachlegung der Probe wird diese mit einer ausreichend genauen Kamera mehrmals fotografiert. Diese Bildaufnahmen der einzelnen Proben werden in die optische Auswertungssoftware geladen, wo die Gewichtskonzentrationen der einzelnen Komponenten bestimmt werden.

Funktionsweise der optischen Auswertung

Da es sich bei den später definierten Normmischungen um jeweils Zweikomponentenmischungen handelt, ist es ausreichend, nur eine Komponente zu suchen bzw. zu zählen, da sich die andere ohnedies automatisch ergibt, wenn die Grundgesamtheit gegeben ist, was im vorliegenden Fall durch das Wiegen der entnommenen Probe mittels einer ausreichend genauen Waage sichergestellt ist. Über das Originalbild, welches die Webcam liefert, wird ein Rahmen (siehe rote Umrandung in Abbildung 36) gelegt, um sicher zu stellen, dass auch wirklich immer eine definierte Fläche ausgewertet wird. Dieses beschnittene Foto entspricht somit dem auszuwertenden Bild, welches Pixel für Pixel auf einen bestimmten Farbton mit einem definierten Toleranzbereich abgesucht wird. Dieser Toleranzbereich ist notwendig, da die zu untersuchenden Granulatkörner durch die vorliegenden Rundungen (Zylindergranulat bzw. Linsengranulat) immer in einem bestimmten Farbbereich streuen. Alle gefundenen Pixel, die in diesem definierten Farbbereich liegen, werden im Binärbild schwarz dargestellt, der Rest entspricht dem weißen Hintergrund. Des Weiteren ist es notwendig eine Mindestgröße eines einzelnen Kornes vorzugeben, um das Mitzählen von falschen „Farbklecksen“ zu vermeiden. Jede gefundene zusammenhängende schwarze Fläche im umgewandelten Binärbild entspricht einem Objekt. Diese gefundenen Objekte werden der Größe nach sortiert und nach folgenden zwei Strategien weiter ausgewertet.

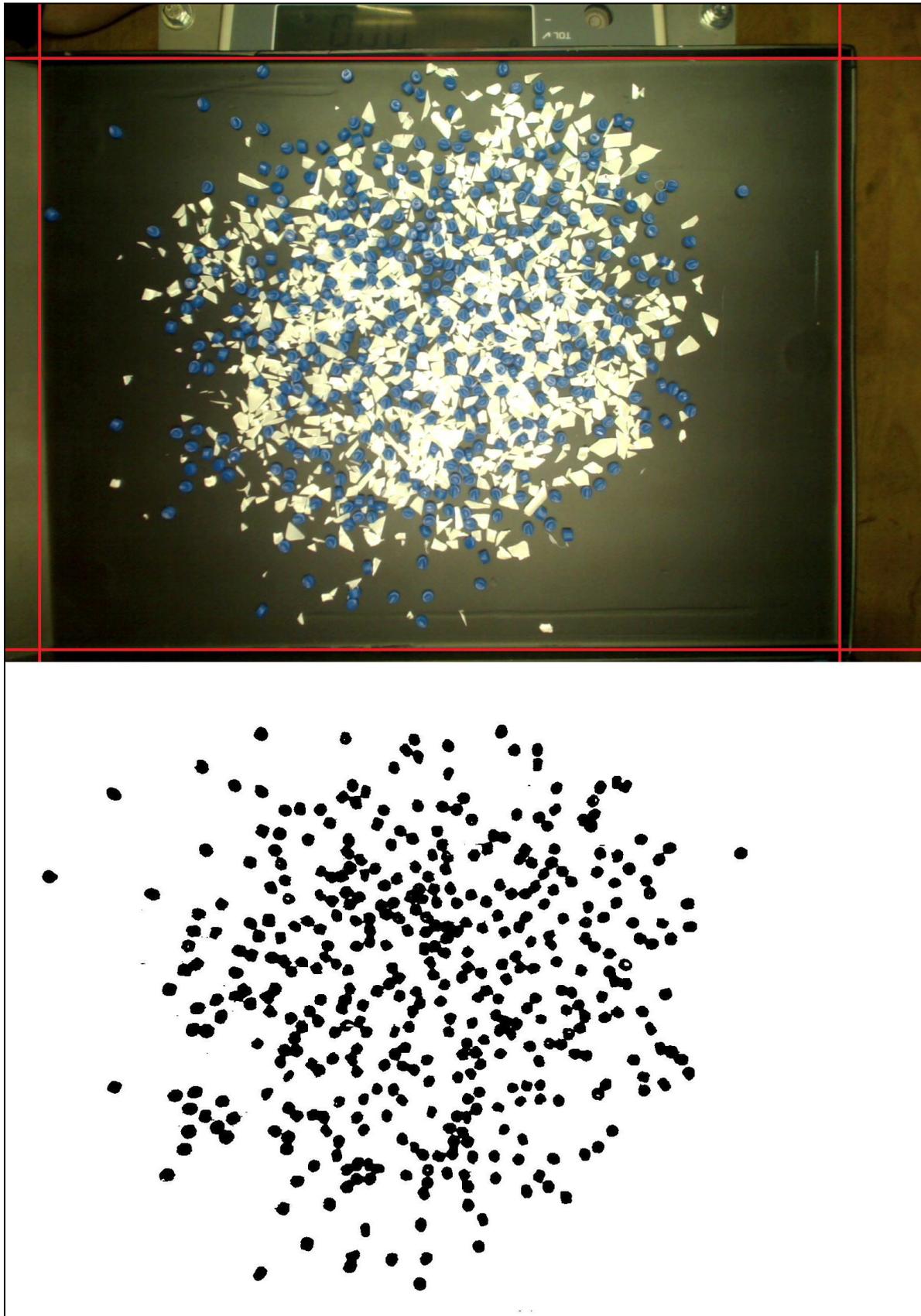


Abbildung 36: Charakteristische Probe der Mischung II (13.33 g Blue mit 6.67 g Mahlgut); oben: Originalbild; unten: umgewandeltes Binärbild

Objektfläche \leq fünffache durchschnittliche Fläche eines einzelnen Korns (\bar{A})

- **$A_{\min} \leq \text{Objektfläche} \leq 1.5 \cdot \bar{A}$**

Ist die gefundene Objektfläche größer als die vorgegebene Mindestgröße A_{\min} , welche ein Erfahrungswert ist) bzw. kleiner als die eineinhalbfache durchschnittliche Fläche eines einzelnen Granulatkornes (\bar{A}), so entspricht das Objekt einem einzelnen Granulat Korn. Die Granulat Kornanzahl ist somit 1.

- **$1.5 \cdot \bar{A} \leq \text{Objektfläche} \leq 5 \cdot \bar{A}$**

Ist die gefundene Objektfläche größer als die eineinhalbfache bzw. kleiner als die fünffache durchschnittliche Fläche eines Einzelkorns, so wird die gefundene Objektfläche durch die durchschnittliche Fläche dividiert. Dieser berechnete Wert wird mathematisch gerundet, um eine ganzzahlige Granulat Kornanzahl zwischen 2 und 5 zu erhalten.

Die Granulat Kornanzahl aller kleinen gefundenen Objekte, die kleiner als die fünffache durchschnittliche Fläche aufweisen, werden aufsummiert und im Anschluss mit der durchschnittlichen Masse eines einzelnen Granulatkornes multipliziert, um die Gesamtmasse der vorhandenen Körner zu ermitteln.

Die durchschnittliche Fläche eines einzelnen Granulatkornes erhält man aus dem Eichbild, bei dem eine definierte Kornanzahl mit einem bekannten Gewicht fotografiert wird und somit als Vergleichsbild dient. Das durchschnittliche Korngewicht muss separat bestimmt werden, siehe Kapitel 6, Tabelle 6 Seite 66).

Objektfläche $>$ fünffache durchschnittliche Fläche eines einzelnen Korns (\bar{A})

Alle gefundenen Objekte die eine größere Fläche als die fünffache durchschnittliche Fläche aufweisen, werden zu einer Gesamtfläche aufsummiert. Diese Gesamtfläche wird mit der Flächenlast, welche man mit Hilfe des Eichbildes bestimmt, multipliziert, um die Masse der Granulat Körner ermitteln zu können.

Die Erfahrung zeigte, dass diese Unterscheidung zwischen kleinen und großen Objekten notwendig ist, um genauere Ergebnisse zu erzielen.

4.3 Umgesetztes Gesamtkonzept

Die Probenahme nach dem Trichter bzw. nach dem Mischer erfolgt mittels Schieber-Stempelprinzips, danach wird die entnommene Probe mit einer Waage gewogen. Die Vorgehensweise der Bestimmung der Gewichtskonzentrationen der einzelnen Komponenten in der Mischung setzt voraus, dass kein Partikel über einem anderen liegt. Dies wird mit Hilfe eines Rüttelelementes, welches am Probengefäß befestigt

wird, realisiert, danach werden die so flachgelegten Proben fotografiert und ausgewertet. Um das Nichtvertauschen der Fotos mit dem dazugehörigen gemessenen Probengewicht sicherzustellen, wurde als Poka Yoke System die vollautomatische Variante der Abspeicherung des Probengewichtes und der Probenfotos gewählt, dies wird in Abbildung 37 dargestellt.

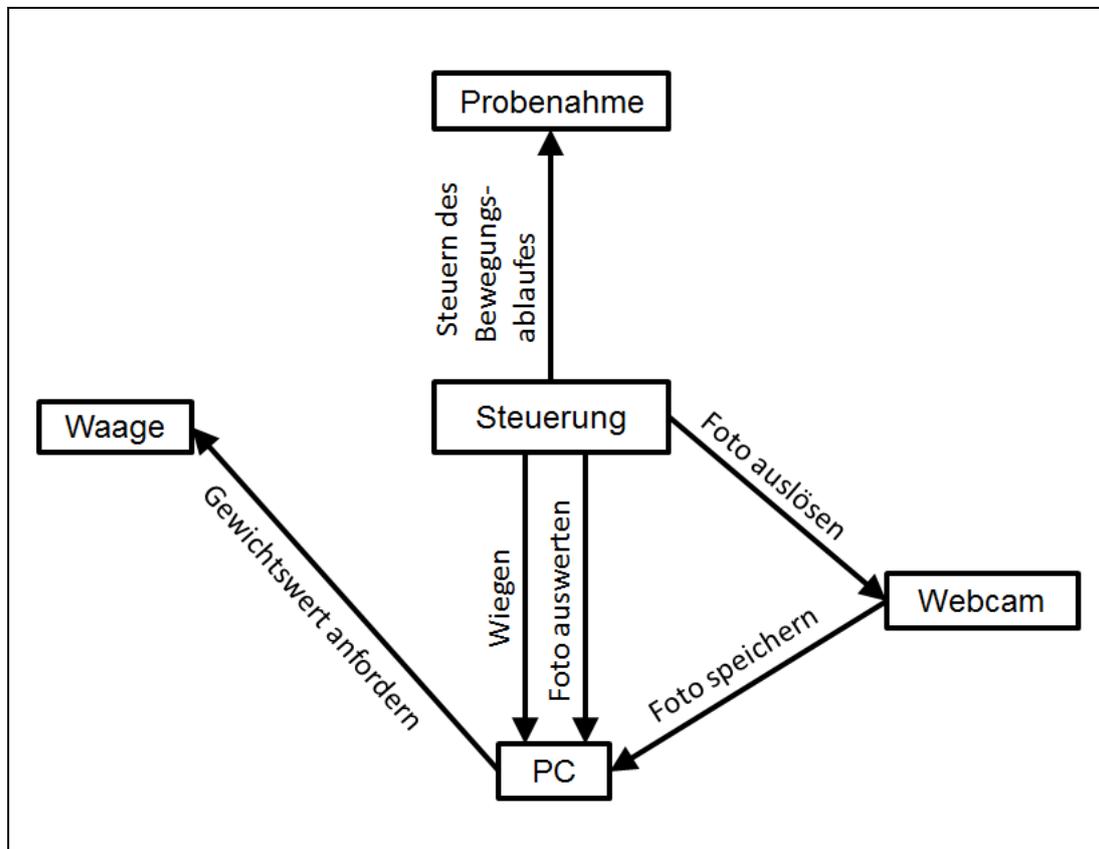


Abbildung 37: Prinzipskizze des Steuerungsablaufes

Das entwickelte Gesamtkonzept wird in Abbildung 38 dargestellt.

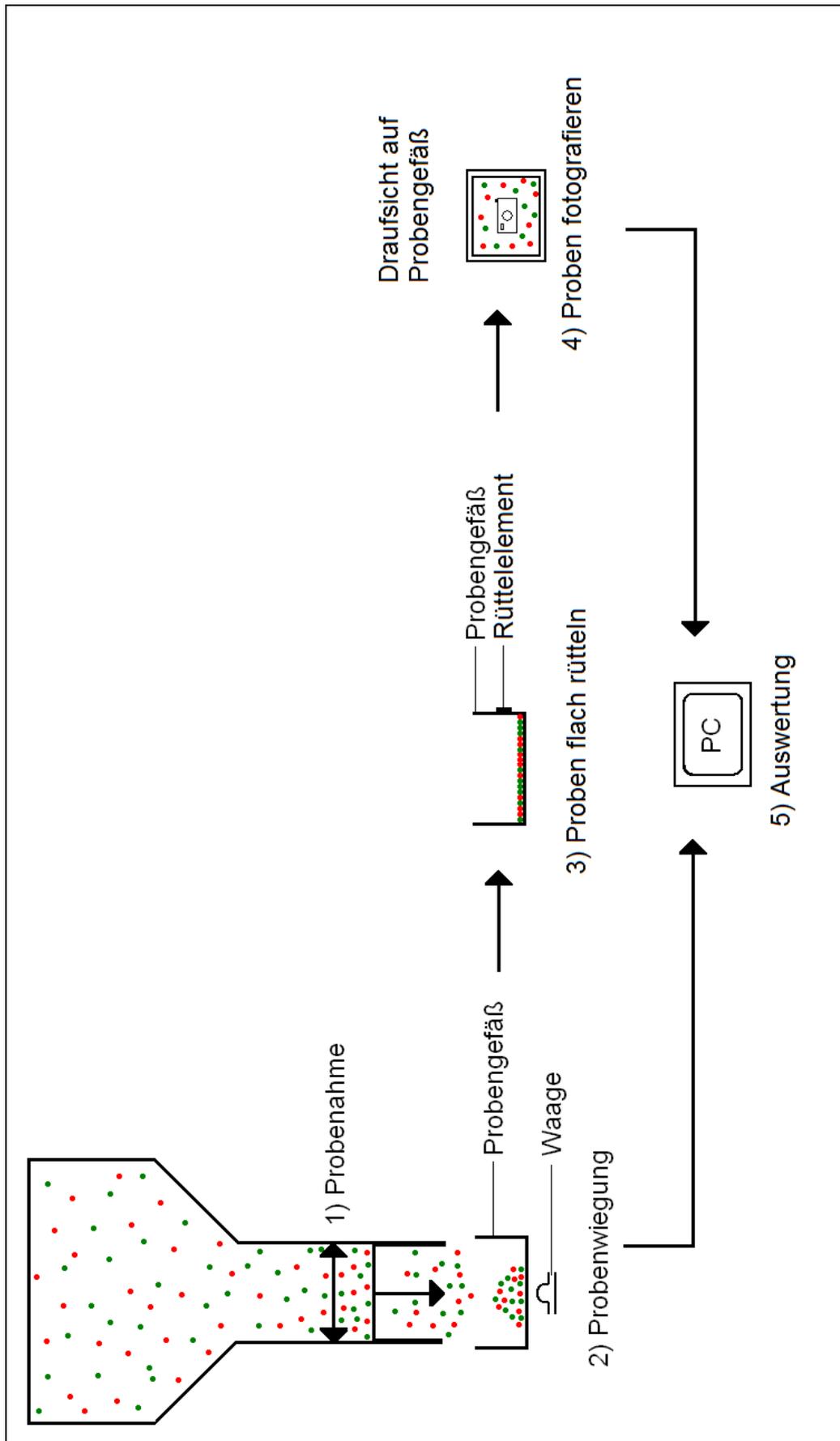


Abbildung 38: Prinzipskizze des umgesetzten Gesamtkonzeptes

5 Fehlerabschätzung

Um Missverständnissen vorzubeugen, wird an dieser Stelle darauf hingewiesen, dass im nun folgenden Kapitel unter einem Fehler nicht wie in DIN EN ISO 8402, 1995-08 definiert ist, eine „Nichterfüllung einer festgelegten Forderung“ verstanden wird, sondern, dass ein Fehler einer Messabweichung des zugrunde liegenden Messsystems entspricht.

„Man misst eigentlich immer falsch, man muss nur wissen wie.“

[Dave Packard]

Das Zusammenwirken von inneren und äußeren, bekannten und unbekanntem Störgrößen auf Messinstrumenten, Messverfahren und Beobachter, führt bei jeder physikalischen Messung eines Messwertes immer zu einer Fehlmessung. Das heißt, dass der wahre Messwert nicht gemessen werden kann und somit unbekannt bleibt, es wird lediglich ein Schätzwert des wahren Wertes der Messgröße ermittelt. Beispiele von solchen Störgrößen können sein [14]:

- Unvollkommenheit des verwendeten Messinstruments, der zugrunde liegenden Messmethode und des Messobjektes.
- Umwelteinflüsse wie z.B. geringfügige Schwankungen der Temperatur, des Luftdruckes und der Luftfeuchtigkeit oder das Einwirken elektromagnetischer Felder.
- Einflüsse, die mit der Person des Beobachters verbunden sind, wie z.B. Unaufmerksamkeit bei der Messung oder mangelnde Sehschärfe.

5.1 Fehlerarten [3] [14]

5.1.1 Grobe Fehler

Grobe Fehler sind Fehler im eigentlichen Sinne. Sie entstehen durch fehlerhaftes Verhalten des Beobachters, beispielsweise durch falsches Ablesen von Messwerten oder durch Verwendung eines beschädigten und daher nicht mehr funktionsfähigen Messinstrumentes. Grobe Fehler sind daher durch Überprüfung des Messsystems stets vermeidbar und werden daher an dieser Stelle nicht weiter verfolgt, da man davon ausgehen muss, sämtliche grobe Fehler eliminiert zu haben.

5.1.2 Systematische Fehler systematische Messabweichung)

Unter systematischer Messabweichung wird jener Fehleranteil verstanden, der bei Wiederholung einer Messung unter identischen Messbedingungen einen konstanten Wert besitzt. Das heißt, dass alle Messwerte in gleicher Weise einseitig und mit demselben Vorzeichen) verfälscht werden. Diese systematischen Messabweichungen beruhen auf ungenauen Messmethoden und fehlerhaften Messinstrumenten wie z.B. eine falsche Eichung des Messgerätes. Systematische Fehler müssen daher nach Möglichkeit vermieden werden. Wenn diese jedoch unvermeidbar sind, sollten sie auf ein vernachlässigbares Maß reduziert werden können, ansonsten muss das Messkonzept überprüft und dementsprechend modifiziert werden, um vernünftige und aussagekräftige Messergebnisse erhalten zu können.

5.1.3 Zufällige Fehler statistische Messabweichung)

Zufällige Fehler entstehen durch Einwirkung einer Vielzahl von unkontrollierbaren bekannten und unbekanntem Störeinflüssen bzw. Einzelfehler, sind stets regellos (zufällig) verteilt und verfälschen so das Messergebnis in unkontrollierbarer Art und Weise. Zufällige Fehler unterliegen deshalb der Gesetzmäßigkeit der mathematischen Statistik und werden daher auch als statistische Messabweichungen bezeichnet. Diese zufälligen Fehler sind beispielsweise auf gewisse Mängel an den Messinstrumenten, die auch bei sorgfältigster Fertigung auftreten oder auf geringfügige Schwankungen der äußeren Versuchsbedingungen wie z.B. Temperatur-, Luftdruck- und Feuchtigkeitsänderungen zurückzuführen. Weitere Störeinflüsse sind mechanische Erschütterungen, elektrische und magnetische Felder.

Um diesen Unterschied zwischen zufälligen und systematischen Fehler besser verstehen zu können, werden diese Fehlerarten in Abbildung 39 gegenübergestellt. Ist die Streuung der Messwerte klein, so ist auch der zufällige Fehler gering bzw. je größer die Streuung der Messwerte wird, desto größer ist der zufällige Fehler. Anders ist es bei dem systematischen Fehler, dort wird der Mittelwert der einzelnen Messpunkte mit dem optimalen Wert verglichen. Ist dieser Unterschied klein, so ist auch der systematische Fehler gering.

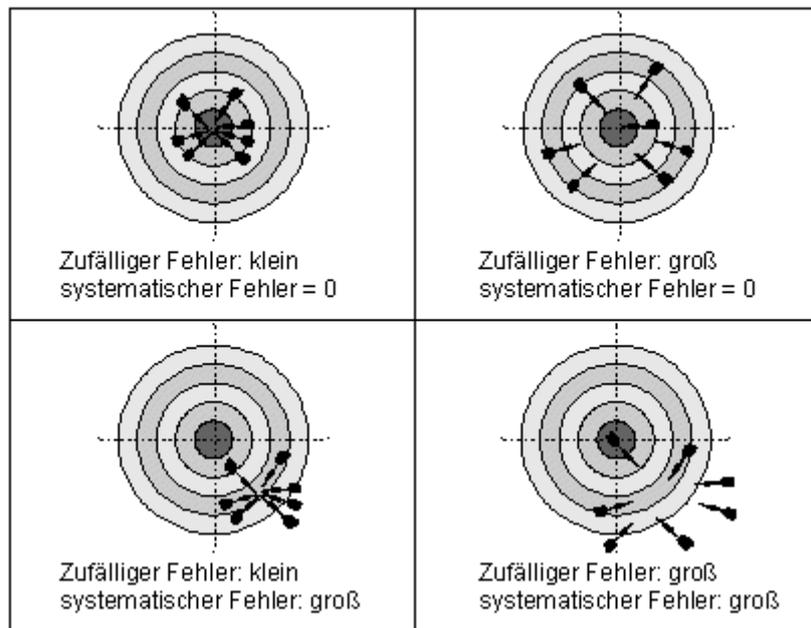


Abbildung 39: Unterscheidung zwischen zufälligen und systematischen Fehlern [4]

In der Auswertung zeigen sich diese unterschiedlichen Fehlerarten wie in Abbildung 40 gezeigt wird. Ein einzelner Ausreißer kann mit einem groben Messfehler gleichgesetzt werden, zufällige Messfehler können immer auftreten und bewirken die Streuung der Messwerte um die Ausgleichsgerade. Ist die Ausgleichsgerade um einen konstanten Wert verschoben, so handelt es sich um einen systematischen Messfehler.

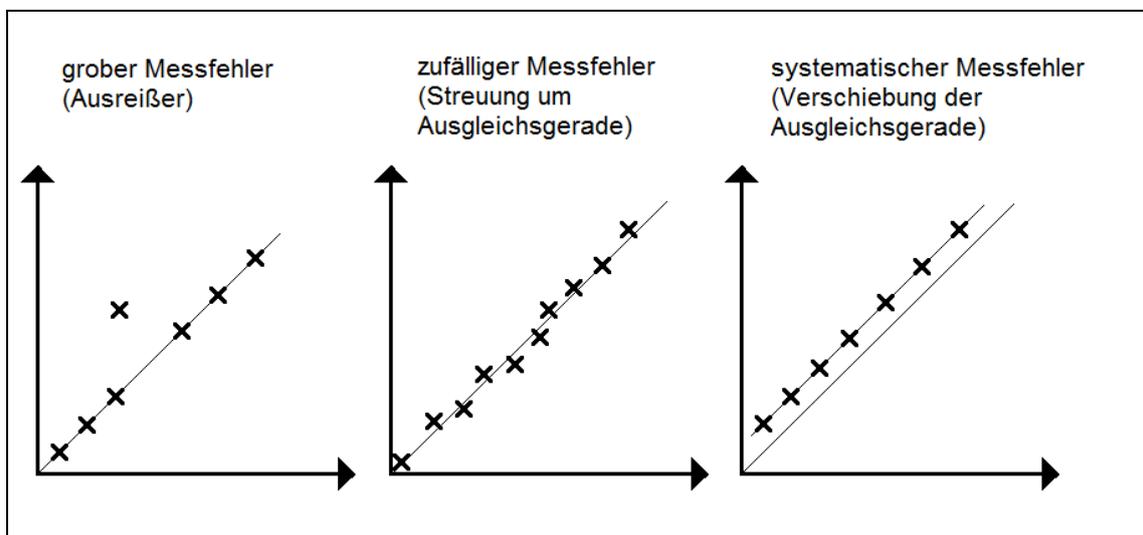


Abbildung 40: Auswirkung von groben, zufälligen und systematischen Messfehlern auf die Auswertegraphen

5.2 Fehlerabschätzung der Granulatmischungsentnahme- und Auswertestation

Dieser Abschnitt befasst sich mit einer ersten Näherung der Fehlerabschätzung der gesamten entwickelten Messstation.

5.2.1 Schieber (systematischer Fehler)

Durch das Einfügen des Schiebers in eine ruhende Granulatmischungssäule werden die Granulatkörner in der Trennebene entweder nach oben oder nach unten verschoben, da das Volumen von dem Schieber eingenommen wird. Aus diesem Grund vollziehen die Granulatkörner einen Platzwechsel, wodurch die vorliegende Mischung leicht verändert wird. Diese Veränderung der Mischhomogenität lässt sich mit einem systematischen Fehler gleichsetzen, denn das System Einführen des Schiebers) beeinflusst die Messergebnisse immer gleich. Dieser systematische Fehler lässt sich jedoch nicht einfach mathematisch bestimmen, sondern nur experimentell. Demzufolge ist für eine genauere Fehlerabschätzung eine eigene Versuchsreihe von Nöten.

Da in der entwickelten Granulatmischungsentnahmestation kein direkter Einblick in die Trennebene vorgesehen ist, wird dieser Sachverhalt mit dem Papiermodell versuchstechnisch nachgestellt, um einen ersten Einblick in diese Thematik zu erhalten. Das Modell wurde auf unterschiedliche Arten mit farblich verschiedenen Granulaten gefüllt. Die Befüllung des ersten Vorversuches wird in Abbildung 41 gezeigt. Der Papierzylinder mit Schaufenster wurde oberhalb und unterhalb der Trennfläche mit weißem Granulat und in der Trennebene mit einer Schicht von blauem Granulat gefüllt.



Abbildung 41: *Befüllung des Modellzylinders mit zwei farblich unterschiedlichen Granulaten. Das obere Ende des Zylinders ist dabei offen, somit sind die Granulatkörner nach oben frei beweglich.*

Durch mehrmaliges Einführen und Herausziehen des Schiebers (mit der Hand) wurde festgestellt, dass sich die blauen Granulatkörner in der Trennebene (rechts erster Eintritt des Schiebers in die Materialsäule) nach unten und links (letzter Eintritt des Schiebers in die Materialsäule) nach oben bewegen. Die Bewegungsrichtung des Schiebers ist von rechts nach links. Dieses Erkenntnis wird in den nun folgenden Bildern genauer dargestellt. Abbildung 42 zeigt die Trennebene nach 22 Einschubvorgängen.



Abbildung 42: *Seitenansicht der Trennebene nach 22 Einschubvorgängen (Zylinder ist oben offen); der rote Kreis deutet die Richtung der Ansicht in Abbildung 43 an*

Nach 22 Einschubvorgängen sind in der Seitenansicht scheinbar alle blauen Granulatkörner in der Trennebene verschwunden. In der Rückansicht zeigte sich,

dass sich noch einige wenige Körner in der Trennebene befinden, siehe Abbildung 43 links. Des Weiteren konnte festgestellt werden, dass sich die Granulatkörner im linken Bereich an die Oberfläche geschoben haben, siehe Abbildung 43 rechts.



Abbildung 43: links: Rückseite der Trennebene Ansicht von links) nach 22 Einschubvorgängen; rechts: Draufsicht Zylinder ist oben offen)

Als nächstes wurde der Zylinder oben mit Hilfe eines Lineals verschlossen und durch leichtes Andrücken von Hand aus) wurde ein leichter Druck auf die Granulatkörner ausgeübt. Dies sollte eine etwas höhere Granulatsäule oberhalb der Trennebene simulieren. Abbildung 44 zeigt die Seitenansicht und Abbildung 45 die Rückseite der Trennebene nach 22 Einschubvorgängen.



Abbildung 44: Seitenansicht der Trennebene nach 22 Einschubvorgängen Zylinder ist oben verschlossen und wurde mit leichtem Druck beaufschlagt); der rote Kreis deutet die Richtung der Ansicht in Abbildung 45 an



Abbildung 45: Rückseite der Trennebene Ansicht von links) nach 22 Einschubvorgängen Zylinder ist oben verschlossen und wurde mit leichtem Druck beaufschlagt)

Aufgrund der durchgeführten Vorversuche lassen sich folgende Tendenzen feststellen:

- Je höher die Materialsäule oberhalb der Trennebene ist, desto weniger beweglich sind die Granulatkörner in der Trennebene, folglich wird der systematische Fehler der Entnahmeeinheit dadurch geringer.
- Je geringer die Querschnittsfläche des Zylinders und je größer die Hubhöhe ist, desto geringer ist der relative systematische Fehler, da sich relativ gesehen vom Gesamtvolumen her weniger Granulatkörner in der Trennebene befinden.
- Des Weiteren konnte bei Veränderung der Einschubgeschwindigkeit festgestellt werden, dass sich bei Erhöhung der Einschubgeschwindigkeit des Schiebers der Eingriff in die vorliegende Mischqualität erhöht. Das heißt, je schneller der Schieber schließt, desto größer ist dadurch die Veränderung der zugrundeliegenden Granulatsmischung, folglich vergrößert sich auch der systematische Fehler der Entnahmestation. Ob dieser Fehler das Messergebnis positiv oder negativ verändert, lässt sich an dieser Stelle jedoch nicht feststellen.

Da diese Vorversuche nicht mit einer professionellen Prüfmaschine durchgeführt wurden, sind diese Erkenntnisse jedoch mit Vorsicht zu behandeln. Es sollte hier in erster Linie ein Ansatz gefunden und vorgetestet werden, wie der systematische Fehler, der durch das Einführen des Schiebers in der Granulatsmischungsentnahme- und Auswertestation entsteht, ermittelt werden kann.

Für die wahre Fehlerabschätzung wird an dieser Stelle jene Prüfanordnung vorgeschlagen, welche in Abbildung 46 dargestellt ist. Oberhalb der Granulatmischungsentnahme- und Auswertestation wird ein langes transparentes Rohr platziert, welches mit farblich unterscheidbaren Granulatkörnern gefüllt wird. Danach werden solange mit der Granulatmischungsentnahmestation Proben entnommen, bis das Rohr vollständig entleert wurde. Betrachtet werden dabei die Veränderungen der markierten Schichten während des Absinkvorganges. Werden die markierten Schichten parallel nach unten gefördert, so ist der Fehler, der durch die Entnahme verursacht wird, gering und kann vernachlässigt werden.

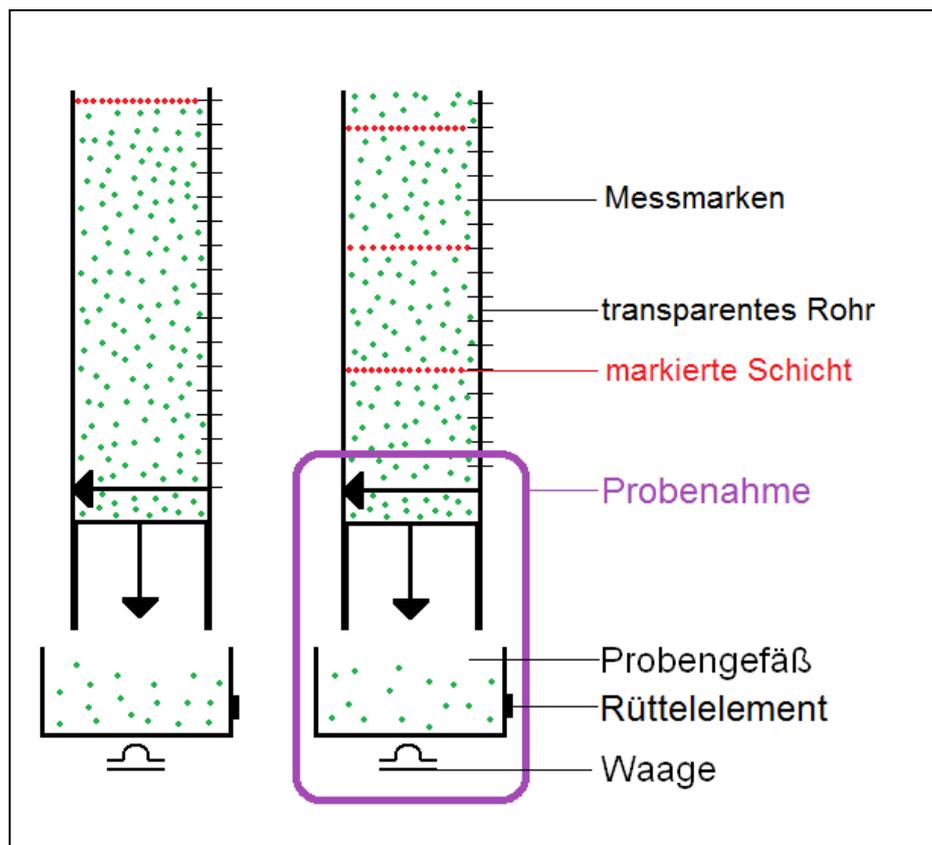


Abbildung 46: *Prinzipskizze des Versuchsaufbaus zur Bestimmung des systematischen Fehlers der Entnahmestation durch das Einführen des Schiebers*

Bei dieser Versuchsanordnung zeigte sich, dass die markierten Schichten konstant und über den gesamten Querschnitt parallel nach unten ausgetragen werden, somit wird durch die Probenahme die darüber befindliche Materialsäule weitestgehend nicht beeinflusst, folglich kommt es zu keiner unzulässigen Entmischung.

5.2.2 Volumentoleranzen (Fehlerfortpflanzung)

Das Probevolumen ist eine berechnete Größe aus den Längenabmessungen mit Toleranzen, somit gilt für die Bestimmung dieses Fehlers das Gauß'sche Fehlerfortpflanzungsgesetz. Eine Gauß'sche Fehlerfortpflanzungsberechnung ergab, dass der relative Fehler $\Delta V/V$ bei den sehr engen vorliegenden Toleranzen der Formteile bei maximal 1 % liegt.

5.2.3 Waage

Vom Hersteller der Waage wird eine Genauigkeit von 10 mg angegeben. Dieser Fehler entspricht ungefähr einem Drittel eines Einzelkorngewichtes.

5.2.4 Bilderfassung

Vorversuche, bei denen jeweils immer dieselbe Probe gerüttelt und fotografiert wurde, zeigten, dass der Fehler der Bilderfassung kleiner 1 % ist, da von jeder entnommenen Probe drei Fotos gemacht werden und anschließend der Median berechnet wird.

5.2.5 Umgebungsbedingungen

Sonstige Einflüsse wie Änderungen der Temperatur und des Luftfeuchtegehaltes können vernachlässigt werden, wenn die Versuche unter Laborbedingungen durchgeführt werden.

5.2.6 Experimentelle Untersuchung des Gesamtfehlers der Messstation

Zur Untersuchung der gesamten Messstation wurde per Hand 1 kg „ideale“ Handmischung I (siehe Kapitel 6.1) hergestellt und mittels der Granulatmischungsentnahme- und Auswertestation untersucht. Die dabei erhaltenen Messergebnisse werden in Tabelle 1 dargestellt.

Tabelle 1: *Ergebnistabelle der „idealen“ Handmischung I*

Sollgewichtskonzentration TiO_2 (-)	0.03
Anzahl Messungen (-)	94
Gesamtmaterialdurchsatz (g)	996.22
Mittelwert der Gewichtskonzentration TiO_2 (-)	0.0302
Mittelwert der Güteklasse (-)	1.44
Mittleres Probengewicht (g)	10.60

Mit Hilfe der nachstehenden Formel lassen sich die relativen Fehler der Messstation, welche in Tabelle 2 gezeigt werden, bestimmen.

$$\boxed{rel.Fehler = \left| 1 - \frac{Istwert}{Sollwert} \right|} \quad 10)$$

Tabelle 2: Relative Fehler der Messstation

	Soll	Ist	Relativer Fehler (%)
Konzentration -)	0.03	0.0302	0.62
Gewicht g)	1000	996.22	0.38

Abschließend kann gesagt werden, dass der Fehler der gesamten Messstation kleiner 1 % ist.

Der Vollständigkeit halber wird an dieser Stelle auch der zeitliche Konzentrationsverlauf mit den Güteklassen in Abbildung 47 dargestellt.

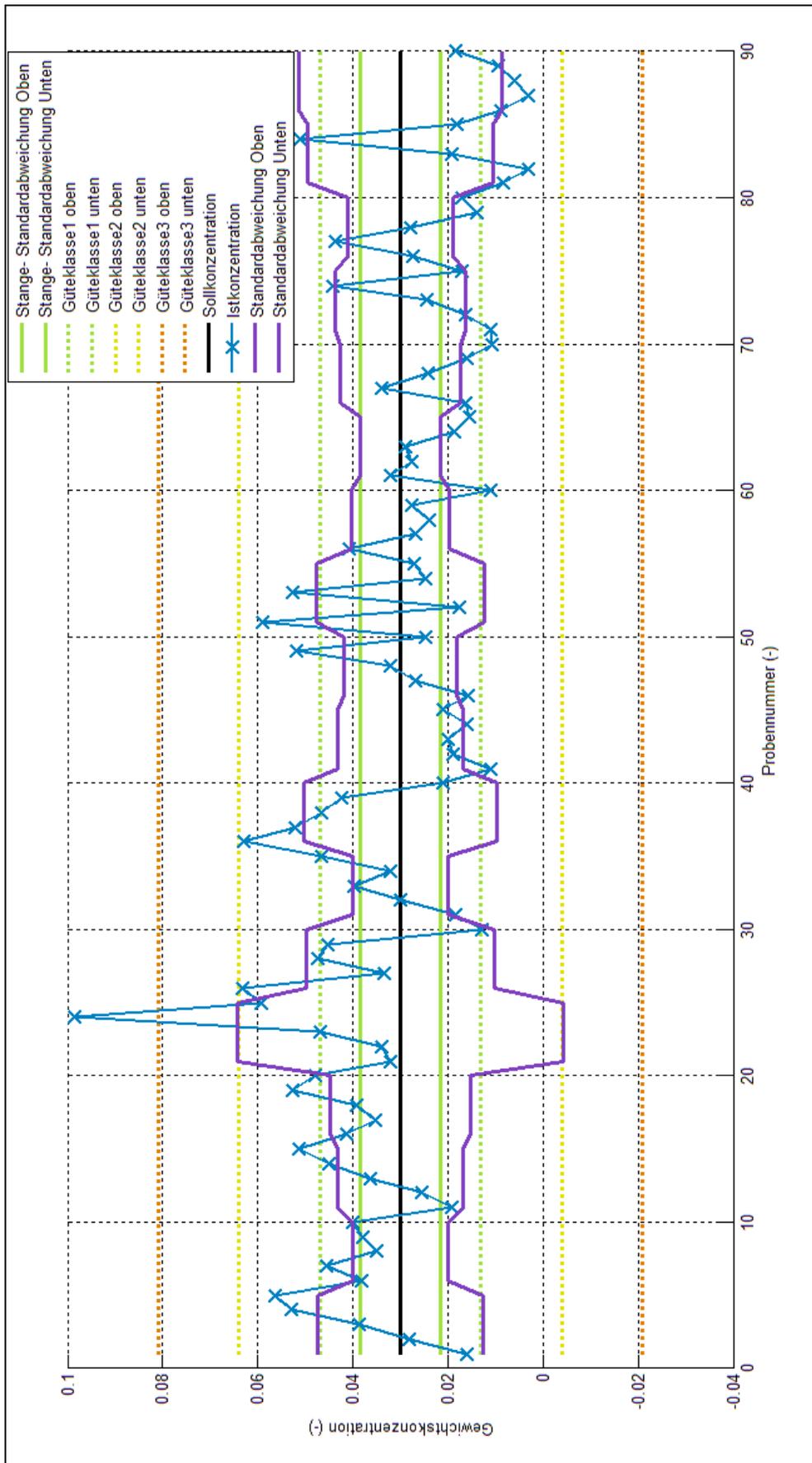


Abbildung 47: Konzentrationsverlauf der „idealen“ Handmischung I

6 Experimentelles

6.1 Definition der Normmischungen

Bevor das ausgearbeitete Messkonzept umgesetzt werden konnte, war es notwendig, geeignete Normmischungen für die erste Versuchsreihe zur Konzeptüberprüfung zu definieren. Einerseits sollte man der Realität entsprechende Materialien verwenden und andererseits gut unterscheidbare und vor allem aussagekräftige Ergebnisse erzielen. In der Flaschenproduktion bei der Firma Alfa werden neben dem Neugranulat und Mahlgut auch diverse zusätzliche Additive zur Stabilisierung bzw. zur Farbgebung eingesetzt. Um diesen Bereich abdecken zu können, wurden zwei unterschiedliche Normmischungen mit jeweils zwei Komponenten ausgewählt.

- Mischung 1: Neugranulat + Additiv in Granulatform (möglichst kleine, schwere Teilchen),
- Mischung 2: Neugranulat + Mahlgut (möglichst großflächige dünne Teilchen).

Diese beiden Normmischungen wurden aus zweierlei Gründen gewählt. Einerseits wollte man einen großen Unterschied in der Dichte bzw. der Korngröße erreichen, um die unterschiedlichen Rieseigenschaften von verschiedenen schweren Granulatkörnern zu untersuchen (Normmischung 1). Der zweite entscheidende Grund war, den Effekt der unterschiedlichen Flugeigenschaften von leichtem, flächigem Mahlgut im Vergleich zu kleinen kompakten Granulatkörnern zu untersuchen (Normmischung 2).

Für die Auswahl der geeigneten Grundmaterialien, welche für die Zusammenstellung der Mischung verwendet werden, musste ein Kompromiss gefunden werden. Eine Forderung der optischen Auswertesoftware ist, dass sich die zu untersuchenden Materialien in der Farbe deutlich unterscheiden, um Fehlmessungen möglichst zu vermeiden. Da die schwersten eingesetzten Additive Titandioxid (TiO_2) und Kalziumkarbonat (CaCO_3) jedoch eine weiße Farbe aufweisen, wurde als Neugranulat ein bereits voreingefärbtes Material gewählt, welches jedoch für die Flaschenproduktion nicht eingesetzt wird.

Bei der Herstellung von dem Flaschenmahlgut erschien es sinnvoll, eine eigene Zusammensetzung der Mischung zu definieren, um eine Dichte der Flasche von über 1 g/cm^3 zu erhalten. Dies war notwendig, um die Flaschenmahlgutschnipsel nach einem Versuchsdurchlauf (möglichst einfach über Wasser) von dem Neugranulat trennen zu können. Natürlich hätte man auch „übliches“ Flaschenmahlgut verwenden

können, jedoch um das Material für den nächsten Versuchsdurchlauf wieder verwenden zu können, um nicht Unmengen an Mahlgut extra anzufertigen zu müssen, war diese Manipulation der Dichte von Nöten, welche durch Zugabe von CaCO_3 realisiert wurde.

Aus diesen Gründen wurden folgende Grundmaterialien verwendet:

- Blue: HDPE Hostalen CRP 100 blue
- TiO_2 – Masterbatch: Clariant REMAFIN weiß AEX755
 - Titandioxidgehalt: 60 %
 - Trägermaterial: LDPE
- Mahlgut: Bei Soplara s.a. eigenproduziertes Flaschenmahlgut mit Butzen aus:
 - Standardgranulat: HDPE BS2581 mit 79 Gew% in der Feststoffmischung
 - Kalziumkarbonat: PolyPlus VP 10610-03; mit 21 Gew% in der Feststoffmischung
 - Kalziumkarbonatgehalt: min. 70 %
 - Trägermaterial: Polyethylen

Aus den oben genannten Grundmaterialien wurden folgende Feststoffnormmischungen hergestellt:

- **Normmischung I : Blue 97 Gew% + TiO_2 – Masterbatch 3 Gew%**
- **Normmischung II: Blue 66,6 Gew% + Mahlgut 33,3 Gew%**

Um die Qualität einer Feststoffmischung beurteilen zu können, müssen lt. Qualitätsbewertungskonzept die zu mischenden Komponenten mit Hilfe einer Siebanalyse genau charakterisiert werden.

6.2 Siebanalyse

6.2.1 Verwendete Geräte

- RETSCH Analysen-Siebmaschine AS 200 basic; Part No.: 30.016.0001; Serial No.:1210120217I
- RETSCH Analysensiebe nach DIN 3310 – 1 aus rostfreiem Stahl, 200 x 50 mm mit folgenden Maschenweiten: 0 mm (Auffangboden); 0,5 mm; 1 mm; 1,6

mm; 2 mm; 2,5 mm; 2,8 mm; 3,15 mm; 3,35 mm; 3,55 mm; 4 mm; 5 mm; 6,3 mm

Wie aus Abbildung 48 ersichtlich ist, verfügt das vorhandene Equipment nur über neun Siebstellplätze, infolgedessen war eine Vorauswahl der Siebe anhand der zu erwartenden Korngrößenverteilung von Nöten. Diese Vorselektion führte zum Ergebnis, dass nicht bei allen drei vorliegenden Materialien dieselben Siebe verwendet werden konnten. Die verwendeten Siebe für das jeweilige Material sind:

- Blue: 0 mm Auffang boden); 2 mm; 2,5 mm; 2,8 mm; 3,15 mm; 3,35 mm; 3,55 mm; 4 mm; 5 mm
- TiO₂ – Masterbatch: 0 mm Auffangboden); 2 mm; 2,5 mm; 2,8 mm; 3,15 mm; 3,35 mm; 3,55 mm; 4 mm; 5 mm
- Mahlgut: 0 mm Auffangboden); 1 mm; 1,6 mm; 2 mm; 2,5 mm; 3,15 mm; 4 mm; 5 mm; 6,3 mm

Abbildung 48 zeigt den Siebstockaufbau des Versuches mit dem Material Blue.



Abbildung 48: Aufbau der RETSCH Analysen-Siebmaschine

- KERN EW 4200-2NM Präzisionswaage (siehe Abbildung 49)

Technische Daten:

- Ablesbarkeit und Reproduzierbarkeit 10 mg
- Linearität +/- 20 mg

- Empfindlichkeitsdrift $2 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}$
- Zulässige Umgebungstemperaturen 10 – 30 °C
- Zulässige Luftfeuchtigkeit der Umgebung 80 %rH



Abbildung 49: Präzisionswaage KERN EW 4200-2NM [5]

6.2.2 Parameter

Es wurden folgende Parameter bei der Analysen-Siebmaschine gewählt und eingestellt:

- Amplitude: 30 bei Blue und Titandioxid, 35 bei Mahlgut
- Zeit: 2 min
- Aufgabemenge: 200 g
- 5 Wiederholungen pro Material

6.2.3 Auswertung

Es wurden von jedem der drei Materialien fünf Proben zu je 200 g gesiebt und daraus der arithmetische Mittelwert berechnet. Mit Hilfe dieses Mittelwertes wurde die weitere Auswertung wie folgt durchgeführt. Zum leichteren Verständnis wird diese Auswertung der Siebanalyse am Beispiel des Materials Blue gezeigt.

In Tabelle 3 wird der berechnete Nettosiebückstand vom Material Blue gezeigt, welcher sich nach Abzug des Eigengewichtes des Siebes ergab.

Tabelle 3: Berechneter Nettosiebrückstand von Blue

Maschenweite mm)	Siebrückstand Nettogewicht (g)				
	Messung 1	Messung 2	Messung 3	Messung 4	Messung 5
0	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
2.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
2.50	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
2.80	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
3.15	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
3.35	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
3.55	4.28	4.49	3.06	3.48	5.12
4.00	195.53	195.49	196.78	196.01	194.43
5.00	0.19	0.00	0.16	0.51	0.47
Summe	200.00	199.98	200.00	200.00	200.02
Einwaage	200.01	200.02	200.00	200.00	200.02

Aus diesen fünf Wiederholungen wurde der arithmetische Mittelwert des Siebrückstandes und des Siebdurchganges gebildet, was in Tabelle 4 gezeigt wird.

Tabelle 4: Durchschnittlicher Siebrückstand bzw. Siebdurchgang von Blue

Maschenweite mm)	gemittelter Siebrückstand		Gemittelter Siebdurchgang	
	Siebrückstand g)	Gewichts- prozent (%)	Siebdurchgang g)	Gewichts- prozent (%)
0	0.00	0.000	0.000	0.000
2.00	0.00	0.000	0.000	0.000
2.50	0.00	0.000	0.000	0.000
2.80	0.00	0.000	0.000	0.000
3.15	0.00	0.000	0.000	0.000
3.35	0.00	0.000	0.000	0.000
3.55	4.09	2.043	0.000	0.000
4.00	195.65	97.824	4.086	2.043
5.00	0.27	0.133	199.734	99.867
6.30	---	---	200.000	100.000
Summe	200.00	100.000		

Mit diesen berechneten Daten lässt sich nun die Siebdurchgangslinie erstellen, was in Abbildung 50 dargestellt ist.

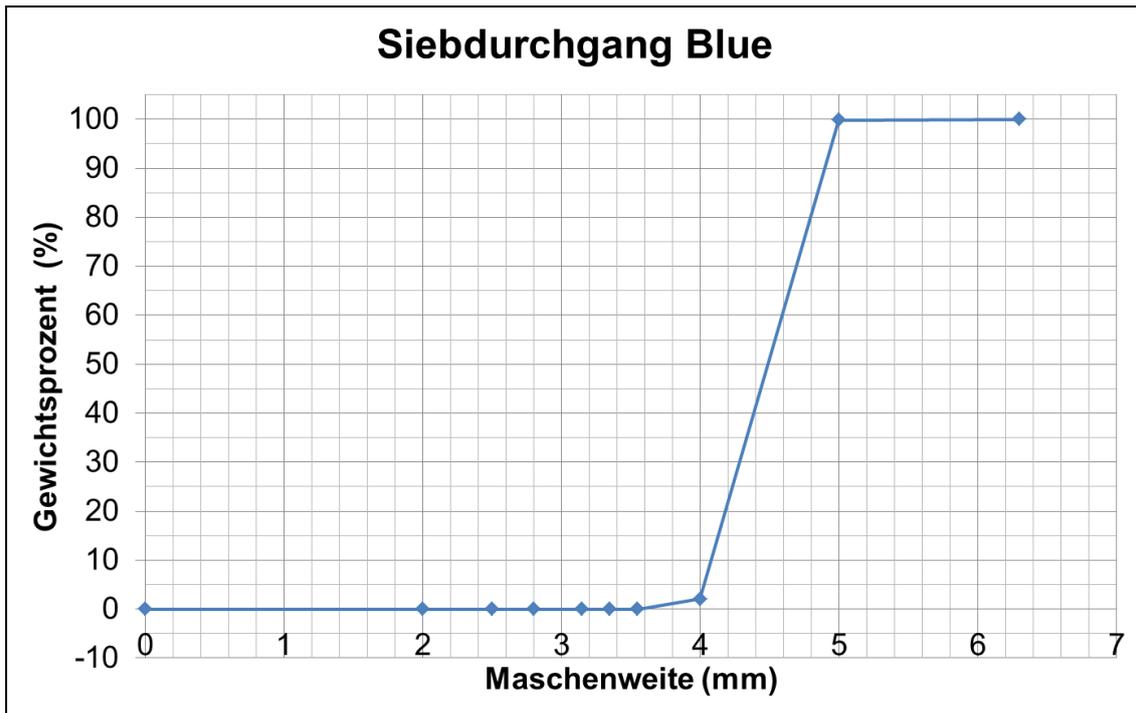


Abbildung 50: Siebdurchgangslinie von Material Blue

Aus der Siebdurchgangslinie lässt sich mit Hilfe der von Stange K. in [24] entwickelten Auswertemethodik die Kenngröße $\gamma_B(1+C_B^2)$ bestimmen siehe Tabelle 5).

Wobei gilt:

γ_B mittleres Korngewicht der Komponente Blue

C_B^2 Variationszahl der Komponente Blue

Tabelle 5: Modifiziertes Rechenblatt zur Kenngrößenermittlung von $\gamma_B(1+C_B^2)$

$\gamma_B(1+C_B^2)$	kennzeichnender Durchmesser (bei 63.2% Durchgang) kennzeichnendes Korngewicht	$a_B =$	4.64 mm)	
		$\gamma_B =$	0.03272 g)	

Siebdurchgang D (%)	Korngröße x_B mm)	x_B/a_B	x_B/a_B^3	Gewichtungsfaktor ρ -)	$x_B/a_B^3 \cdot \rho$
0	3.550	0.76509	0.44785	0.5	0.223924
0.5	3.660	0.78879	0.49078	2	0.981566
1	3.770	0.8125	0.53638	1	0.536377
1.5	3.880	0.83621	0.58471	2	1.169422
2	3.991	0.86013	0.63634	0.5	0.318171
				S_1	3.22946
$\Delta D_1 =$	0.5% =	0.005		$2/3 \cdot S_1 \cdot \Delta D_1$	0.010765

2	3.991	0.86013	0.63634	0.5	0.318171
26.25	4.247	0.9153	0.76682	2	1.533638
50.5	4.495	0.96875	0.90915	1	0.909149
74.75	4.743	1.0222	1.06808	2	2.136168
99	4.991	1.07565	1.24454	0.5	0.62227
				S_2	5.519397
$\Delta D_2 =$	24.25% =	0.2425		$2/3 \cdot S_2 \cdot \Delta D_2$	0.892302

99	4.991	1.07565	1.24454	0.5	0.62227
99.25	4.994	1.07629	1.24679	2	2.493571
99.5	4.996	1.07672	1.24828	1	1.248284
9.75	4.999	1.07737	1.25053	2	2.501068
100	5.000	1.07759	1.25128	0.5	0.625642
				S_3	7.490834
$\Delta D_3 =$	0.25% =	0.0025		$2/3 \cdot S_3 \cdot \Delta D_3$	0.012485

$$\int_{D=0}^{D=1} \left(\frac{x_B}{a_B} \right)^3 dD \approx$$

0.915552

$$\gamma_B(1+C_B^2) = \gamma_B * \int_{D=0}^{D=1} \left(\frac{x_B}{a_B} \right)^3 dD =$$

0.029957

g)

Entgegen der Anleitung von Stange K. in [24] wurde das kennzeichnende Korngewicht (γ_p) nicht mittels folgender üblichen Formel bestimmt siehe Abbildung 10, Seite 19):

$$\gamma_p^* = \lambda * a^3 \quad 11)$$

mit

γ_p^* mittleres Korngewicht

a mittlerer Durchmesser

λ Formfaktor

Diese Art der Bestimmung des kennzeichnenden Korngewichtes war nicht möglich, da es speziell bei den „Mahlgutschnipseln“ unmöglich ist, einen Formfaktor anzugeben. Um dennoch ein mittleres Korngewicht ermitteln zu können, wurden per Hand von der repräsentativen Korngröße fünf Einheiten zu je 100 Körner ausgezählt und gewogen und daraus das durchschnittliche Gewicht für ein einzelnes Korn berechnet. Die Ermittlung der repräsentativen Korngröße erfolgte mittels der Korngrößenverteilungskurve des Siebrückstandes. Wie aus Abbildung 51 hervorgeht, entspricht jene Maschenweite beim Maximum des Rückstandes der repräsentativen Korngröße.

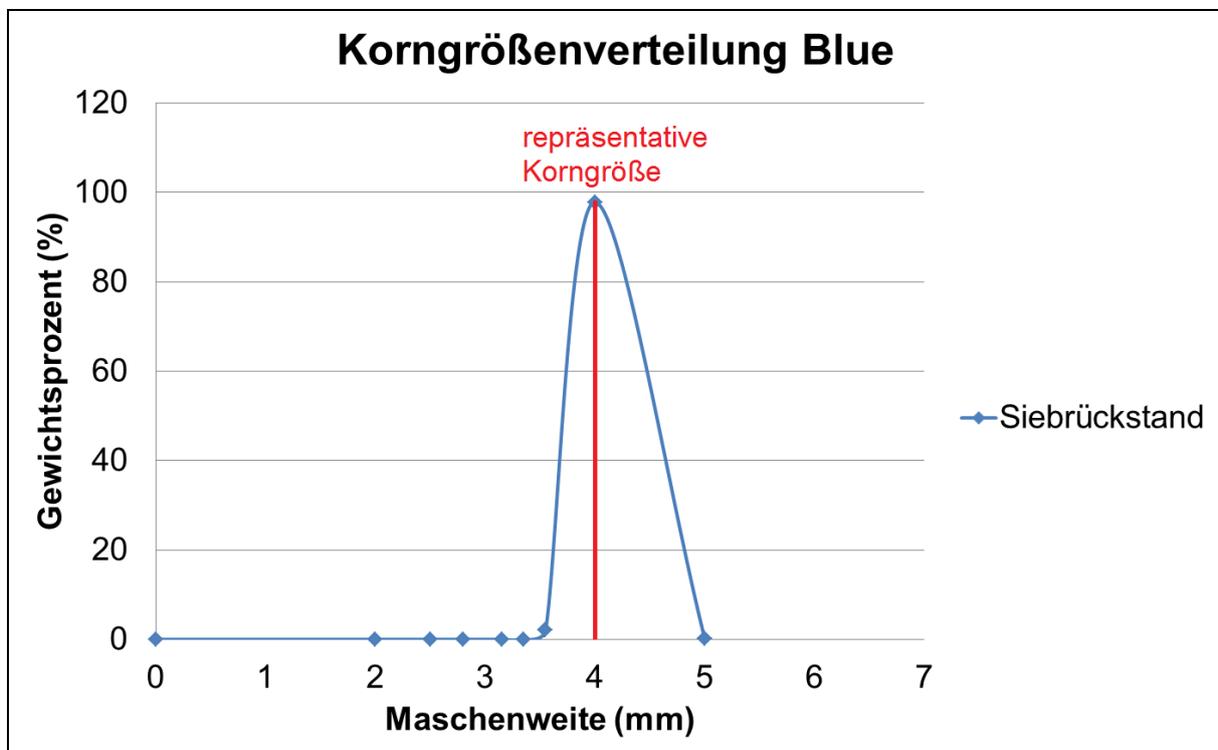


Abbildung 51: Korngrößenverteilung Blue Siebrückstand)

Aus dieser ermittelten repräsentativen Korngröße wurden im Anschluss fünf Stichproben zu je 100 Körnern entnommen und gewogen, um so auf ein durchschnittliches Gewicht eines Einzelkornes rückschließen zu können. Dieser Berechnungsvorgang wird für alle drei Materialien in Tabelle 6 dargestellt.

Tabelle 6: Gewichtsbestimmung von 100 Körnern bzw. eines Einzelkorns

Titandioxid		Blue		Mahlgut	
Probe (100 Körner)	Gewicht (g)	Probe (100 Körner)	Gewicht (g)	Probe (100 Körner)	Gewicht (g)
1	2.97	1	3.33	1	1.18
2	2.97	2	3.33	2	1.10
3	2.95	3	3.24	3	1.09
4	2.98	4	3.19	4	0.98
5	2.95	5	3.27	5	1.00
Mittelwert	2.964	Mittelwert	3.272	Mittelwert	1.070
Stabw.	0.0134	Stabw.	0.0602	Stabw.	0.0812
1 Korn (g)	0.02964	1 Korn (g)	0.03272	1 Korn (g)	0.01070

Dieses ermittelte Einzelkorngewicht entspricht dem in Tabelle 5 verwendeten kennzeichnenden Korngewicht.

Auf die detaillierte Darstellung der genauen Berechnung von den Parameter $\gamma_T(1+C_T^2)$ für das Titandioxid und $\gamma_M(1+C_M^2)$ für das Mahlgut wird an dieser Stelle jedoch verzichtet, es folgen lediglich die Ergebnisse der drei verwendeten Materialien.

6.2.4 Ergebnisse

Als Ergebnis der Siebanalyse ist in erster Linie die Siebdurchgangslinie und der daraus bestimmte Materialkennwert für z.B. Blue $\gamma_B(1+C_B^2)$ zu sehen. Diese drei ermittelten Siebdurchgangslinien mit den jeweiligen Materialkennwerten werden in den folgenden drei Abbildungen gezeigt.

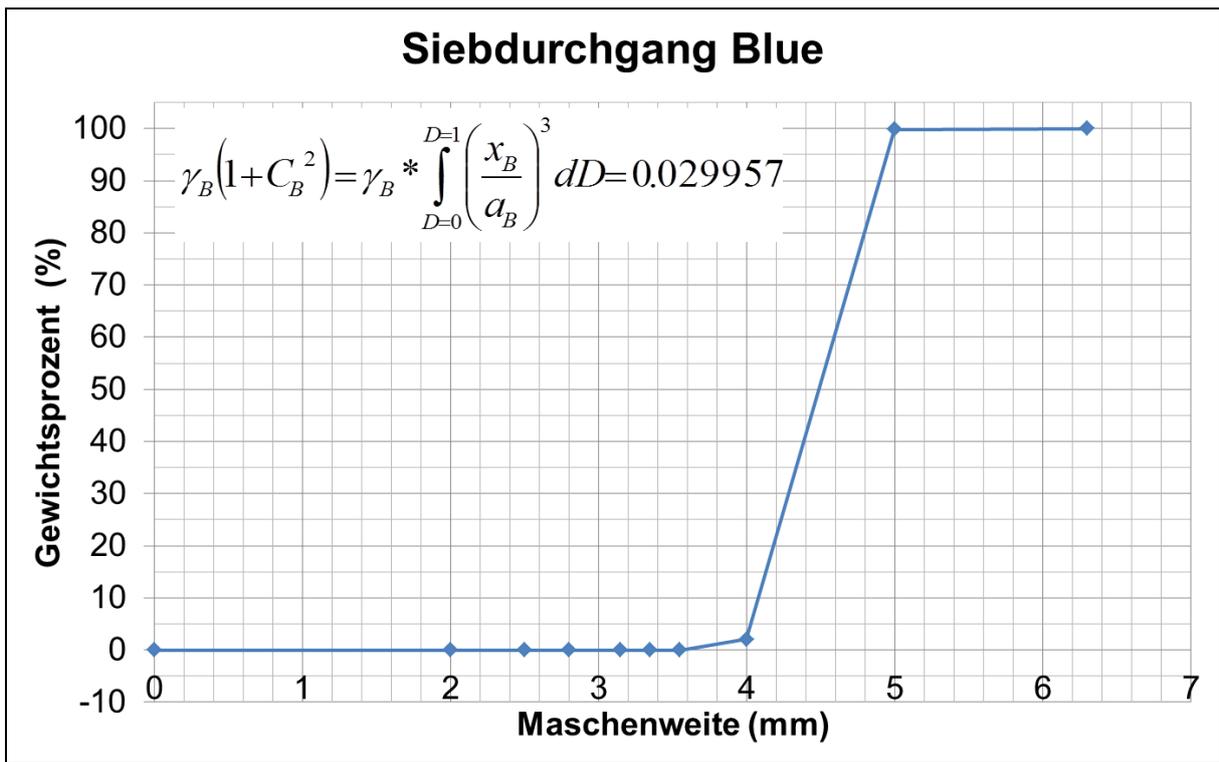


Abbildung 52: Siebdurchgangslinie Blue mit der ermittelten Kenngröße $\gamma_B(1+C_B^2)$

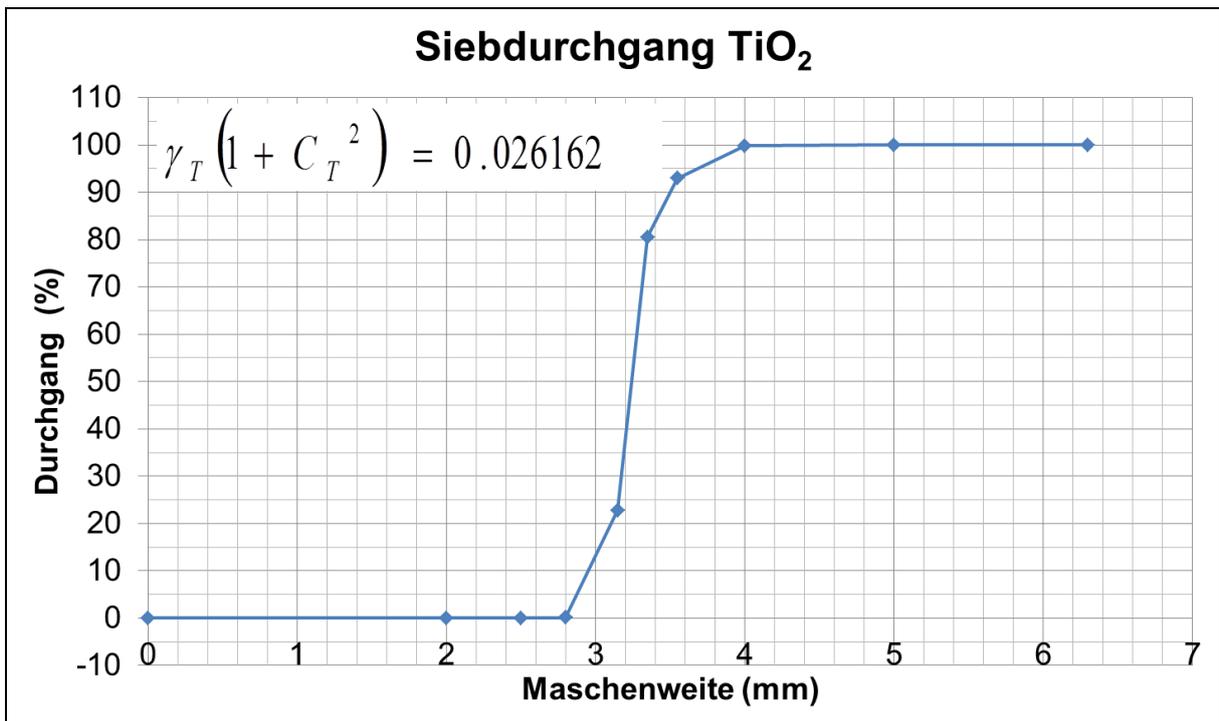


Abbildung 53: Siebdurchgangslinie TiO₂ – Masterbatch mit der ermittelten Kenngröße $\gamma_T(1+C_T^2)$

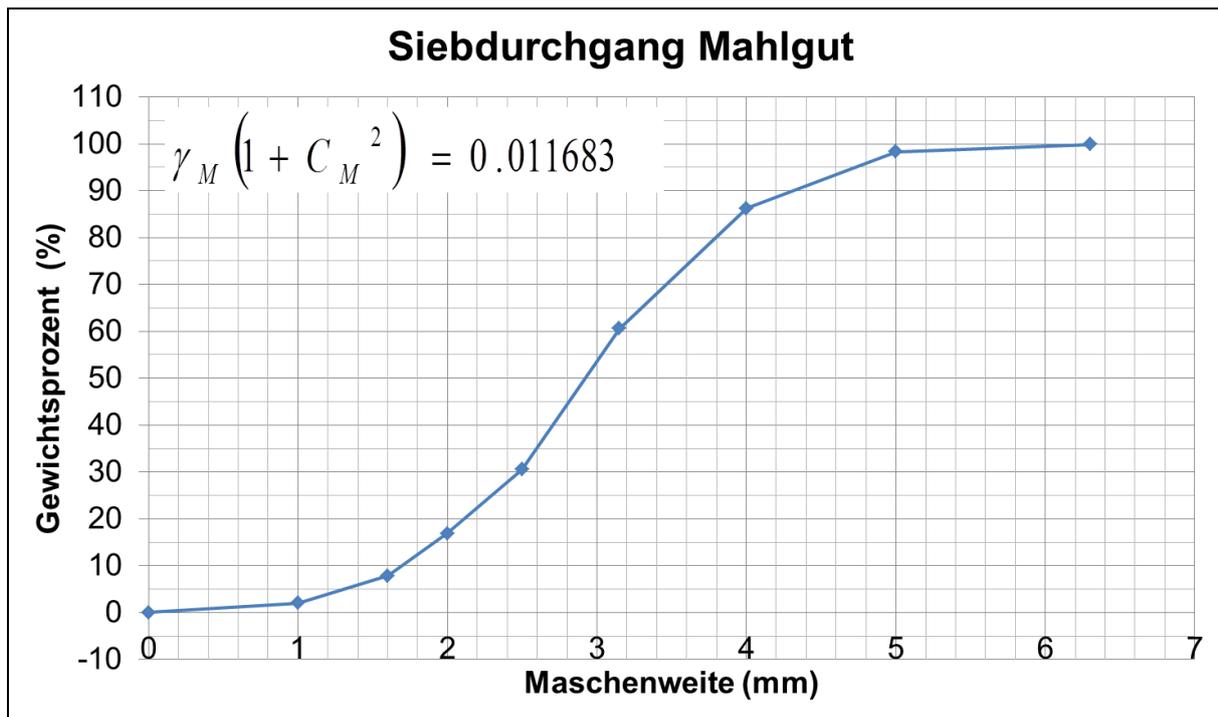


Abbildung 54: Siebdurchgangslinie Mahlgut mit der ermittelten Kenngröße $\gamma_M(1+C_M^2)$

Mit Hilfe dieser Kenngrößen lassen sich die beiden höchstzulässigen Varianzen für Zufallsmischungen lt. Stange K. [24] wie folgt berechnen:

$$\sigma_{z1}^2 = \frac{B \cdot T}{g} \left[B \cdot \gamma_T (1 + C_T^2) + T \cdot \gamma_B (1 + C_B^2) \right] \quad (12)$$

$$\sigma_{z1}^2 = \frac{0,97 \cdot 0,03}{g} [0,97 \cdot 0,026162 + 0,03 \cdot 0,029957] = \frac{7,646 \cdot 10^{-4}}{g} \rightarrow \sigma_{z1} = \frac{0,027652}{g}$$

und

$$\sigma_{z2}^2 = \frac{B \cdot M}{g} \left[B \cdot \gamma_M (1 + C_M^2) + M \cdot \gamma_B (1 + C_B^2) \right] \quad (13)$$

$$\sigma_{z2}^2 = \frac{0,666 \cdot 0,333}{g} [0,666 \cdot 0,011683 + 0,333 \cdot 0,029957] = \frac{39,38 \cdot 10^{-4}}{g} \rightarrow \sigma_{z2} = \frac{0,062753}{g}$$

mit

σ_{z1}^2 zulässige Höchstvarianz für die Normmischung I

σ_{z2}^2 zulässige Höchstvarianz für die Normmischung II

B Sollgewichtskonzentration des Materials Blue

T Sollgewichtskonzentration des Titandioxids

M Sollgewichtskonzentration des Mahlgutes

g	Gewicht der entnommenen Teilmischung (Probengewicht)
γ_B	mittleres Korngewicht der Komponente Blue
γ_M	mittleres Korngewicht des Mahlgutes
γ_T	mittleres Korngewicht des Titandioxids
C_B^2	Variationszahl der Komponente Blue
C_M^2	Variationszahl des Mahlgutes
C_T^2	Variationszahl des Titandioxids

6.3 Homogenitätsanalyse der Feststoffmischung

6.3.1 Verwendete Geräte

TSCHRITTER CX150 Chargendosiergerät

Das TSCHRITTER CX150 Chargendosiergerät mit den wichtigsten Hauptkomponenten wird in Abbildung 55 dargestellt. Die einzelnen Dosierstationen (1 – 4 in der Standardform) des Dosiergerätes, welches am besten direkt neben oder über dem Materialeinzug der weiterverarbeitenden Maschine (Extruder) platziert wird, wird über Fördergeräte oder Handaufgabe solange versorgt, bis die Dosierstation mit ausreichend Material gefüllt ist. Diese Förderdauer kann entweder direkt durch die Eingabe einer Förderzeit oder mittels Verwendung von Niveaumelder (nur bei Förderabscheidern mit extra Vollmelder) festgelegt werden. Eine vom Rezept vorgegebene Materialmenge wird nacheinander aus jeder Station durch Dosierorgane Dosierschieber bei einem Komponentenanteil von 0,5 – 100 Gew% bzw. Dosierschnecke bei < 0,5 Gew%) in den Wiegebehälter, welcher mit einer Aufhängevorrichtung mit der Wiegezelle verbunden ist, eindosiert. Diese einmalige Dosierung des vorgegebenen bzw. an der Steuerung eingestellten Rezeptes wird als eine Charge bezeichnet. Nachdem nun eine Charge ausgewogen wurde, öffnet sich die Klappe des Wiegebehälters und lässt so das Material in den darunter liegenden Mischbehälter hinunter rieseln. Ein Mischermotor mit Rührwerk (Mischpaddel) im Mischbehälter soll für die homogene Aufbereitung und Vermischung von Neugranulat, Mahlgut und weiteren Zuschlagstoffen sorgen. Der Materialpegel des Mischbehälters wird permanent durch Niveaumelder kontrolliert, sobald das Materialniveau im Mischer absinkt, wird eine neue Charge aufdosiert. Ein großer Vorteil dieses Dosiersystems ist, dass mögliche Fehldosierungen von Charge 1 mit der darauffolgenden Charge 2 ausgeglichen werden können, da die vorige Messung

gespeichert wird. Somit lässt sich eine Dosiergenauigkeit von 0,1 % für Additive und 0,5 % für die Hauptkomponenten Neumaterial bzw. Mahlgut) realisieren. [16]

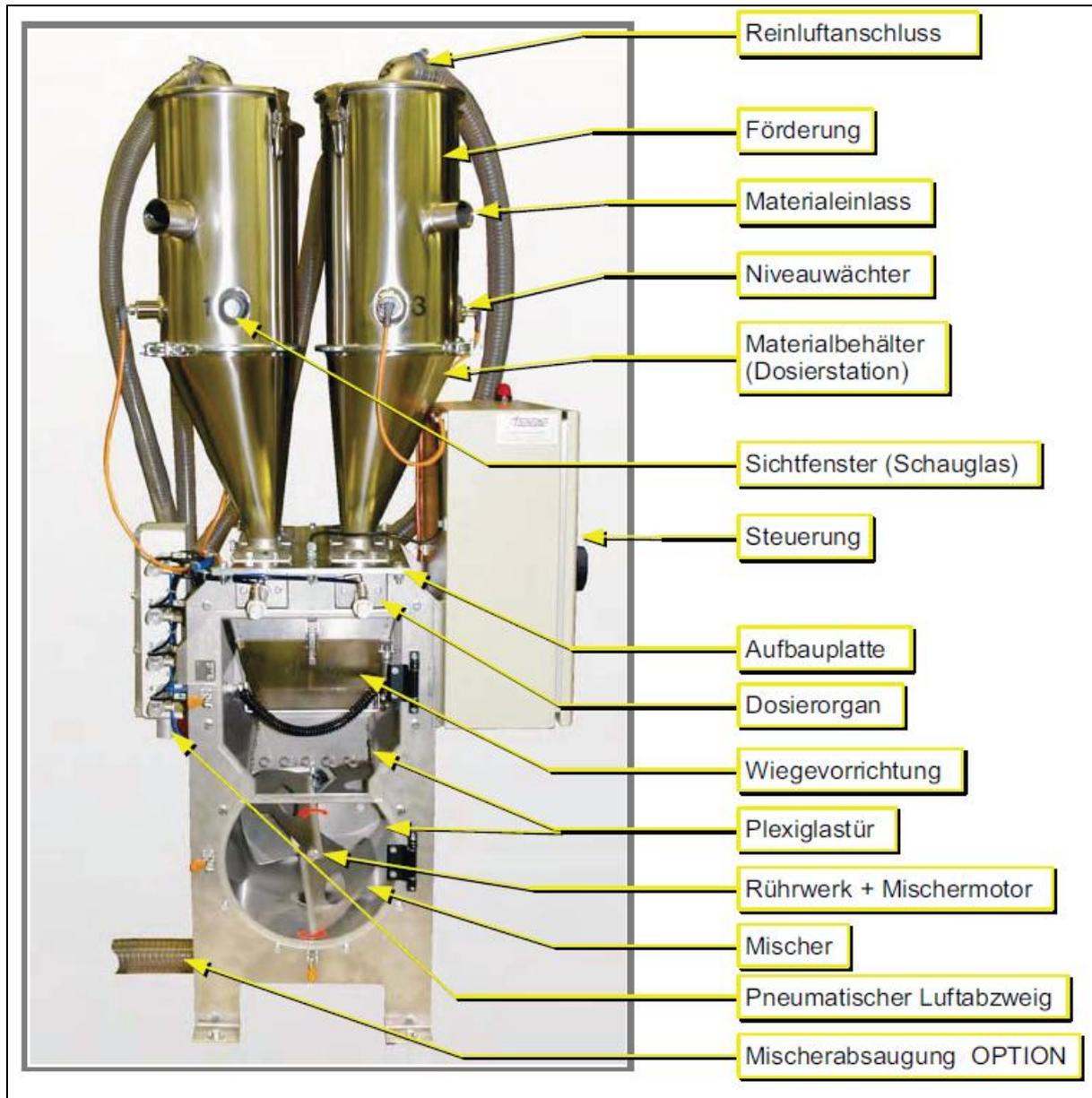


Abbildung 55: Mischer bzw. Chargendosiergerät CX150 von der Firma Tschritter [16]

Soplar s.a. Granulatmischungsentnahme- und Auswertestation

Das in Abbildung 32 dargestellte Entnahmeprinzip mit Hilfe eines Schiebers und eines Stempels wurde von der Firma Soplar s.a. verwirklicht, die entwickelte und konstruierte Vorrichtung für die Granulatmischungsentnahme nach dem Mischer bzw. nach dem Materialtrichter vor dem Extruder wird in Abbildung 56 dargestellt.

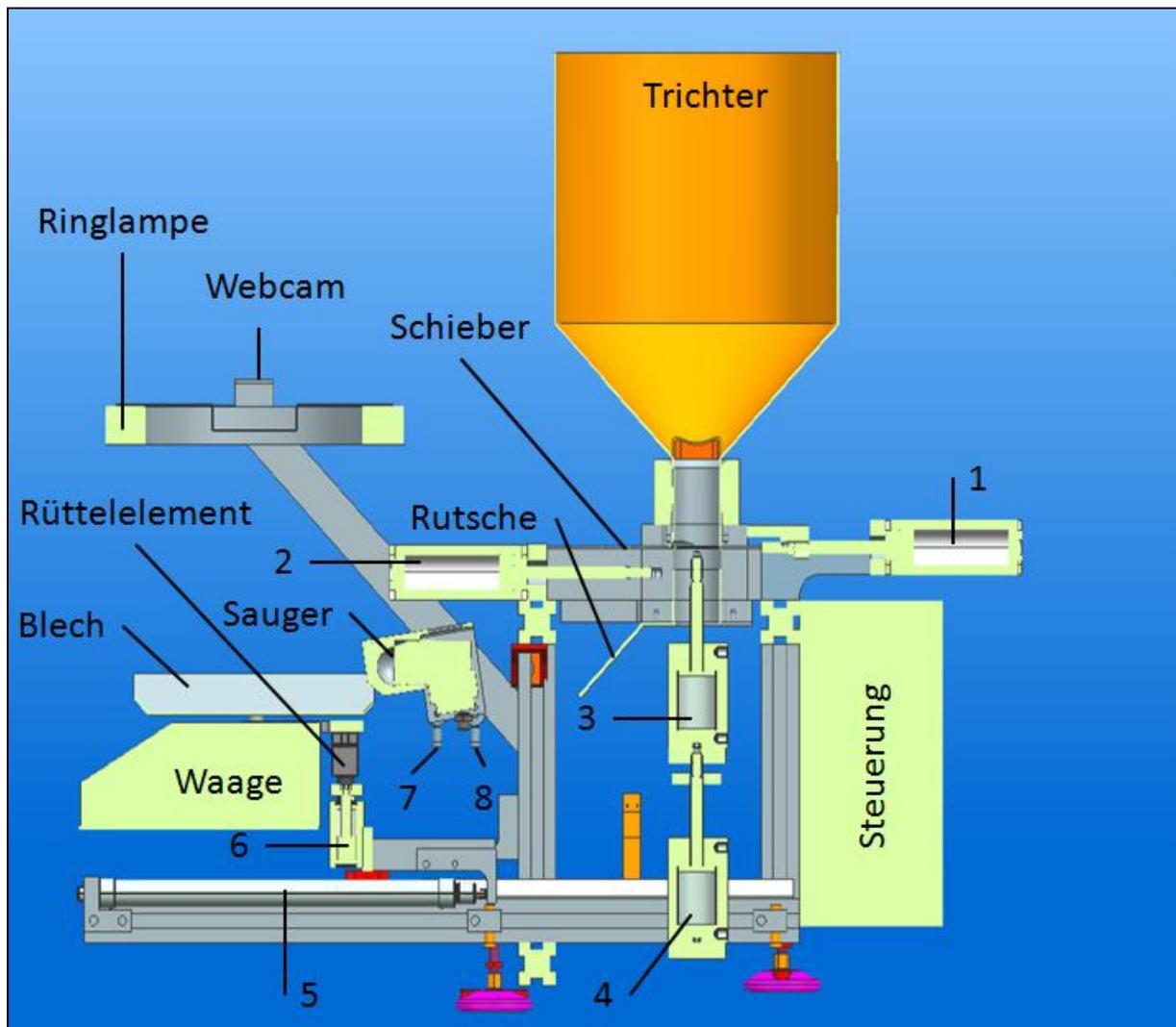


Abbildung 56: Schnitt durch Granulatmischungsentnahme- und Auswertestation; 1: Trichteröffnungszylinder; 2: Entleerungszylinder; 3: Freigabezylinder; 4: Befüllungszylinder; 5: Vorfahrzylinder; 6: Abhebezylinder; 7: vorderer Saugzylinder; 8: hinterer Saugzylinder

Dabei gilt für die weitere Notation:

- Arbeitsstellung: Der Stempel des jeweiligen Zylinders ist ausgefahren.
- Grundstellung: Der Stempel des jeweiligen Zylinders ist eingefahren.
- Vorne: Bei der Waage
- Hinten: Bei der Steuerung

Bewegungsablauf des Entnahme- und Probenvorbereitungssystems

- Ausgangsposition aller Stempel zu Beginn des Arbeitszyklus'

- *Trichteröffnungszylinder* Arbeitsstellung): Die Öffnung zum Trichter ist mittels des Schiebers verschlossen, damit kein Material in die Probenvorratskammer hinunterrieseln kann.
 - *Befüllungszylinder* Arbeitsstellung): Er befindet sich am oberen Hubende.
 - *Freigabezylinder* Arbeitsstellung): Dieser befindet sich ebenfalls am oberen Hubende und steht somit beim geschlossenen Schieber an.
 - *Ausleerzylinder* Arbeitsstellung): Die Probenvorratskammer befindet sich in der hinteren Position und liegt somit unterhalb des geschlossenen Schiebers an der Trichteraustrittsöffnung.
 - *Abhebezylinder* Arbeitsstellung): Das sich darauf befindende Probenauffanggefäß (Blech) wird in der oberen Position gehalten.
 - *Vorfahrzylinder* Grundstellung): Das Blech befindet sich in der vorderen Position direkt über der Waage.
 - *Vorderer Saugzylinder* Arbeitsstellung): Die vordere Kante der Staubsaugerdüse ist vom Blech abgehoben.
 - *Hinterer Saugzylinder* Arbeitsstellung): Die hintere Kante der Staubsaugerdüse ist vom Blech abgehoben.
- Positionierung des Bleches
Vorfahrzylinder fährt in Arbeitsstellung und bewegt dabei das Blech in die hintere Position direkt unterhalb der Rutsche.
 - Öffnen des Trichterabsperrschiebers
Der *Trichteröffnungszylinder* fährt dabei bis in die Grundstellung zurück und betätigt somit den Schieber und öffnet dadurch die Trichteröffnung vollständig.
 - Befüllung der Probenvorratskammer
Der *Befüllungszylinder* fährt langsam bis in die Grundstellung hinunter, dadurch wird die Probenvorratskammer langsam mit Material gefüllt.
 - Verschließen der Trichteröffnung
Der *Trichteröffnungszylinder* fährt in die Arbeitsstellung und betätigt so den Schieber, der die Trichteröffnung wieder verschließt.

- Materialfreigabe

Der *Freigabezylinder* fährt in die Grundstellung, das heißt bis zum unteren maximalen Hub. Dies ist notwendig, um im nächsten Schritt die Probenvorratskammer entleeren zu können.

- Entleerung der Probenvorratskammer

Der *Ausleerzylinder* fährt in die Grundstellung nach vor, dadurch wird das sich in der Probenkammer befindliche Material über die Rutsche direkt in das darunter befindliche Auffangblech entleert.

- Vorfahrt

Der *Vorfahrzylinder* fährt in die Grundstellung nach vor und bewegt so das Blech in Richtung Waage.

- Absenken auf Waage

Der *Abhebezylinder* fährt in die Grundstellung hinunter, dadurch wird das Blech auf die Waage aufgesetzt.

- Wiegen der Probemenge inklusive Blech (Bruttoprobengewicht)

- Rückstellung in die Ausgangspositionen der Entnahmezylinder

- *Ausleerzylinder*,
- *Freigabezylinder* und
- *Befüllungszylinder* fahren hintereinander in die Arbeitsstellung zurück.

- Abheben von Waage

Der *Abhebezylinder* fährt in die Arbeitsstellung und hebt dadurch das Blech an. Dies ist nötig, um die Waage von den entstehenden Erschütterungen, die durch das anschließende Rütteln entstehen, zu schützen und nicht zu beschädigen.

- Vibrier- und Fotografierzyklus

Der Rüttler wird eingeschaltet bzw. nach einer bestimmten abgelaufenen Zeit wieder ausgeschaltet, danach wird die Probe, wenn die Körner sich beruhigt haben, fotografiert. Dieser Arbeitsschritt wird dreimal wiederholt, um eine bessere Auswertung zu erhalten. Im Anschluss wird für die weitere Auswertung der entnommenen Probenmenge das gewogene Probengewicht den Fotos zugewiesen und separat abgespeichert.

- *Vorfahrzylinder* fährt in die Arbeitsstellung zurück und bewegt dabei das Blech in die hintere Position direkt unterhalb der Rutsche. Simultan findet der Absaugzyklus statt.
- Absaugzyklus
 - *Vorderer Saugzylinder* fährt nach unten, damit die hintere Kante des Blechs ausgesaugt werden kann.
 - Nach dem Aussaugen der hinteren Kante fährt der *hintere Saugzylinder* nach unten. Es folgt die Absaugung der gesamten Blechfläche.
 - Ist die vordere Kante des Blechs erreicht, fährt der *vordere Saugzylinder* nach oben und anschließend gleich wieder nach unten, um die vordere Blechkante abzusaugen.
 - Um zu garantieren, dass wirklich kein Granulat Korn mehr an der Oberfläche des Bleches haftet, fahren *beide Zylinder* kurzzeitig nach oben und anschließend wieder nach unten. Danach folgt die Rückstellung der beiden Saugzylinder.
 - *Vorderer Saugzylinder* fährt nach oben.
 - *Hinterer Saugzylinder* fährt nach oben.

6.3.2 Versuchsanordnungen

Als Versuchsvorbereitung wird dem Mischer das „richtige“ Dosieren gelernt, das heißt, dass einige Chargen in die Mischkammer eindosiert und gemischt werden und anschließend über eine pneumatische Förderung abgesaugt werden, um einen „stationären Zustand“ in der Mischkammer zu erzeugen, so wie dies auch im Produktionsbetrieb der Fall ist.

Um eine Aussage der Wirkungsweise und Effizienz des Mixers zu erhalten, wurde folgende Versuchsanordnung, welche in Abbildung 57 dargestellt ist, vorgeschlagen. Dazu wird der Mischer direkt auf die Messstation gestellt und die Homogenität jener Feststoffmischung analysiert, welche sich direkt unterhalb des Mischeraustritts einstellt, bevor die pneumatische Förderung beginnt.

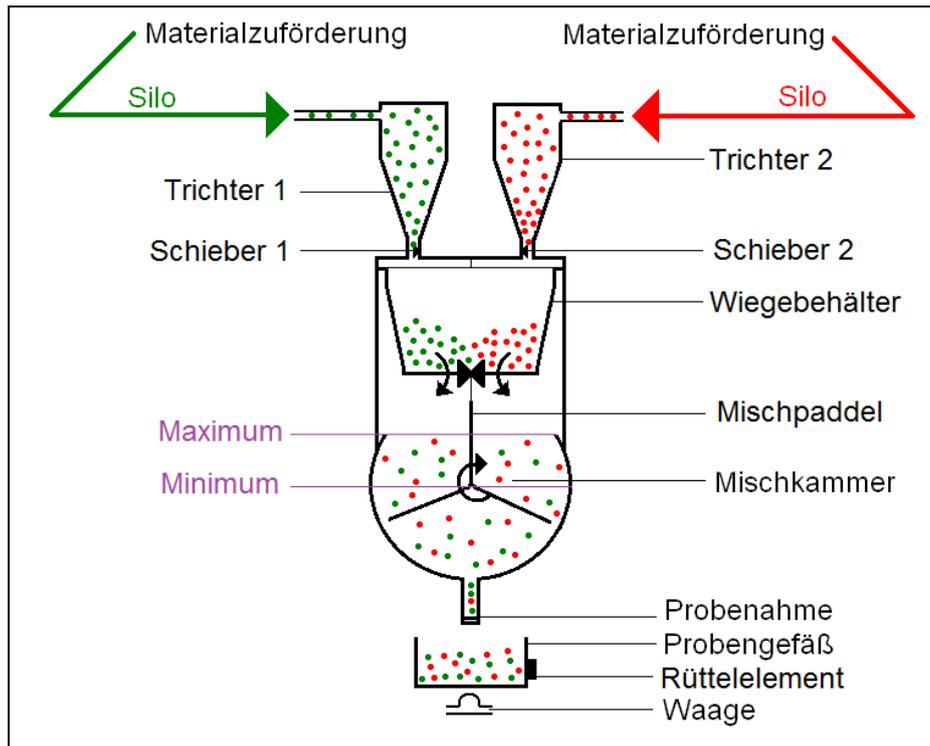


Abbildung 57: *Prinzipskizze des Versuchsaufbaus 1 (Probenahme direkt unter dem Mischer ohne pneumatische Förderung)*

Dies wurde in der Realität, wie in Abbildung 58 dargestellt ist, umgesetzt.

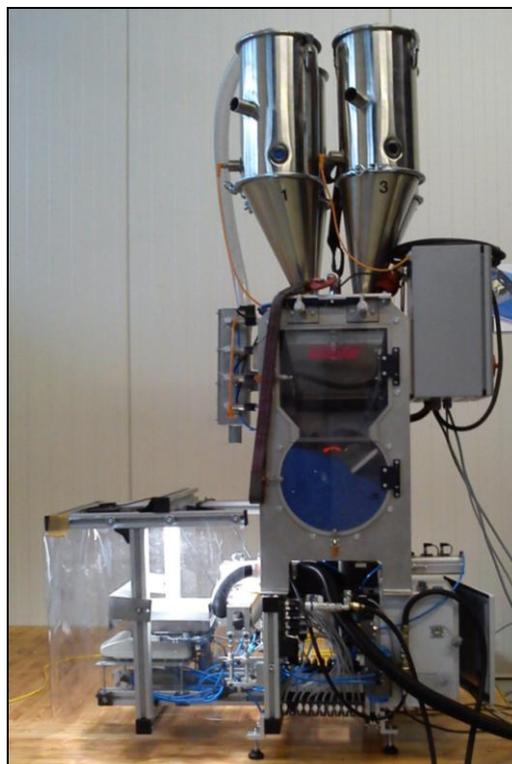


Abbildung 58: *Versuchsaufbau 1 (Probenahme direkt unter dem Mischer ohne pneumatische Förderung)*

Da die Analyse der Granulatmischung einer Charge um einiges zeitintensiver ist als das Produzieren der Flaschen, wurde an dieser Stelle eine weitere Unterteilung der Versuche durchgeführt.

- Versuch 1a: Einmalige vollständige Entleerung der gesamten Mischkammer (10 kg). Die Mischpaddel dürfen sich während des Messvorganges jedoch nicht drehen.
- Versuch 1b: Hier wurde die Drehbewegung des Mischpaddels erlaubt, was zur Folge hatte, dass kontinuierlich zudosiert wurde, wenn das Material in der Mischkammer unter dem Minimumsensor sank. Eingestellte Chargengröße hierbei waren 2 kg.

Der reale in der Produktion) Zwischenzustand konnte nicht hergestellt werden, da keine Möglichkeit der Drosselung der Drehbewegung des Mischpaddels vorhanden ist, um die zeitliche Verzögerung zu kompensieren.

Der nächste Schritt war die horizontale pneumatische Förderung zu testen, hierzu wird folgende Versuchsanordnung 2 vorgeschlagen, welche in Abbildung 59 gezeigt wird. Bei dieser Versuchsanordnung wird das Material direkt aus der Mischkammer über eine 10 m lange Förderstrecke in den Materialtrichter gefördert. Unterhalb des Trichters befindet sich die Messstation, welche die Homogenität der Feststoffmischung beim Trichteraustritt analysiert.

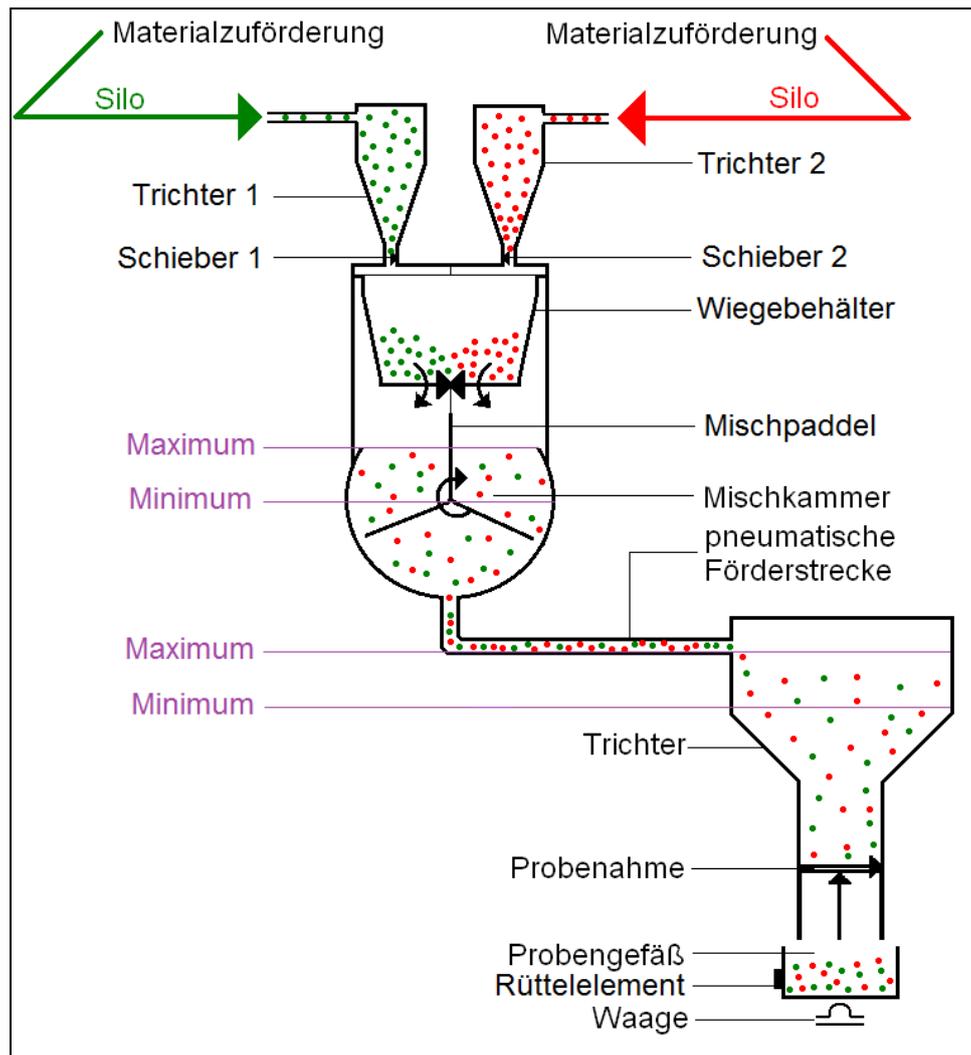


Abbildung 59: *Prinzipische Skizze des Versuchsaufbaus 2 (Probenahme erfolgt nach einer ca. 10 m langen horizontalen Förderstrecke am Trichteraustritt)*

Da der Platz im Versuchsraum eingeschränkt war, wurde dieser Versuchsaufbau in der Realität leicht verändert, was in Abbildung 60 dargestellt ist. Anstelle einer geradlinigen 10 m langen Förderstrecke wurde der Förderschlauch im Halbkreis ausgelegt.



Abbildung 60: Versuchsaufbau 2 Probenahme erfolgt nach einer ca. 10 m langen horizontalen Förderstrecke am Trichteraustritt)

Der nächste Schritt war der Vergleich mit einer gleich langen Förderstrecke, die vertikal nach oben geführt wird. Nachteilig bei soll einer Versuchsanordnung ist jedoch, dass eine Bühne benötigt wird, um den notwendigen Höhenunterschied sicher zu stellen. Deshalb wurde eine etwas andere Variante der dritten Versuchsanordnung, welche in Abbildung 61 dargestellt wird gewählt. Dabei wird nur die halbe Strecke nach oben gefördert, danach umgelenkt und wieder nach unten in den Trichter gefördert. Dieser Aufbau hat den Vorteil, dass keine zusätzliche Bühne benötigt wird, da der Mischer und die Entnahmestation auf demselben Niveau platziert werden können.

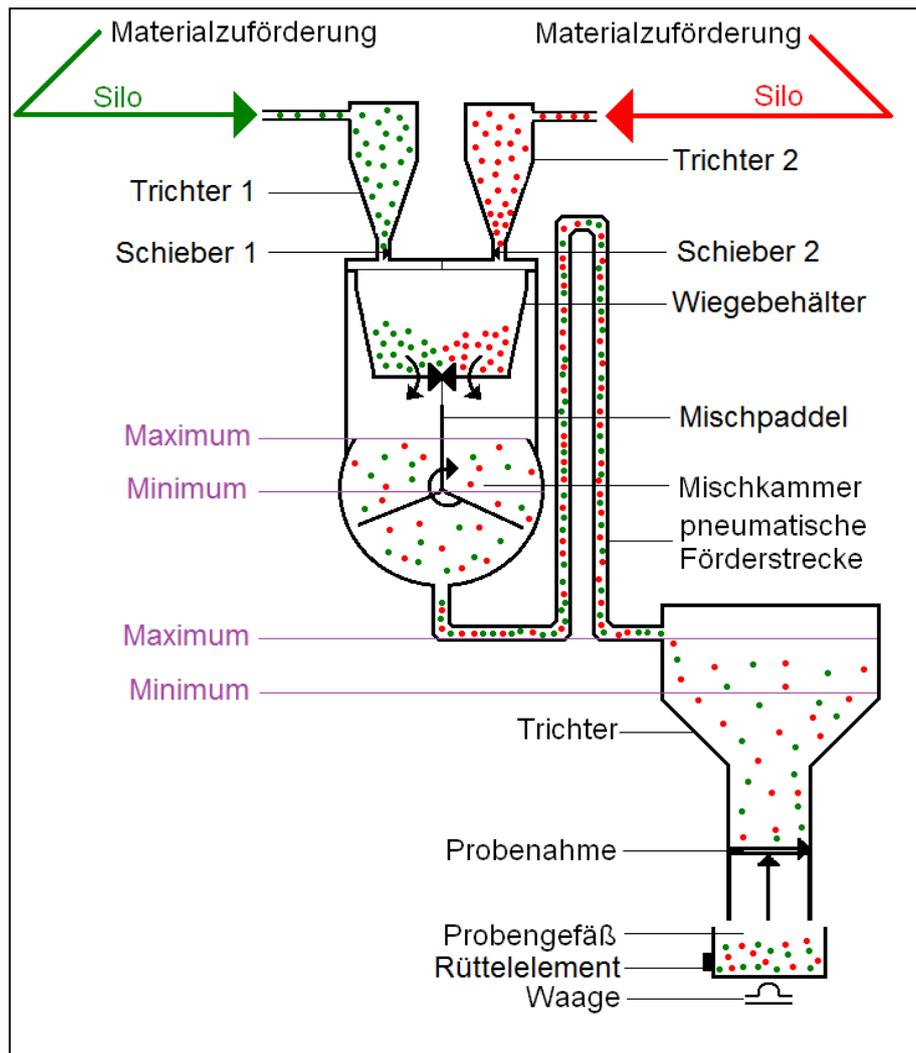


Abbildung 61: *Prinzipische Skizze des Versuchsaufbaus 3 Probenahme erfolgt nach einer 5 m nach oben und wieder 5 m nach unten vertikalen Förderstrecke am Trichteraustritt)*

Dieser geplante Versuchsaufbau wurde, wie in Abbildung 62 dargestellt ist, umgesetzt und realisiert.



Abbildung 62: Versuchsaufbau 3 Probenahme erfolgt nach einer 5 m nach oben und wieder 5 m nach unten vertikalen Förderstrecke am Trichteraustritt)

6.3.3 Ergebnisse

An dieser Stelle sei zu erwähnen, dass für die Masterarbeit nur die Versuche mit der Normmischung I durchgeführt wurden, da die Durchführung einer zweiten Versuchsreihe mit der Normmischung II den Rahmen der Arbeit gesprengt hätte. Des

Weiteren sei hier erwähnt, dass, wenn von Konzentration gesprochen wird, stets die TiO_2 – Masterbatch Gewichtskonzentration gemeint ist.

Versuchsaufbau 1a (vollständige Entleerung der Mischkammer ohne Rühren)

In Tabelle 7 werden die wichtigsten Messergebnisse, welche die Auswertesoftware liefert, zusammengefasst bzw. der zeitliche Konzentrationsverlauf mit den Gütegrenzlinien in Abbildung 63 gezeigt.

Tabelle 7: Ergebnistabelle des Versuches 1a vollständige Entleerung der Mischkammer ohne Rühren)

Sollgewichtskonzentration TiO_2 (-)	0.03
Anzahl Messungen (-)	319
Gesamtmaterialdurchsatz (g)	9186.71
Mittelwert der Gewichtskonzentration TiO_2 (-)	0.0400
Mittelwert der Güteklasse (-)	1.89
Mittleres Probengewicht g)	28.80

Wie aus der Auswertung hervorgeht, liegt die gemessene Gesamtkonzentration von TiO_2 – Masterbatch in der Mischkammer bei 4 Gew%, was ein Drittel zu viel ist, denn die am Mischer eingestellte Konzentration liegt bei 3 Gew%. Wie sich herausstellte, kam dieser Unterschied von einem Gew% durch die Absaugung aus der Mischkammer bei der Versuchsvorbereitung. Dort wurden vorwiegend die leichten Partikel (Blue) abgesaugt, was zur Folge hatte, dass die Konzentration der schwereren Partikel (TiO_2 – Masterbatch) in der Mischkammer angestiegen ist.

Da die Mischkammer nicht selbstständig vollständig entleert werden kann, da sich das Ausfließloch in der Mitte der horizontal liegenden Mischkammer befindet, musste etwas nachgeholfen werden, indem mit der Hand die zwei gebildeten Haufen in die Mitte geschoben wurden. Deshalb ist bei der Abbildung 63 darauf zu achten, dass die Messung bis zur Probe 261 selbstständig durchgelaufen ist. Ab Probe 262 wurde der hintere Haufen in die Mitte geschoben und untersucht, danach der vordere Haufen. Durch diesen Eingriff konnte festgestellt werden, dass sich das TiO_2 – Masterbatch im hinteren Bereich der Mischkammer angehäuft hat.

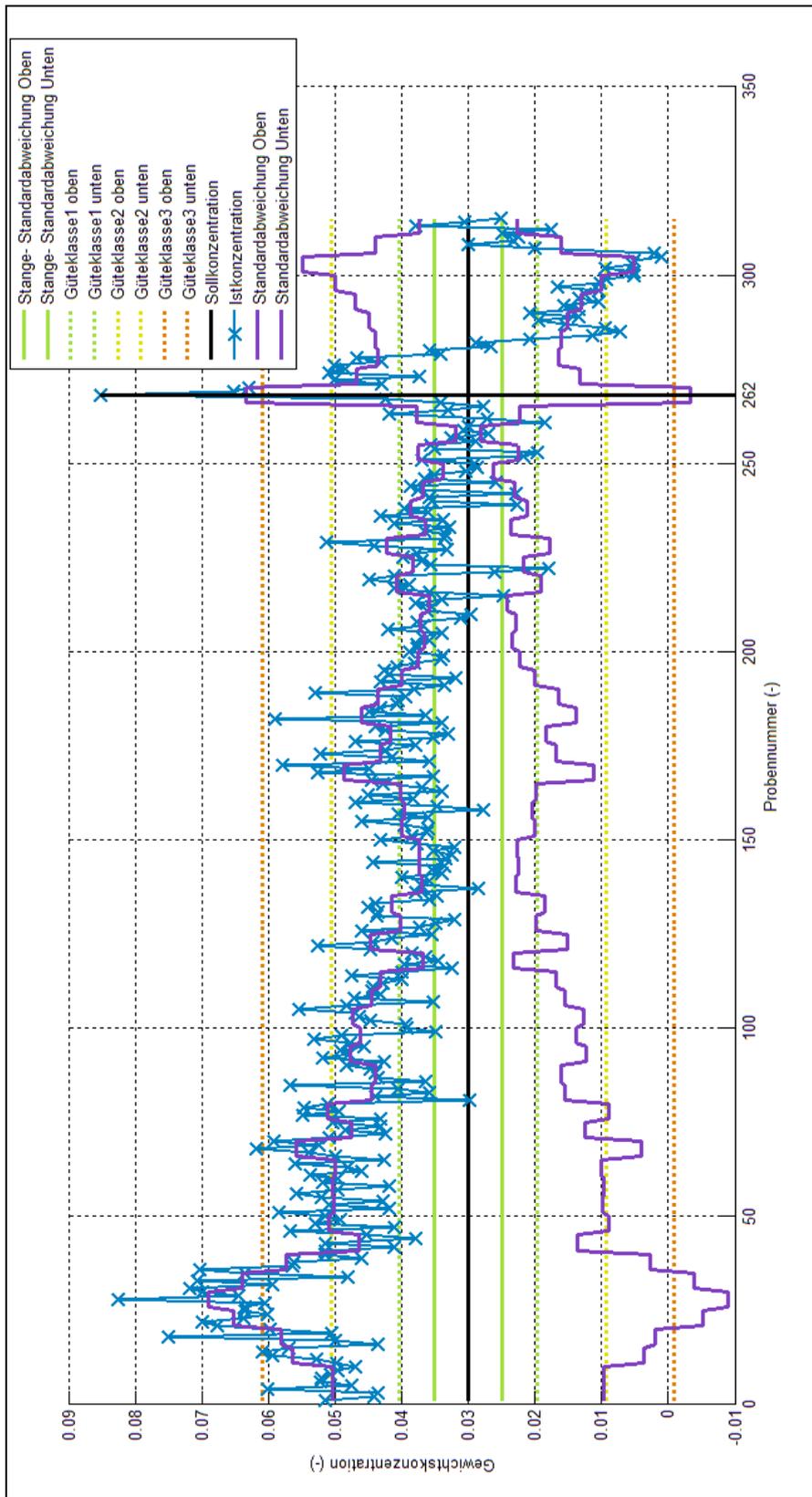


Abbildung 63: Konzentrationsverlauf des Versuches 1a (vollständige Entleerung der Mischkammer ohne Rühren)

Versuchsaufbau 1b (kontinuierliche Zudosierung mit Rühren)

In Tabelle 8 werden die wichtigsten Messergebnisse, welche die Auswertesoftware liefert, zusammengefasst bzw. der zeitliche Konzentrationsverlauf mit den Gütegrenzlinien in Abbildung 64 gezeigt.

Tabelle 8: Ergebnistabelle des Versuches 1b (kontinuierliche Zudosierung mit rühren)

Sollgewichtskonzentration TiO ₂ (-)	0.03
Anzahl Messungen (-)	648
Gesamtmaterialdurchsatz (g)	18712.59
Mittelwert der Gewichtskonzentration TiO ₂ (-)	0.0235
Mittelwert der Güteklasse (-)	1.48
Mittleres Probengewicht g)	28.88

Aus dem Konzentrationsverlauf in Abbildung 64 ist ein eindeutiger Zyklus zu erkennen, welcher sich alle 70 Proben 2 kg entsprechen dem Chargengewicht) wiederholt. Am Start der Aufzeichnung befindet sich der Zyklus zwar noch in einer Einschwingphase, jedoch zum Ende hin sind die Zyklen sehr ähnlich und weisen die gleichen Tendenzen auf. Zu Beginn ist die Mischkammer voll und die ausgetragene Konzentration weist ein Minimum von 1 Gew% auf, danach steigt die Konzentration bis zu einem Maximum von 5 Gew%, bevor eine neue Charge in die Mischkammer dosiert wird. Wie sich herausstellte, sammelte sich das schwere TiO₂ –Masterbatch in der Mitte der Mischkammer zwischen den beiden Mischpaddeln an. Daher wird zu Beginn des Zyklus' weniger TiO₂ – Masterbatch ausgetragen. Wenn der Füllgrad sinkt, so sinkt auch dieser Bereich, in dem sich die TiO₂-Körner befinden, deshalb wird am Ende eines jeden Zyklus' mehr TiO₂ – Masterbatch ausgetragen. Die gemessene durchschnittliche Konzentration weist einen Wert von etwas über 2 Gew% auf, obwohl bei der Dosiereinheit 3 Gew% eingestellt und auch dosiert wurden. Dies hat den Grund, dass in der Einschwingphase besonders in den ersten beiden Zyklen) deutlich weniger TiO₂ – Masterbatch ausgetragen wurde und zur Folge hatte, dass die Konzentration in der Mischkammer angestiegen ist. Die Zyklen am Ende der Aufzeichnung zeigen hingegen eine durchschnittliche Konzentration von ungefähr 3 Gew%. Das heißt, für diese Versuchsbedingungen wurde ein sich im Mischer einstellender stationärer Zustand gefunden, jedoch liegt hier die TiO₂ – Masterbatch Konzentration in der Mischkammer bei ca. 5 Gew%, obwohl nur 3 Gew% eindosiert werden.

Dieser gefundene stationäre Zustand ist jedoch aufgrund der zeitlichen Verschiebung nicht direkt in die Realität übertragbar, da in der Produktion die Mischpaddel weniger Zeit haben, um das Material zu vermischen.

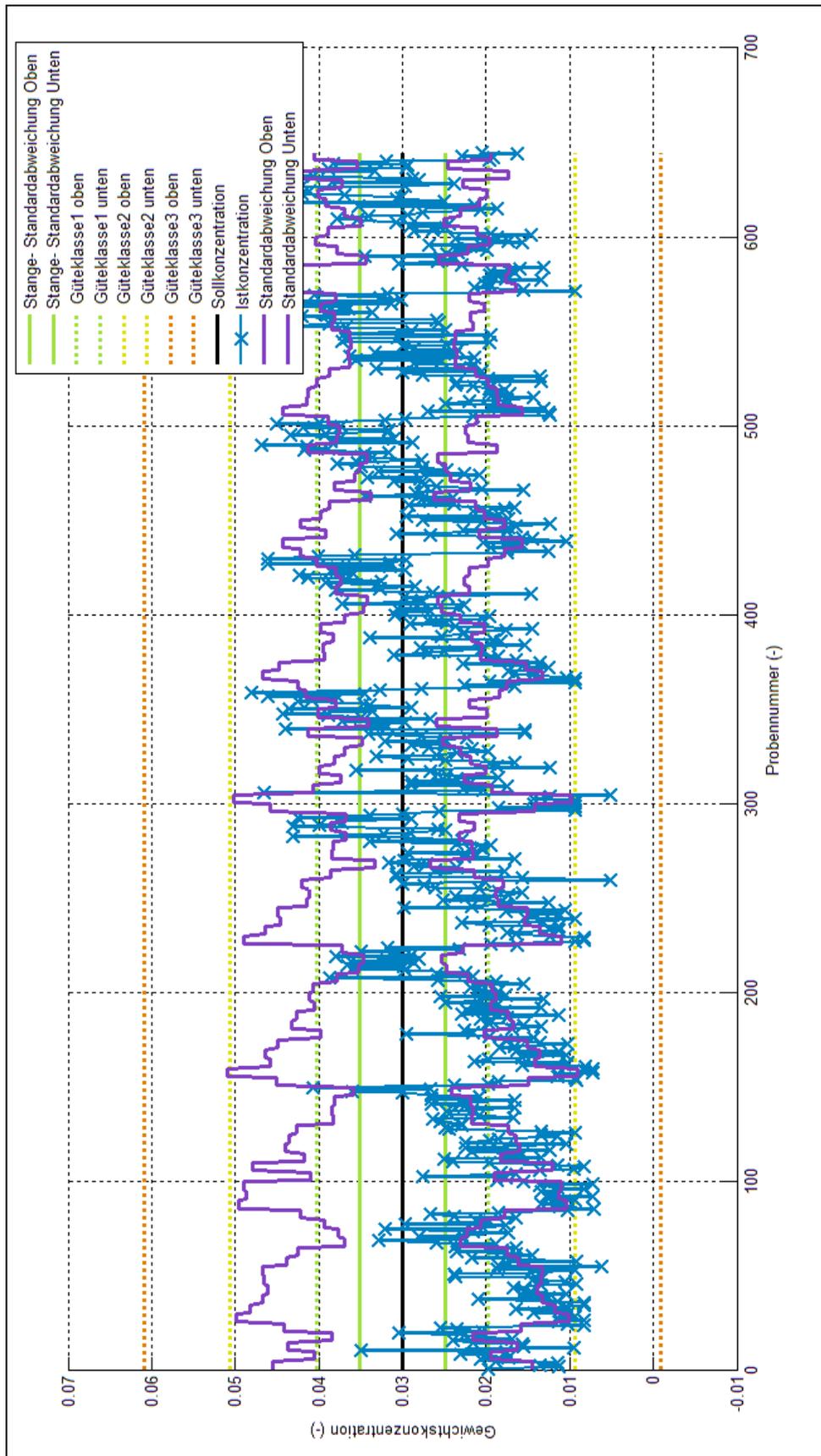


Abbildung 64: Konzentrationsverlauf des Versuches 1b (kontinuierliche Zudosierung mit Rühren)

Versuchsaufbau 2 (horizontale Förderung)

An dieser Stelle sei erwähnt, dass bei späterer Betrachtung des Fördergerätes festgestellt wurde, dass das Förderventil defekt war und somit keine richtige Förderung zustande gekommen ist. Da der Druckunterschied zu gering war, wurden vornehmlich die leichteren Partikel (Blue) gefördert und die schwereren Teilchen (TiO_2 – Masterbatch) blieben bevorzugt in der Mischkammer liegen. Dies hatte zur Folge, dass die TiO_2 – Masterbatch Konzentration in der Mischkammer angestiegen ist. Aus diesen Gründen haben die beiden Förderversuche (horizontale und vertikale Förderung) keine Aussagekraft und müssen mit einem funktionierenden Fördergerät wiederholt werden, was aber nicht mehr Teil dieser Masterarbeit ist. Zur Vervollständigung werden dennoch die Ergebnisse dargestellt.

In Tabelle 9 werden die wichtigsten Messergebnisse, welche die Auswertesoftware liefert, zusammengefasst bzw. der zeitliche Konzentrationsverlauf mit den Gütegrenzlinien in Abbildung 65 gezeigt.

Tabelle 9: Ergebnistabelle des Versuches 2 (horizontale Förderung)

Sollgewichtskonzentration TiO_2 (-)	0.03
Anzahl Messungen (-)	939
Gesamtmaterialdurchsatz (g)	27091.40
Mittelwert der Gewichtskonzentration TiO_2 (-)	0.0107
Mittelwert der Güteklasse (-)	2.48
Mittleres Probengewicht (g)	28.85

Wie aus der Auswertung hervorgeht, wird durchschnittlich nur 1 Gew% aus der Mischkammer in den Materialtrichter abgesaugt. Dies hat zur Folge, dass die Gewichtskonzentration in der Mischkammer stetig ansteigt, was wieder zur Folge hat, dass die abgesaugte Konzentration langsam zu steigen beginnt. Dies wird vermutlich solange fortlaufen, bis sich ein stationärer Zustand in der Mischkammer eingestellt hat und 3 Gew% TiO_2 in den Materialtrichter abgesaugt werden.

6. Experimentelles

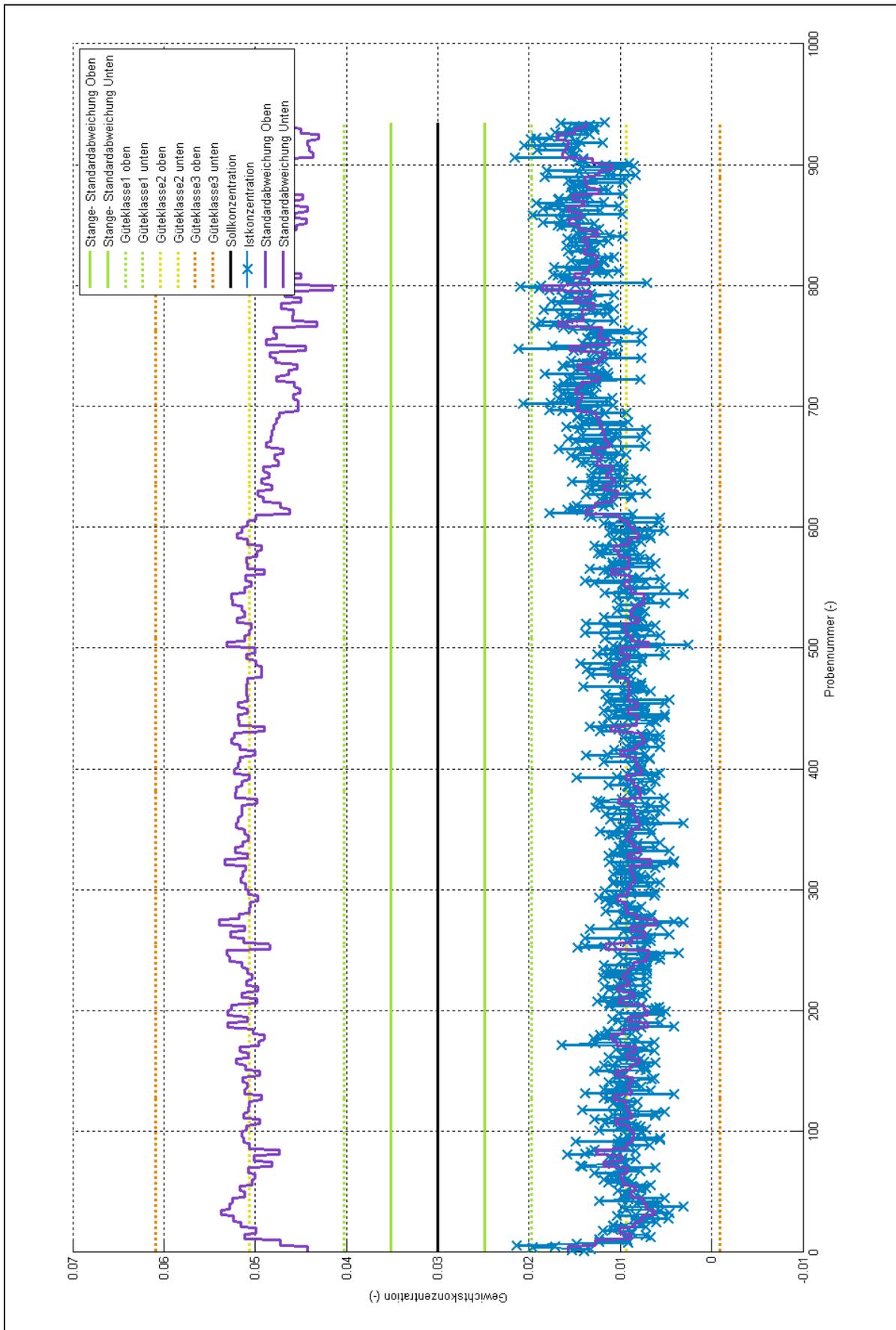


Abbildung 65: Konzentrationsverlauf des Versuches 2 (horizontale Förderung)

Versuchsaufbau 3 vertikale Förderung)

In Tabelle 10 werden die wichtigsten Messergebnisse, welche die Auswertesoftware liefert, zusammengefasst bzw. der zeitliche Konzentrationsverlauf mit den Gütegrenzlinien in Abbildung 66 gezeigt.

Tabelle 10: Ergebnistabelle des Versuches 3 (vertikale Förderung)

Sollgewichtskonzentration TiO_2 (-)	0.03
Anzahl Messungen (-)	591
Gesamtmaterialdurchsatz (g)	16943.41
Mittelwert der Gewichtskonzentration TiO_2 (-)	0.0086
Mittelwert der Güteklasse (-)	2.66
Mittleres Probengewicht (g)	28.67

Wie aus der Auswertung hervorgeht, war kein merklicher Unterschied zur horizontalen Förderung festzustellen, was jedoch an dem defekten Förderventil liegt und nicht an der unterschiedlichen Lage der Förderstrecke. Das Fördergerät war einfach zu schwach, um die schweren TiO_2 – Masterbatch-Körner aus der Mischkammer heraus in den Materialtrichter zu fördern. Beide Förderversuche werden zu einem späteren Zeitpunkt wiederholt, was jedoch nicht mehr im Rahmen der Masterarbeit erfolgen wird.

6. Experimentelles

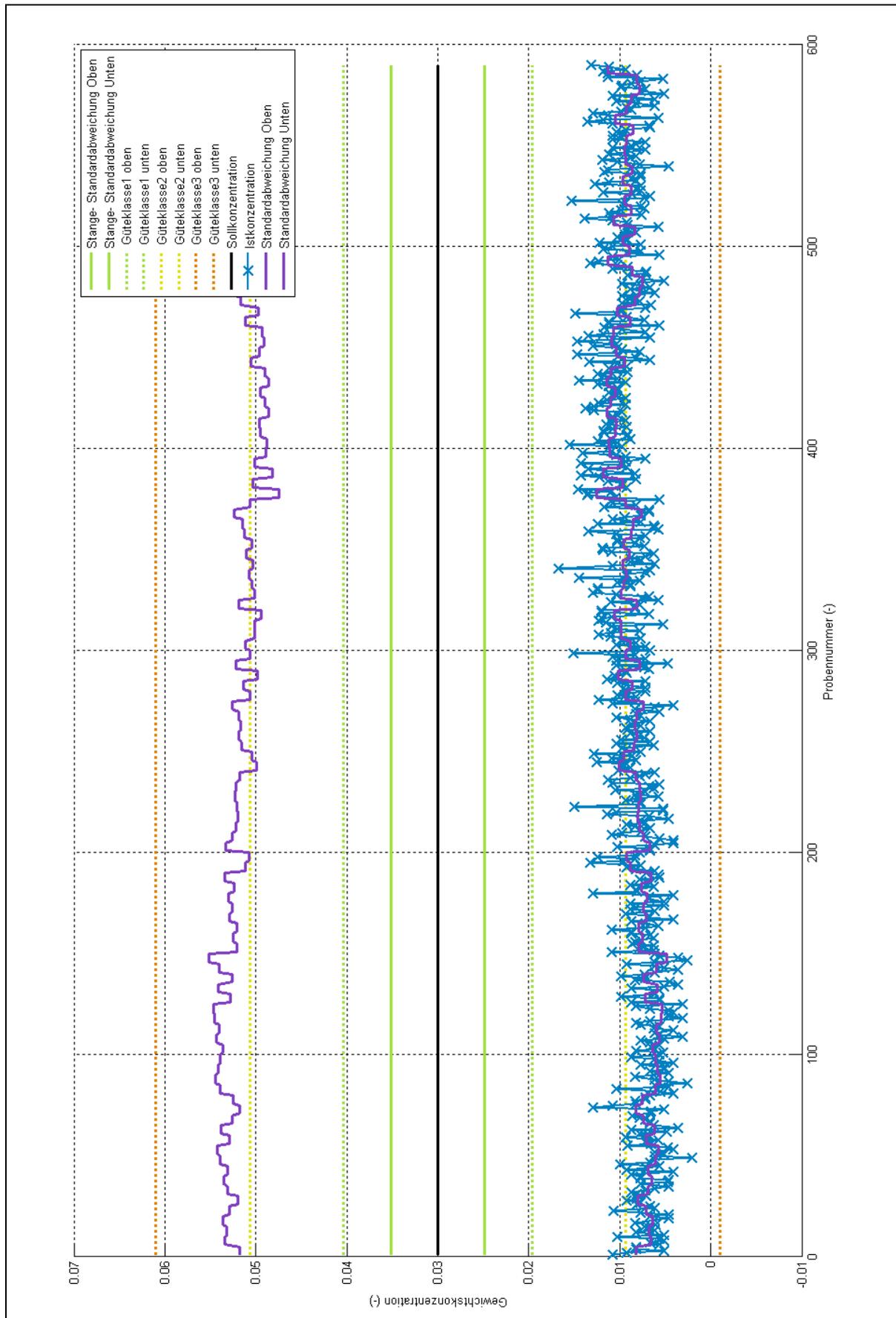


Abbildung 66: Konzentrationsverlauf des Versuches 3 (vertikale Förderung)

6.4 Erkenntnisse

Die Durchführung der ersten Versuchsreihe zeigte, dass das entwickelte Bewertungskonzept sich bestens für die Untersuchung und den Vergleich der Homogenität einer Feststoffmischung, welche aus körnigem Gut besteht, eignet.

Die Güteklassen wurden anfangs willkürlich definiert, da noch keine Erfahrungswerte existierten. Wie sich jedoch durch die ersten Versuche zeigte, müssen in weiterer Folge diese Güteklassen besser auf den Prozess abgestimmt werden. Ein Vorschlag dazu wäre, den gleichen Bereich nicht in drei sondern in zehn Güteklassen zu unterteilen, um genauere Werte zu erhalten.

Es zeigte sich, dass die Qualität des Mischers sehr stark von dem Füllgrad in der Mischkammer und der vorgegebenen Mischzeit abhängig ist, welche den Mischpaddeln für die Homogenisierung zur Verfügung steht. Es zeigte sich auch, dass die TiO_2 – Masterbatch-Körner sich in der Mitte zwischen den beiden Mischpaddeln bzw. im hinteren Bereich der Mischtrommel anhäufen. Um diese Materialanhäufung in Zukunft beherrschen zu können, bedarf es einer Modifikation der Geometrie des Mischpaddels und weiterer Optimierung der Mischkammer und Einstellparameter (Mischzeit, Chargengröße etc.) am Mischer.

Zur pneumatischen Materialförderung kann zu diesem Zeitpunkt noch keine Aussage getroffen werden, da bei den beiden durchgeführten Förderversuchen das Ventil defekt war und somit keine „richtige“ Förderung stattgefunden hat, da bevorzugt nur das leichtere Material Blue) aus der Mischkammer abgesaugt wurde. Jedoch wurde dieser Defekt in der Fördereinheit nur aufgrund der „schlechten“ Mischungsergebnisse gefunden.

Für die weitere Projektarbeit muss einerseits das Förderventil ausgetauscht werden und andererseits der Mischer entsprechend modifiziert werden.

7 Zusammenfassung und Ausblick

Das Ziel und das Hauptaugenmerk dieser Masterarbeit war, einen Ansatz für ein Bewertungsverfahren für die Qualität der Homogenität der Feststoffmischung, welche aus körnigem Gut besteht und dem Extruder über die pneumatische Feststoffförderungsanlage von den vorgeschalteten Mischaggregaten zugeführt wird, zu erstellen. Als Qualitätsmerkmal wurde dazu die Standardabweichung der Gewichtskonzentration einer Komponente gewählt.

Aufbauend auf dem definierten Qualitätskriterium, wurde in weiterer Folge ein Qualitätsbewertungskonzept erstellt, um unterschiedliche Misch- bzw. Fördersysteme miteinander vergleichen zu können. Die Realisierung des entwickelten Qualitätsbewertungskonzeptes erfolgte in einer eigens entwickelten Messstation. Abschließend erfolgte eine Fehlerabschätzung der Messstation und die Konzeptüberprüfung anhand der ersten Versuchsreihe, um verifizieren zu können, wie reproduzierbar die entwickelte Messstation arbeitet.

Dabei wurden der Homogenitäts- bzw. der Qualitätsunterschied einer definierter Normmischung aufgrund unterschiedlicher Förderstrecken gezeigt. Folgende Messungen wurden durchgeführt:

- Die Homogenität der Mischung, welche die Dosier- bzw. Mischeinheit verlässt.
- Die Homogenität der Mischung, welche sich nach einer 10 m langen horizontalen Förderstrecke im Materialtrichter ergibt.
- Die Homogenität der Mischung, welche sich nach einer 10 m langen vertikalen Förderstrecke im Materialtrichter ergibt.

Die Durchführung dieser ersten Versuchsreihe bzw. der Fehlerabschätzung anhand der Homogenität der Feststoffmischung zeigte, dass sich das entwickelte Bewertungskonzept zusammen mit der Messstation bestens für die Untersuchung und den Vergleich der Homogenität einer Feststoffmischung, welche aus körnigem Gut besteht, eignen.

Die Güteklassen wurden anfangs willkürlich definiert, da noch keine Erfahrungswerte existierten. Wie sich jedoch durch die ersten Versuche zeigte, müssen in weiterer Folge diese Güteklassen besser auf den Prozess abgestimmt werden. Ein Vorschlag dazu wäre, den gleichen Bereich nicht in drei sondern in zehn Güteklassen zu unterteilen, um genauere Werte zu erhalten.

Weiters zeigte sich, dass die Qualität des Mischers sehr stark von dem Füllgrad in der Mischkammer und der vorgegebenen Mischzeit abhängig ist, welche den

Mischpaddeln für die Homogenisierung zur Verfügung steht. Es zeigte sich auch, dass sich die TiO_2 – Masterbatch-Körner in der Mitte zwischen den beiden Mischpaddeln bzw. im hinteren Bereich der Mischtrommel anhäufen. Um diese Materialanhäufung in Zukunft beherrschen zu können, bedarf es einer Modifikation der Geometrie des Mischpaddels und weiterer Optimierung der Mischkammer und Einstellparameter (Mischzeit, Chargengröße etc.) am Mischer.

Aufgrund der Versuche wurde auch ein defektes Ventil bei der pneumatischen Materialförderung entdeckt. Daher kann keine zuverlässige Aussage über den Einfluss der pneumatischen Materialförderung gemacht werden.

Aufbauend auf der ersten Versuchsreihe, werden noch weitere Versuchsreihen folgen, um einerseits die Haupteinflussgrößen beim Mischprozess (Mischzeit, Geometrie des Mischpaddels und Füllgrad der Mischkammer) und andererseits die Haupteinflussgrößen der Förderung (Förderlänge, Förderrichtung, Förderzeit und Krümmer) in erster Linie identifizieren und in weiterer Folge bewerten zu können, um den gesamten Misch- und Förderprozess optimieren zu können.

8 Literaturverzeichnis

- [1] *Gesellschaft Kunststofftechnik*: Mischen von Kunststoffen, VDI-Verlag, Düsseldorf, 1983
- [2] *Gesellschaft Kunststofftechnik*: Mischen von Kunststoff- und Kautschukprodukten, VDI-Verlag, Düsseldorf, 1993
- [3] *Gränicher H.*: Messung beendet – was nun?, vdf Hochschulverlag AG an der ETH Zürich und B.G. Teubner, Stuttgart, 1994
- [4] <http://www.fachdokumente.lubw.baden-wuerttemberg.de/servlet/is/10096/abb04.gif>
- [5] <http://www.kern-sohn.com/de/shop/katalog-53.html>
- [6] <http://www.ptl.ethz.ch/education/mnp/Script/ScriptFS09>
- [7] *Langecker G. R.*: Kunststoffverarbeitung I, Vorlesungsskriptum, Institut für Kunststoffverarbeitung Leoben, SS 2007
- [8] *Lapresa G.*: Industrielle Kunststoff Coloristik, Carl Hanser Verlag, München – Wien, 1998
- [9] *Mennig, G. und Lake M.*: Verschleißminimierung in der Kunststoffverarbeitung, 2. Auflage, Carl Hanser, Verlag – München, 2008
- [10] *Michaeli W.*: Einführung in die Kunststoffverarbeitung, 5. Auflage, Carl Hanser Verlag, München – Wien, 2006
- [11] *Mueller M.*: Feststoffmischen, Chemie-Ingenieur-Technik, Volume 79, Issue 7, 2007, Seiten 1015 – 1023
- [12] *Müller W.*: Mechanische Grundoperationen und ihre Gesetzmäßigkeiten, Oldenbourg Wissenschaftsverlag GmbH, Oldenbourg, 2008
- [13] *Müller W.*: Methoden und derzeitiger Kenntnisstand für Auslegungen beim Mischen von Feststoffen, Chemie-Ingenieur-Technik, Volume 53, Issue 11, 1981, Seiten 831 – 844
- [14] *Papula L.*: Mathematik für Ingenieure und Naturwissenschaftler Band 3, 5. Auflage, Vieweg+Teubner Verlag, Wiesbaden, 2008
- [15] *Raasch J. und Sommer K.*: Anwendung von statistischen Prüfverfahren im Bereich der Mischtechnik, Chemie-Ingenieur-Technik, Volume 62, Issue 1, 1990, Seiten 17 – 22
- [16] *Tschritter A.*: Betriebsanleitung für CX150, 2008

- [17] *Schubert H.*: Handbuch der mechanischen Verfahrenstechnik, Band 1 und 2, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, 2003
- [18] *Schwedes J.*: Fließverhalten von Schüttgütern in Bunkern, Chemie-Ingenieur-Technik, Volume 48, Issue 4, 1976, Seiten 294 – 300
- [19] *Schwedes J.*: Schüttgutverfahrenstechnik, Chemie-Ingenieur-Technik, Volume 75, Issue 10, 2003, Seiten 1446 – 1450
- [20] *Schwedes J. und Richter W.*: Grundlagen zur Auslegung pneumatischer Granulatmischer, Chemie-Ingenieur-Technik, Volume 47, Issue 7, 1975, Seiten 295 – 315
- [21] *Stange K.*: Die Mischgüte einer Zufallsmischung als Grundlage zur Beurteilung von Mischversuchen, Chemie-Ingenieur-Technik, Volume 26, Issue 6, 1954, Seiten 331 – 337
- [22] *Stange K.*: Die Mischgüte einer Zufallsmischung aus drei und mehr Komponenten, Chemie-Ingenieur-Technik, Volume 35, Issue 8, 1963, Seiten 580 -582
- [23] *Stange K.*: Genauigkeit der Probenahme bei Mischungen körniger Stoffe (Einfluss des Gewichts von Einzelproben), Chemie -Ingenieur-Technik, Volume 39, Issue 9/10, 1967, Seiten 585 – 592
- [24] *Stange K.*: Zur Beurteilung der Güte einer Mischung aus körnigen Stoffen bei bekannten Siebdurchgangslinien der Komponenten, Chemie-Ingenieur-Technik, Volume 36, Issue 3, 1964, Seiten 296 – 302
- [25] *Stieß M.*: Mechanische Verfahrenstechnik – Partikeltechnologie 1, 3. Auflage, Springer – Verlag, Berlin – Heidelberg, 2009
- [26] *Ullrich M.*: Entmischungserscheinungen in Kugelschüttungen, Chemie-Ingenieur-Technik, Volume 41, Issue 16, 1969, Seiten 903 – 907

9 Verwendete Abkürzungen

B	Sollgewichtskonzentration des Material Blue
CaCO ₃	Kalziumcarbonat
C _B ²	Variationszahl der Komponente Blue (Maß für die Gleichförmigkeit der Zerkleinerung)
C _P ²	Variationszahl der Komponente P
C _Q ²	Variationszahl der Komponente Q
C _M ²	Variationszahl des Mahlgutes
C _T ²	Variationszahl des Titandioxids
g	Gewicht der entnommenen Teilmischung (Probengewicht)
Gew%	Gewichtsprozent
GK _i	Güteklasse des jeweiligen Zeitintervalles
H	Homogenitätsindex arithmetischer Mischgütekennwert)
j	Anzahl der Zeitintervalle
M	Sollgewichtskonzentration des Mahlgutes
N	Probenanzahl (allgemein)
n	Anzahl der Proben in einem Zeitintervall
P	Sollgewichtskonzentration der Komponente P
p	Anteil Komponente P
Q	Sollgewichtskonzentration der Komponenten Q
S ²	Empirische Varianz allgemein)
S	Standardabweichung allgemein)
S ₁	Standardabweichung um den Sollwert
S ₂	Standardabweichung um den arithmetischen Mittelwert
T	Sollgewichtskonzentration des Titandioxids
TiO ₂	Titandioxid
x _i	aktuelle Gewichtskonzentration
\bar{x}	mittlere Gewichtskonzentration

9. Verwendete Abkürzungen

Δx_{\max}	maximaler Konzentrationsunterschied
x_{soll}	Soll-Gewichtskonzentration
a	mittlerer Durchmesser
γ_B	mittleres Korngewicht der Komponente Blue (Maß für den Zerkleinerungsgrad)
γ_P	mittleres Korngewicht der Komponente P
γ_P^*	mittleres Korngewicht (allgemein)
γ_Q	mittleres Korngewicht der Komponente Q
γ_M	mittleres Korngewicht des Mahlgutes
γ_T	mittleres Korngewicht des Titandioxids
λ	Formfaktor
σ_Z	zulässige Höchststandardabweichung für eine Zufallsmischung
σ_Z^2	zulässige Höchstvarianz für eine Zufallsmischung
σ_{Z1}^2	zulässige Höchstvarianz für die Normmischung 1
σ_{Z2}^2	zulässige Höchstvarianz für die Normmischung 2