

Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg
Institut für Werkstoffwissenschaften
Lehrstuhl III
- Glas und Keramik -
Prof. Dr. P. Greil

Studienarbeit

Berechnung von Packungsdichten multi-modaler Pulververteilungen

Anwendung der Methoden von Lee und Dinger

René Kaiser



Betreuer:
Dr. Tobias Fey

August 2010 - Januar 2011

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Grundlagen	3
2.1	Die Packungsdichte von Pulvern	3
2.2	Algorithmen zur Bestimmung der Packungsdichte	6
2.2.1	McGeary	9
2.2.2	Lee	10
2.2.3	Dinger und Funk	13
2.3	Messverfahren für reale Pulver	16
2.3.1	Verfahren zur Bestimmung der Porosität	16
2.3.2	Verfahren zum Messen der Partikelgrößenverteilung	18
3	Programmwurf und -umsetzung	20
3.1	Anforderungen an das Programm	20
3.2	Voraussetzungen	21
3.3	Flussdiagramm PowderMixer	22
3.4	Entwurf der Klassen – UML-Modell	23
3.5	Genutzte Bibliotheken und Programme	25
3.6	Dokumentation des Quellcodes	25
4	Ergebnisse	26
4.1	Programmoberfläche und Programmablauf	26
4.2	Besondere Programmteile	29
4.3	Programmausgabe	31
5	Diskussion	32
5.1	Vergleich der Verfahren von Dinger und Lee	32
5.1.1	Vergleiche mit einem Pulver	32
5.1.2	Vergleiche mit 2 Pulvern	33
5.1.3	Vergleich mit 3 Pulvern	38
5.2	Approximieren der Histogramme	46
5.3	Benötigte Rechenzeit	49
5.4	Vergleich mit Literaturwerten	49
6	Ausblick	50
6.1	Peronius and Sweeting [NPe85]	50
6.2	DEM - Diskrete Element Methoden	52
7	Literatur	54
8	Anhang	57

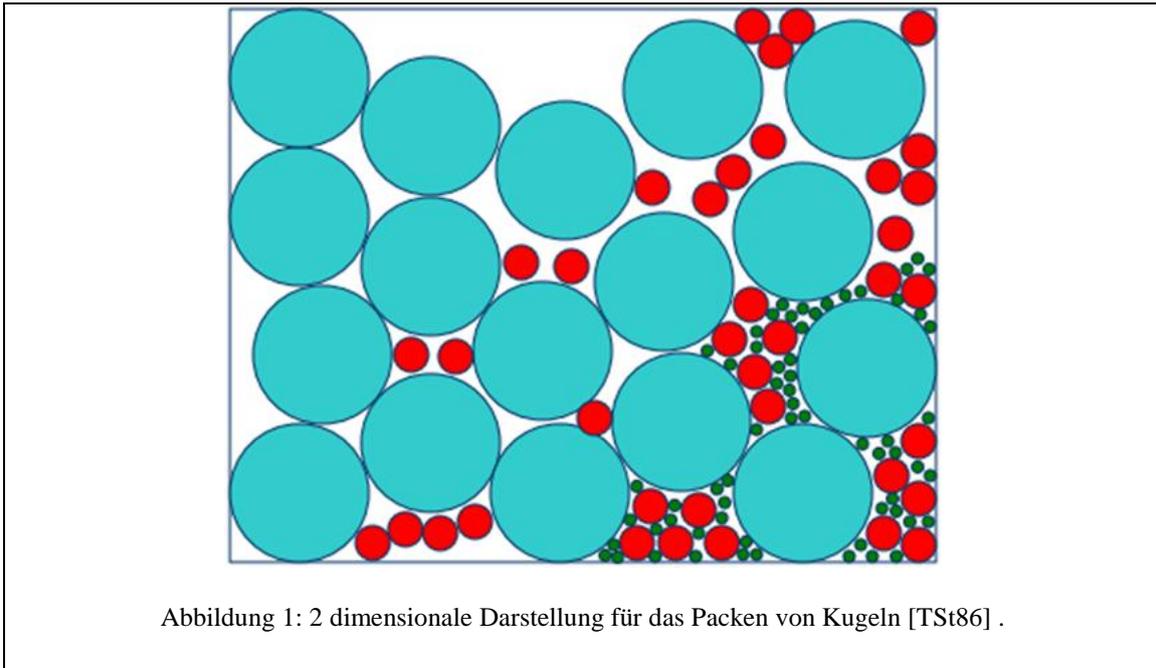
Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: 2 dimensionale Darstellung für das Packen von Kugeln [TSt86]	1
Abbildung 2: Beispiel für ein analytisches Packungsmodell [IrP10]	2
Abbildung 3: Partikelgrößenverteilung und abgeleitetes Histogramm eines Pulvers.	5
Abbildung 4: Summenform und Histogramm mit logarithmischer Achseneinteilung. ...	5
Abbildung 5: Abhängigkeit der Packungsdichte zum Mischungsverhältnis [McG62] ...	7
Abbildung 6: Abgebildet ist die maximale Packungsdichte eines binären Systems zum Größenverhältnis der Partikel [McG62]	8
Abbildung 7: Das von Lee angepasste Diagramm für maximale Packungsdichte zu Größenverhältnis [Lee70] , welches im PowderMixer benutzt wird.	10
Abbildung 8: Lineares Verhalten der Packungsdichte in Lees Modell [Lee70]	11
Abbildung 9: Beispiel für hohe Packungsdichten nach Dinger, positiv wirken die Schiefe der Funktion in Richtung größerer Partikel und die vorhandenen hohen Durchmesserverhältnissen M	15
Abbildung 10: Porengrößen und nutzbare Messverfahren [Dan06]	17
Abbildung 11: Aufbau der inversen Fourier-Optik [DrG07]	19
Abbildung 12: Programmablauf	22
Abbildung 13: Klasse Powder.	23
Abbildung 14: Auflistung der implementierten Klassen, weitere Details sind in der Code-Dokumentation.	24
Abbildung 15: Programmoberfläche für PowderMixer.....	26
Abbildung 16: Mischen von zwei homogenen Fraktionen, die sich nur in $D50$ unterscheiden, $M=77$	34
Abbildung 17: Histogramme für Mischungen aus 2 Pulvern.	35
Abbildung 18: Gemisch aus den Pulvern CT 1200 SG und T60 -45 μ m.....	36
Abbildung 19: Bestimmt Packungsfaktoren für T60 0,2-0,6 mm und T 60 - 45 μ m.	37
Abbildung 20: Histogramme von drei Pulvern zum Beurteilen der Berechnungsverfahren.....	39
Abbildung 21: Ergebnisse für Packungsfaktoren; Dinger (oben) und Lee (unten).	40
Abbildung 22: Verteilungen der Bioglaspulver.....	41
Abbildung 23: Ergebnisse für Bioglas-mischungen; Dinger (oben) und Lee (unten).	42
Abbildung 24: Verteilungen der Tabular Alumina T60 Serie.	43
Abbildung 25: Ergebnisse für T60-Pulver von Almatiss; Dinger (oben) und Lee (unten).	44
Abbildung 26: Vergleich der Ergebnisse. oben linear; unten logarithmisch.....	45
Abbildung 27: Histogramme der Bioglaspulver mit linearer Auftragung.....	46
Abbildung 28: Abweichungen bei kleinen Partikelgrößen verursacht durch zu wenig Stützstellen.	47
Abbildung 29: Approximieren der Verteilungsfunktion. Oben mit zusätzlichen Stützstellen und unten ohne.	48

Abbildung 30: Abhängigkeit von D_v zur minimalen Porosität [JPL01]	51
Abbildung 31: Bestimmen des R - Faktors durch optischen Vergleich.	51
Abbildung 32: DEM-Simulation zum Packen stabförmiger Elementen (A) und deren Ergebnisdaten (B) [Kyr10]	53
Abbildung 33: Packung aus 50000 Partikeln [SRa09]	57

1 Einleitung

Ziel dieser Studienarbeit ist die Erstellung eines Computerprogrammes, das es ermöglicht aus (einer oder) mehreren Partikelgrößenverteilungen und Vorgabe einer angestrebten Packungsdichte, zutreffende Mischungsverhältnisse zu bestimmen. Für die Berechnungen wurden die Algorithmen von Dinger und Lee implementiert, deren Anwendbarkeit aufgezeigt wird.



Die Anwendungsgebiete für das definierte Packen von Körpern sind extrem vielfältig und werden nachfolgend an Beispielen dargestellt.

Im Rohstofftransport und dessen Handel, ist es durchaus wichtig, ob man 5-10% mehr Material in einer Containerladung deponieren kann, oder ob die Bezahlung nach Volumen oder Masse erfolgt. Bei der Herstellung keramischer Bauteile im Maschinenbau und in der Raumfahrt, sind Eigenschaften wie hohe Härte, hohe Festigkeit oder Temperaturbeständigkeit wichtig. Einen Einfluss auf diese Eigenschaften hat bereits die Ausgangsporosität des keramischen Grünkörpers, welche maßgeblich von den Partikelgrößenverteilungen der Pulver abhängt. Für eine Keramik mit hoher Festigkeit wird ein Grünkörper mit möglichst hoher Packungsdichte benötigt. Grund dafür sind eine niedrigere Sinter Temperatur und eine kürzere Sinterzeit, so dass es zu geringem Kornwachstum kommt. Dies hat kleinere Körner zur Folge hat. Eine reduzierte Porosität im Grünkörper bewirkt eine geringere Restporosität nach dem Brandt was sich festigkeitssteigernd auswirkt. [Ric92]

Bei der Herstellung neuartiger Pole für Akkumulatoren und bei der Verwendung als Gas- oder Flüssigkeitsspeicher sind Werkstoffe gefordert, die eine offene Porosität und einen großen Porenanteil besitzen. Bereits die Wahl der Ausgangspulver nimmt starken Einfluss auf diese Werkstoffeigenschaften nach dem Sintern.

Eine große Bedeutung kommt dem Abschätzen der Packungsdichte in der keramischen Industrie zu. Hier sei auf die Erzeugung und das Verarbeiten technischer Keramik als Bauteil oder Folie, sowie die Zement- und Porzellanherstellung verwiesen.

Bei der Herstellung von techn. Keramik sind die resultierenden Stoffeigenschaften und die Verarbeitbarkeit durch den Porenanteil wesentlich festgelegt. Eine hohe Porosität bedeutet auch eine hohe Schwindung für das gesinterte Werkstück, was meist teure Nachbearbeitung erfordert. [Bre98]

Die Porosität beeinflusst ebenfalls Stoffeigenschaften wie die Dielektrizitätszahl [Tom00], die thermische Leitfähigkeit, den thermischen Widerstand oder die spezifische Oberfläche. [WKo04]

In Abbildung 1 und Abbildung 2 sieht man die Modelannahmen für das Kugelmodell.

Beim Einbringen von kleineren in ein Gerüst aus größeren Partikeln gilt, um den Porenanteil zu verringern, werden die Freiräume mit kleineren Kugeln gefüllt. Beim Einbringen von großen Partikeln in ein Gerüst aus kleinen Partikeln gilt, um den Porenanteil zu verringern, werden Gebiete von kleinen Partikeln und deren Poren durch große Partikel ersetzt.

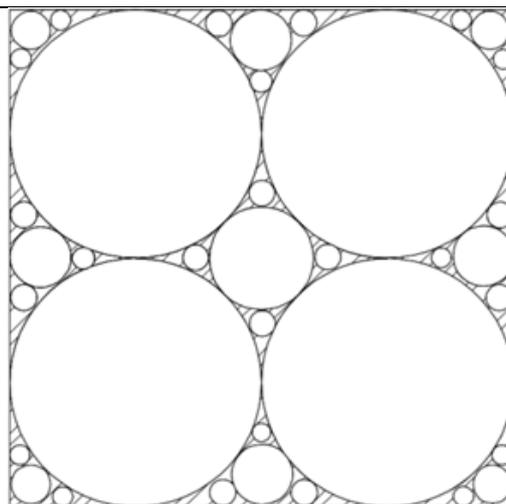


Abbildung 2: Beispiel für ein analytisches Packungsmodell [IrP10].

2 Grundlagen

2.1 Die Packungsdichte von Pulvern

Pulver oder Schüttgut besteht aus einzelnen festen Körpern und üblicherweise luftgefüllten Zwischenräumen. Um Pulver beschreiben zu können, werden Aussagen zu den Volumenanteilen (Feststoff-, Luft-, Schüttvolumen) benötigt, was die Schüttdichte mit der theoretischen Dichte über den Packungsfaktor verbindet. Zusätzlich ist es nötig die Form und die Größenordnungen der Pulverteilchen zu erfassen. Kleine Teilchen neigen zum Agglomerieren und bilden einen großen Porenanteil [Jam94] [WKo04]. Sehr eckige und asphärische Pulver verringern ebenfalls die Packungsdichte deutlich [NPe85].

In der Literatur finden sich folgende bestimmenden Einflussfaktoren auf die Packungsdichte:

- a) das Größenverhältnis der einzelnen Pulverfraktionen [McG62].
Es wird ermittelt welche Teilchengrößen im Pulver vorkommen. Besonders günstig ist ein möglichst großer Bereich, da kleinere Pulverfraktionen die Möglichkeit haben sich in die Poren größerer Fraktionen zu verlagern.
- b) der Anteil der einzelnen Fraktionen [Bur38], [McG62], [Lee70].
Man kann die Packungsdichte steigern, (1) indem man in ein Gerüst aus kleinen Partikeln große einbringt. Der ersetzte Bereich besitzt keine Poren mehr und verringert so die Gesamtporosität und die Packungsdichte wird erhöht. (2) Umgekehrt kann in ein Gerüst aus großen Teilchen in den Poren eine Anzahl kleinerer Teilchen einlagern, was ebenfalls die Packungsdichte steigert.
- c) die Partikelform durch Vergleich mit der Kugelform und das Beurteilen der Ver rundung. [NPe85]
Um mit realen Pulvern hohe Dichten zu erhalten, sollten die Partikel kugelförmig sein und möglichst keine kantigen Ausstülpungen haben. (Kapitel 6.1)
- d) Betrachtung die Wechselwirkungen der Pulverpartikel untereinander. [Din89]
Das Agglomerieren kleiner Pulverfraktionen verringert die Packungsdichte. Hierbei lagern sich die Partikel aneinander und bilden Agglomerate. Dadurch ist die Beweglichkeit der Partikel eingeschränkt und es kann kein optimales Platzieren erfolgen. Da die Agglomerate zusätzlich wenig kugelförmig sind und spitze Formen haben, ist eine hohe Pulverporosität die Folge.
- e) Die Oberflächenrauheit. [ISO 4287] [ISO 12085]
Beim Mischen kommt es zum Umlagern der Partikel, wobei die Zeit bis zum Erreichen einer bestimmten Packungsdichte auch von den Oberflächenrauheiten abhängt. Bei besonders rauen Oberflächen ist das Einlagern in die Porenräume behindert. [Din89]

f) Mischzeit und die Mischmethode.

Um die Teilchenumlagerungen für eine bestimmte Packungsdichte zu erhalten, kann zeitliche lang mit geringer Amplitude oder kürzer mit höherer Amplitude gemischt werden. Als Mischmethoden stehen das trockene Mischen und das nasse Mischen unter Verwendung von Lösungsmittel zur Auswahl.

g) Randeffekte an der Behälterwand.

Dies spielt eine geringe Rolle, solange die Partikeldurchmesser viel kleiner als der Behälterumfang sind.

h) Entmischung an der Pulveroberfläche.

In den oberen Pulverschichten befinden sich bevorzugt größere Partikelteilchen. Bei genügend vielen Schichten im Behälter spielt auch der Effekt eine untergeordnete Rolle.

Die Faktoren (a) und (b) werden durch die Summenkurve und deren Ableitung, der Pulvergrößenverteilung, beschrieben. Im Englischen wird die Summenkurve als „CPFT“ bezeichnet, was für „cumulative percentage finer than“ steht.

Abbildung 3 und Abbildung 4 zeigen die Größenverteilung desselben Pulvers, wie sie im PowderMixer Programm dargestellt wird (siehe auch Kapitel 4.1).

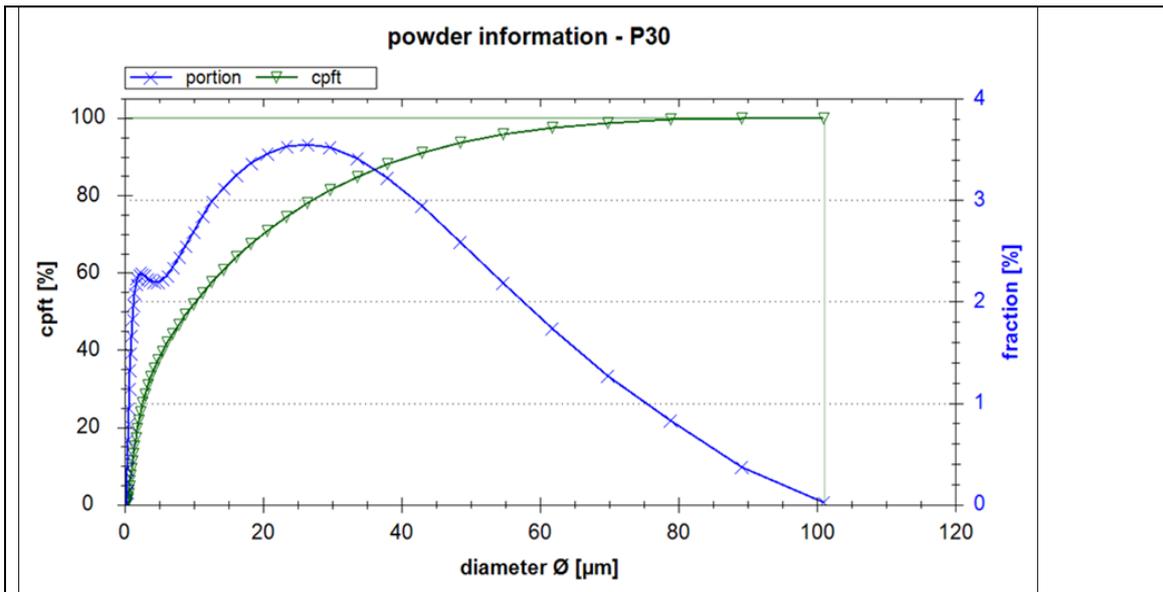


Abbildung 3: Partikelgrößenverteilung und abgeleitetes Histogramm eines Pulvers.

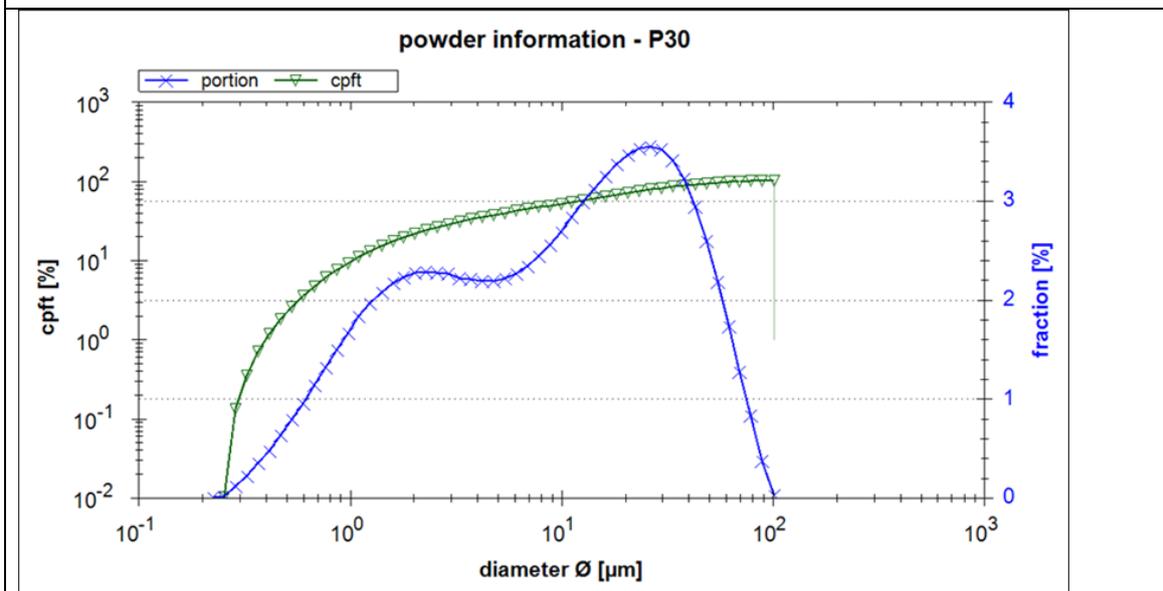


Abbildung 4: Summenform und Histogramm mit logarithmischer Achseneinteilung.

Im Größenbereich kleiner 1..5µm werden andere Faktoren als (a, b, c) dominant, da das Verhältnis von Oberfläche zu Volumen stark steigt, wirken die „Van der Valls – Kräfte“ und begünstigen das Agglomerieren (d) und die Brückenbildung [Jam94] . Dies führt zu einer höheren Porosität bzw. geringeren Packungsdichte als im schwerkraftdominierten Größenbereich.

Die Dichte eines Stoffes ist definiert als $\rho = \frac{m}{V}$, wobei dies die reine Dichte darstellt. Besteht nun das Material auch aus Poren, die sich im Inneren oder an der Außenfläche

befinden, erhält man eine geringere Dichte. Diese wird als Schein- oder Schüttdichte bezeichnet und der eingenommene Raum als Schein-/Schüttvolumen. 100% Packungsdichte erhält man, wenn im Material keine Poren sind, d.h. 100% theoretische Dichte erreicht sind.

$$\text{Packungsdichte/-faktor} \quad Q = PF = \frac{\rho_{\text{Schein}}}{\rho_{\text{Reinstoff}}} = \frac{V_{\text{solid}}}{V_{\text{Schütt}}} \quad (1)$$

$$\text{Schein-/Schüttvolumen} \quad V_a = V_{\text{Schütt}} = 1/Q \quad (2)$$

$$\text{Porenanteil} \quad n = 1 - PF \quad (3)$$

$$\text{Porosität \%} \quad \text{Porosität \%} = n \times 100\% \quad (4)$$

Bsp. Mischmethoden:

Wenn beim Mischen das Pulver ausreichend beschwert wurde, so spricht man vom dichten Packen, andernfalls heißt es loses Packen. Der Einfluss auf die Packungsdichte beträgt 4..15% [JPL01] .

Wird beim Mischen mehr Flüssigkeit zugegeben als für das Füllen der Poren des Pulvers nötig ist, entsteht eine gesättigte Mischung und man spricht vom nassen Mischen, ansonsten vom trocknen Mischen. Die Vorteile beim Nassmischen sind die Handhabbarkeit kleiner Partikelgrößen, da das Agglomerieren unterdrückt wird. [Zou05]

2.2 Algorithmen zur Bestimmung der Packungsdichte

Um das Verhalten analytisch beschreiben zu können, wurden verschiedene Modelle entwickelt. Die wesentlichen Theorien sind aus zwei Herangehensweisen entstanden.

(1) Die Verwendung von einheitlichen Kugeln mit 2 oder mehreren unterschiedlichen Durchmessern. Die Grundlagen für das Binäre Packen wurden von McGeary und Lee erarbeitet. Später kamen Betrachtungen für Multimodale Fraktionen von De Larrad [DeL99] dazu.

(2) Die Verwendung der kumulativen Partikelgrößenverteilung als kontinuierliche Funktion.

Hierbei werden die Summenkurven der Pulver durch bestimmte Kurven angenähert. Fuller, Dinger und Rosin-Rammler lieferten je eine beschreibende Formel. Die Parameter der Formel dienen dann als Beurteilungsgrundlage für das reale Pulver. Aberg liefert einen mathematischen Ansatz, der völlig beliebige Partikelgrößenverteilungen erlaubt. [JPL01] .

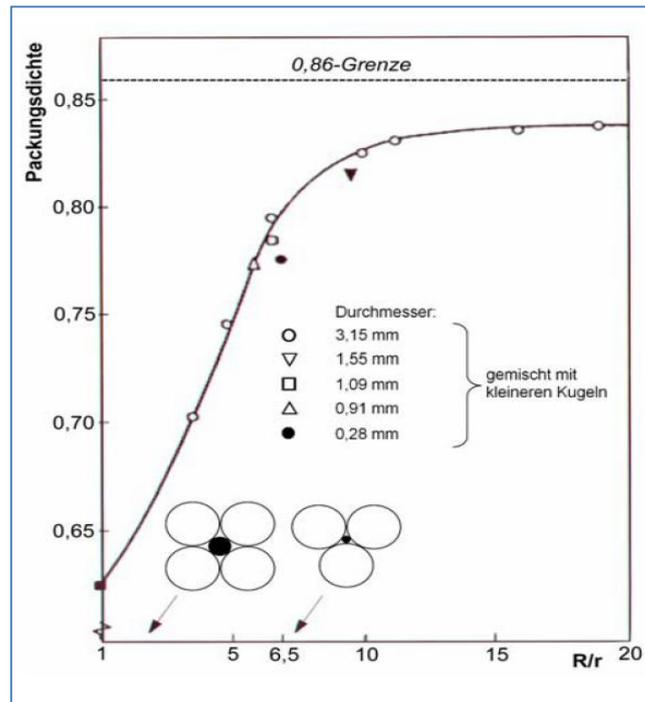


Abbildung 6: Abgebildet ist die maximale Packungsdichte eines binären Systems zum Größenverhältnis der Partikel [McG62] .

2.2.1 McGeary

McGeary [McG62] liefert Untersuchungswerte zur Packungsdichte für Kugeln mit 1 bis 3 unterschiedlichen Durchmessern. Wesentliche Erkenntnisse seiner Arbeit sind, dass bei gleichem Kugeldurchmesser die Packungsdichte materialunabhängig bei ~62,5% theoretischer Dichte liegt. Zusätzlich sollten die Durchmesserhältnisse mindestens 1:7:77 sein, damit die Lücken im gröberen Gefüge von kleineren Kugeln effektiv gefüllt werden können. Binäre Gemische haben ihr Maximum bei 73% Volumenanteil grober Fraktion (Abbildung 5).

Der Grundgedanke zum Erhöhen der Packungsdichte besteht im fraktionellen Auffüllen. In einer groben Kugelpackung werden die Poren durch kleinere Kugeln besetzt (Abbildung 2). Das Raumvolumen wird zuerst mit der größten Komponente gleichmäßig gefüllt was zu einer Packungsdichte von allg. 62,5% führt. Der noch freie Raum $(1-0,625)$ wird nun mit der kleineren Komponente gefüllt und deren Packungsdichte. Wenn das Größenverhältnis der Partikel $M = R/r$ mind. 7, besser 10 beträgt, erhält man die rekursive Formel: [JAE02]

$$Q_{N+1} = Q_N + (1 - Q_N)x \quad (5)$$

Q_N Packungsdichte inkl. der n-ten Fraktion

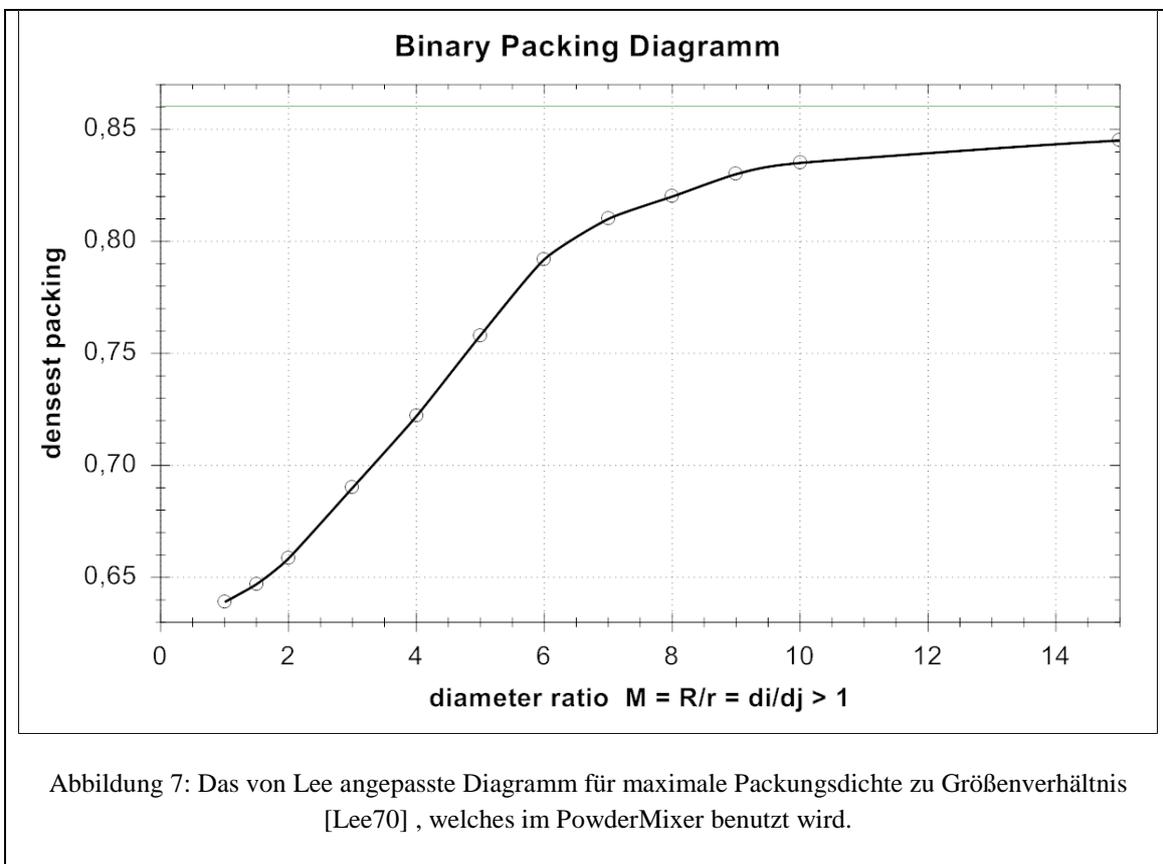
x Volumenanteil der Komponente, bei dichtester Packung (~62,5%)

Die berechneten Packungsdichten sind für maximal 4 Komponenten nutzbar, da hier das Radiusverhältnis M schon $\sim 10^4$ beträgt. Besitzt die kleinste Fraktion einen Durchmesser von $1\mu\text{m}$ muss die größte ca. 10mm vorweisen.

2.2.2 Lee

Aufbauend auf McGearys Arbeit stellt Lee ein Model zur Verfügung mit dem Packungsdichten für n-modale Pulver abgeschätzt werden können. Die Herleitung des Formelsatzes erfolgt in diesem Abschnitt.

Die Grundlage ist ein angepasstes Diagramm von maximal erreichbarer Packungsdichte zu Partikelgrößenverhältnis (Q zu M , Abbildung 7). Die Korrektur bezieht sich darauf, dass bei einem Grobanteil von 0,735 das Maximum erreicht wird, als Folge wurde die Packungsdichte bei einheitlichen Kugeln von 0,625 (nach McGeary) auf 0,639 angehoben.



Die weitere idealisierte Annahme ist, dass das Maximum der binären Packungsdichte immer bei 0,735 Grobanteil auftritt und unabhängig vom Radiusverhältnis ist. So entstehen die Graphen in Abbildung 8, die von geringem Grobanteil kommend linear ansteigen und oberhalb des Maximums wieder linear abfallen.

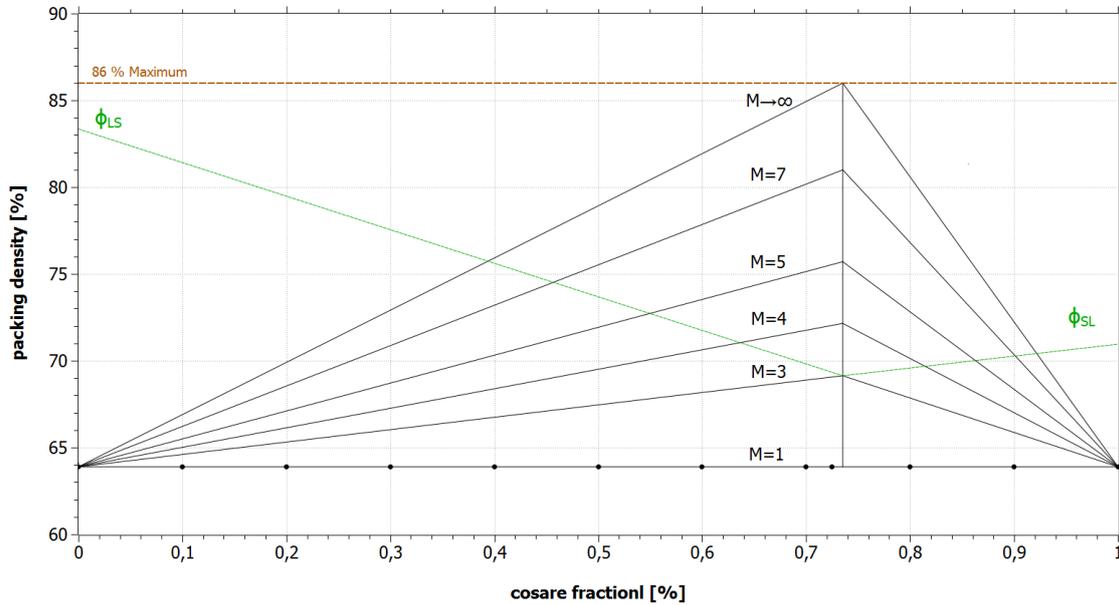


Abbildung 8: Lineares Verhalten der Packungsdichte in Lees Modell [Lee70].

Formelsatz für binäres Pulver

Die in Abbildung 8 dargestellten Graphen sind durch die Formeln (6) bis (9) beschrieben.

$$\Phi_{SL} = 0,639 + (\Phi_{max} - 0,639)/0,735 \quad (6)$$

$$\Phi_{LS} = 0,639 + (\Phi_{max} - 0,693)/0,265 \quad (7)$$

$$(\Phi_P)_S = 0,693 \times X_S + \Phi_{SL} \times X_L \quad (8)$$

$$(\Phi_P)_L = \Phi_{LS} \times X_S + 0,693 \times X_L \quad (9)$$

$$1 = X_S + X_L \quad (10)$$

Φ_{max} steht für die maximale binäre Packungsdichte bei gegebenem Radiusverhältnis und kann aus Abbildung 7 abgelesen werden.

Φ_{SL} und Φ_{LS} beschreiben die binären Koeffizienten der Packungsdichte und sind in Abbildung 8 grün dargestellt. Es sind die Werte für 100 und 0 Vol-% große Partikel. Die 2. Summanden aus Gleichung (6) und (7), $(\Phi_{max} - 0,639)/0,735$ und $(\Phi_{max} - 0,693)/0,265$, beschreiben die Steigungsdreiecke der Graphen.

$(\Phi_P)_S$ und $(\Phi_P)_L$ beschreiben die Geraden im Diagramm, wobei der kleinere Wert die maximale Packungsdichte des Gemisches repräsentiert.

Gleichung (10) stellt die Volumenbeziehung dar. Die Summe aus kleinen Partikelvolumen und großen Partikelvolumen ist das gesamte Feststoffvolumen und somit 1.

Der Ansatz für binäre Pulver lässt sich auf Grund der Modellannahmen auf Pulver mit beliebig vielen Fraktionen erweitern.

Formelsatz für n -modale Pulver

Die Erweiterung des binären Ansatzes über ternäre Systeme führt konsequent zu den Formelsatz für beliebig viele Fraktionen. Die Variablen sind die Volumenanteile X_j und die Packungsdichtekoeffizienten Φ_{ij} , welche die Werte $(\Phi_P)_i$ bilden. Der minimale Wert $(\Phi_P)_i$ stellt die Packungsdichte für die gemischten Fraktionen dar.

Für den Algorithmus werden die Pulverfraktionen nach ihrer Größe geordnet (16), wobei gilt $r_i < r_{i+1}$.

$$(\Phi_P)_i = \sum_{j=1}^n \Phi_{ij} \times X_j \quad (11)$$

$$1 = \sum_{j=1}^n X_j \quad (12)$$

$$\Phi_{ii} = 0,639 \quad (13)$$

$$\Phi_{ij} = 0,639 + (\Phi_{\max D_i/D_j} - 0,693)/0,265 \quad (14)$$

$$\Phi_{ji} = 0,639 + (\Phi_{\max D_i/D_j} - 0,693)/0,735 \quad (15)$$

$$D_i/D_j \geq 1 \text{ bzw. } i \geq j \quad (16)$$

$(\Phi_P)_i$ beschreibt die Packungsdichte, die man erhält, wenn man den i -ten Volumenanteil mit der Summe der Packungsdichtekoeffizienten multipliziert. Die Packungsdichtekoeffizienten Φ_{ij} berechnen sich aus Gleichung (14) und (15) und sind identisch zu Gleichung (7) und (6).

Die Packungsdichte des Pulvers ist folglich der kleinste Wert von $(\Phi_P)_i$.

Das Verfahren beruht auf grundlegenden empirischen Daten (Abbildung 6) und schafft es Packungsdichten für beliebig kombinierte Fraktionen (r_i und X_i) zu berechnen.

2.2.3 Dinger und Funk

Das Verfahren nach Dinger und Funk trifft die Annahme, dass die Formel (17) die Partikelgrößenverteilung beschreibt, um eine maximale Packungsdichte zu erhalten. Die Herleitung ist detailliert im Hauptwerk von Dinger [Jam94] beschrieben und erklärt auch den Zusammenhang mit der Gleichung von Andreasen [Din01].

$$y = \frac{D^n - D_S^n}{D_L^n - D_S^n} \quad (17)$$

y	Passieranteil, cpft
D	Partikeldurchmesser \emptyset
D_S	Kleinster Partikeldurchmesser in der Verteilung
D_L	Größter Partikeldurchmesser in der Verteilung
n	Modulus der Verteilung

Für das dichteste Packen gilt ein n von 0,37, was experimentell bestimmt wurde. Das Pulver wird in Klassen eingeteilt, so dass in einem log-log Diagramm die Klassen gleich groß dargestellt sind. Dies geschieht, indem die Klassengrenzen der Bedingung $\frac{G_n}{G_{n-1}} = g = \text{const.}$ genügen und eine Geometrische Reihe bilden. Üblich ist $g = \sqrt[4]{2}$.

Das bedeutet in einer doppellogarithmischen Darstellung werden Pulver mit einem Histogramm als gut packend bewertet, die eine Steigung nahe 0,37 haben. [Din89]

Formelsatz

Das Pulverhistogramm wird in die geforderten Klassen $g = \sqrt[4]{2}$ aufgeteilt und anschließend wird zu jeder Größenklasse das Scheinvolumen berechnet, siehe auch Gleichung (2). Wichtig ist es bei dem Vorgehen nach Dinger die Klassen nach der Partikelgröße zu ordnen. Im Unterschied zu Dinger werden die Berechnungen von groben zu feinen Partikeln hin ausgeführt.

$$V_{ai} = \sum_{j=1}^{i-1} x_j + a_i \times X_i \quad (18)$$

V_{ai}	Scheinvolumen der i-ten Klasse; $V_{ai} = 1/PF$
X_i	Volumenanteil der i-ten Klasse
a_i	Scheinvolumen in der Klasse für einheitlichen Durchmesser.

$$a_i = \frac{1}{1 - \left(\frac{1}{g}\right)^{0,37}} = 16,102 \text{ bei } g = \sqrt[4]{2}$$

Aus den zu jeder Klasse berechnete V_{ai} wird das Maximum V_a bestimmt. Die Klasse mit dem höchsten Scheinvolumen bestimmt die erreichbare Packungsdichte. Mit Gleichung (19) ist das Minimum an erwarteter Porosität berechenbar und damit auch der Packungsfaktor (20).

Für eine hohe Packungsdichte müssen alle V_{ai} nahe 1 sein (19). V_{ai} an der Stelle $i = n$ besteht aus der Summe aller „gröberen“ V_{ai} bis $i = n - 1$ plus $V_{an} * a_i$.

Gleichung (18) hat als Konsequenz, für hohe Packungsfaktoren sollte die Pulverteilung möglichst geringe gleiche Anteile in den Klassen haben, wobei zu kleineren Klassen hin der Anteil minimal steigt. Folglich sind viele Klassen und somit unterschiedliche Partikelgrößen nötig, um einen hohen Packungsfaktor zu berechnen.

$$n_{min} = 40\% \times \left(1 - \frac{1}{V_a}\right) \quad (19)$$

$$PF = Q = 1 - n_{min} \quad (20)$$

V_a Maximum aus V_{ai} ; größtes Scheinvolumen

n_{min} Erwartete Porosität

PF, Q Packungsfaktor; Q=Packungsdichte/100%

Die Klasse mit dem maximalen Scheinvolumen limitiert das Packen am meisten. Um die Packungsdichte zu steigern, muss diese Klasse volumenanteilig reduziert werden, oder alternativ, kann man das Pulver um kleinere oder größere Partikelklassen erweitert werden.

In Buch von Funk und Dinger [Din01] wird betont, dass es für hohe Dichten nötig ist, möglichst viele Klassen zu haben, so dass die Pulververteilung einen breiten Größenbereich abdeckt. Das Durchmesserverhältnis D_L/D_S sollte > 100 sein.

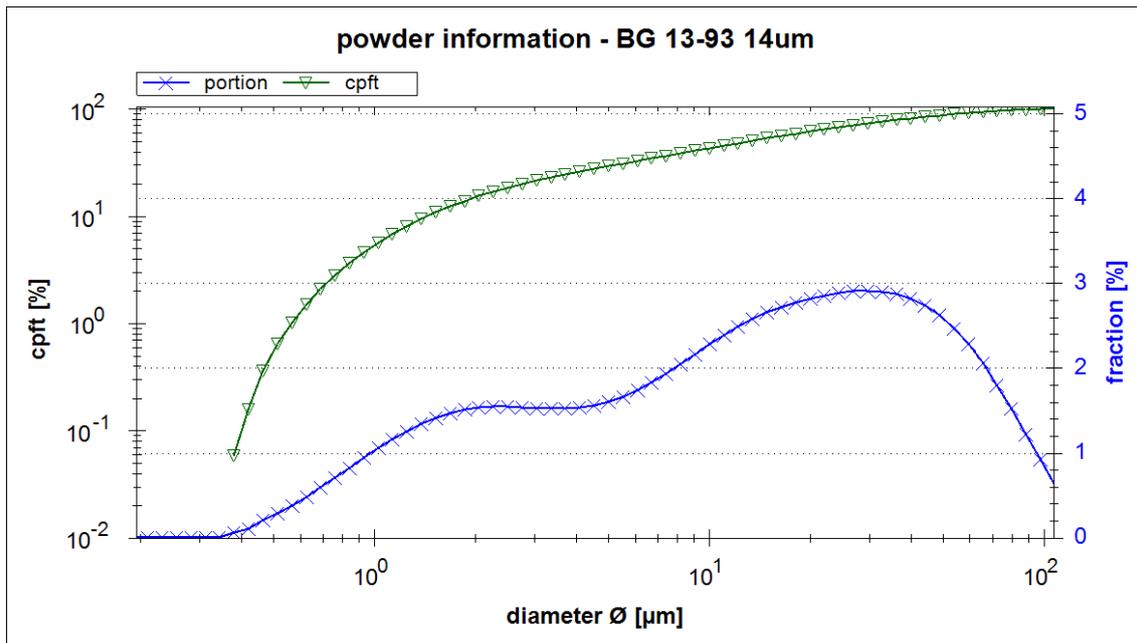


Abbildung 9: Beispiel für hohe Packungsdichten nach Dinger, positiv wirken die Schiefe der Funktion in Richtung größerer Partikel und die vorhandenen hohen Durchmesserhältnissen M .

Bei dem Bestimmen der Packungsdichten nach Dinger wird eine Steigung im Histogramm nahe 0,37 positiv bewertet.

2.3 Messverfahren für reale Pulver

Für das Charakterisieren der Pulver und zum Vergleich mit den Packungsdichtealgorithmen ist ein Messen der realen Pulverporosität nötig. Nachfolgend werden Messverfahren für die Porosität aufgeführt.

2.3.1 Verfahren zur Bestimmung der Porosität

Pyknometermessung mit Flüssigkeit: [Din01]

Das Pyknometer stellt ein exakt bestimmtes Volumen dar. Um nun die Dichte eines Pulvers zu bestimmen gilt es folgende Massen zu bestimmen.

m_{leer}	Masse leeres Pyknometer u. Verschluss
m_{Fl}	Masse Pyknometer u. Verschluss gefüllt mit Wasser
m_{Pu}	Masse Pyknometer u. Verschluss gefüllt mit Pulver
m_{FlPu}	Masse Pyknometer u. Verschluss gefüllt mit Pulver u. Wasser

Vor der Messung ist die exakte Dichte der Flüssigkeit ρ_{Fl} zu bestimmen. Alternativ kann mit Hilfe der Temperatur die Dichte der Flüssigkeit berechnet werden.

Es ergibt sich die Formel zur Bestimmung der reinen Stoffdichte.

$$\rho_{rein} = \frac{\text{Masse_Pulver}}{\text{Volumen_Pulver}} = \frac{m_{Pu} - m_{leer}}{\left[\frac{(m_{Pu} - m_{leer}) - (m_{FlPu} - m_{Pu})}{\rho_{Fl}} \right]} \quad (21)$$

Die Packungsdichte errechnet sich aus $PF = \rho_{Schüttung} / \rho_{Rein}$.

Pyknometermessung mit Gas:

Bei der Gas-Pyknometrie wird in ein definiertes Volumen mit Gas (meist Helium) gefüllt bis ein Druck p_1 aufgebaut ist. Das zweite Volumen V_2 , wo sich das Pulver befindet und ein niedrigerer Druck p_2 herrscht, wird dann mit dem ersten Volumen vermischt. Aus der Druckdifferenz Δp kann auf das Probenvolumen geschlossen werden. [Lab11]

$$V_{Pulver} = V_1 + V_2 \times \frac{p_2}{\Delta p} \quad (22)$$

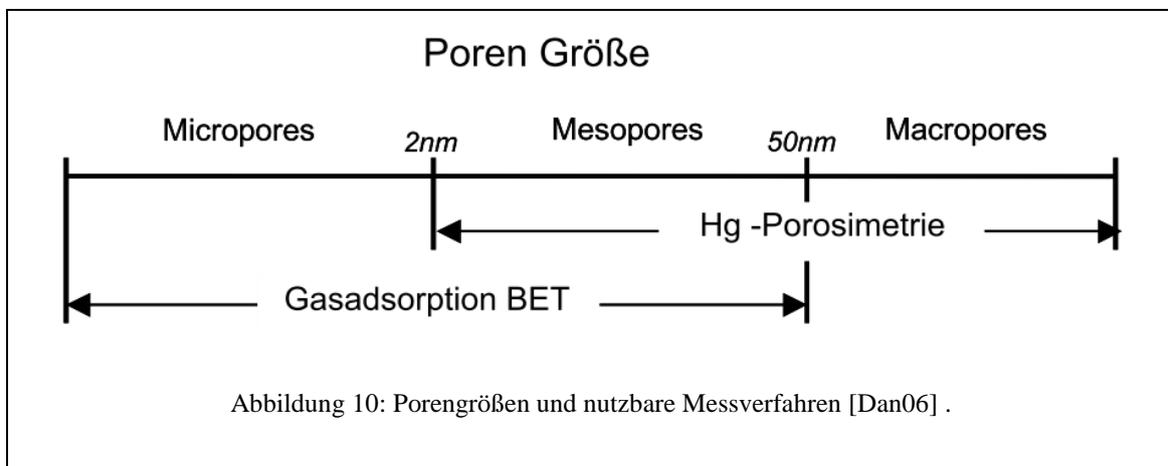
Quecksilber- porosimetrie:

Flüssiges Quecksilber wird in die Poren eines Materials gedrückt. Zuerst werden die großen und dann die kleineren Poren bei steigendem Druck gefüllt. Beschrieben wird die Abhängigkeit von Druck und Porengröße durch die Washburn-Gleichung [Was21]. Aus den Intrusions- und Extrusionskurven erfolgt die Berechnung der Porengrößenverteilung. [WKo04]

$$p = -2\gamma \times \frac{\cos \theta}{r} \quad (23)$$

- p Fülldruck
- γ Oberflächenspannung
- θ Kontaktwinkel
- r Porenradius

Abbildung 10 gibt einen Anhaltspunkt, wann welches Messverfahren anwendbar ist.



BET:

Das Verfahren wird in *DIN ISO 9277 Bestimmung der spezifischen Oberfläche von Feststoffen durch Gasadsorption nach dem BET-Verfahren* beschrieben. Bei dieser Messmethode wird eine einlagige Schicht aus Atomen auf die Oberfläche adsorbiert. Die Gasmenge wird dann bei der Desorption ermittelt. Die benetzte Fläche A_{pulver} beträgt: [Gre67]

$$A_{Pulver} = n_{Mono} \times A_{Mono} \times N_A \quad (24)$$

$$S_0 = \frac{A_{Pulver}}{m} \quad (24)$$

n_{Mono}	Adsorbierte Gasmenge
A_{Mono}	Fläche für 1 Gasmolekül
N_A	Avogadro-Konstante
m	Pulvermasse

Aus der Adsorptions-Desorptions-Isotherme kann die spezifische Pulveroberfläche abgeleitet werden. Das Messen ist auf bestimmte Druck- und Temperaturbereiche beschränkt, in denen die Menge an freiwerdendem Gas proportional zur Oberfläche ist.

Somit dient BET nicht zur Bestimmung der Packungsdicht, aber erlaubt eine grobe Pulvercharakterisierung durch folgende Formel (25), die den Zusammenhang von Primärteilchengröße und spezifischer Oberfläche beschreibt. [Wko04]

$$d_{50} = \frac{6}{\rho \times S_0} \quad (25)$$

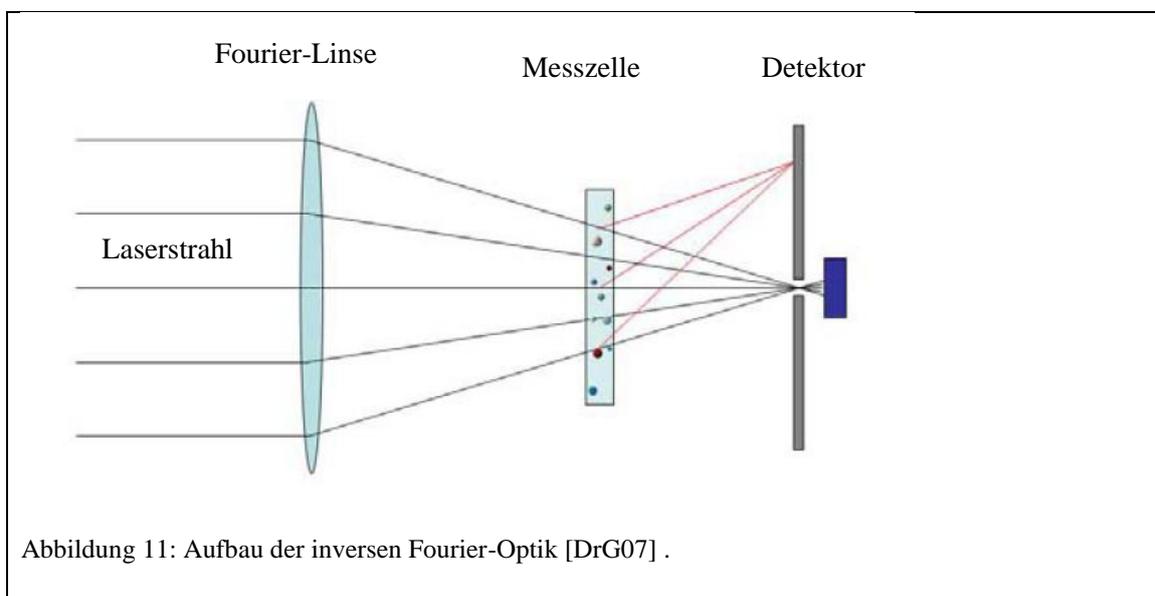
d_{50}	Mittlere Partikelgröße, Durchmesser für 50% Passieren
ρ	Dichte
S_0	Spezifische Oberfläche

2.3.2 Verfahren zum Messen der Partikelgrößenverteilung

Das **Sieben** ermöglicht es trockene Pulver mit einem Durchmesser $> 60\mu\text{m}$ in Größenklassen aufzuteilen [Din89]. Beim Nasssieben sind auch Partikel bis $>20\mu\text{m}$ trennbar. Wichtig für eine gute Darstellung der Größenverteilung sind eine ausreichende Anzahl an Sieblochgrößen und das 100% des Pulvers den ersten größten Sieb passieren. Die kleinste Fraktion kann mit anderen Verfahren im Anschluss weiter untersucht werden. Die Siebanalyse wird durch verschiedene Einflussgrößen bestimmt, dazu gehören der Körnungsbereich, das Grenzkorn, der Wassergehalt, die Kornform und die Kornfestigkeit [Zou05].

Das **Sedimentieren** ist bei Partikelgrößen von $\sim 100\mu\text{m}$ bis ca. $1\mu\text{m}$ sinnvoll anwendbar. Das Sedimentationsverfahren nach Atterberg liefert die Größenverteilung des Pulvers. [Kru63]

Die Größenbestimmung mit der **Laserbeugung** ermöglicht auch Messwerte im Bereich von $\sim 0,05\mu\text{m}$. In einer Messzelle befindet sich das sehr fein verteilte Pulver und wird von einem Laserstrahl durchleuchtet (Abbildung 11). Die auf den Detektor empfangenen Ringmuster und deren Intensität lassen auf die Größenverteilung schließen. Der Effekt ist als FRAUNHOFERsche Beugung bekannt. Annahmen sind kugelförmige Teilchen und ein bekannter Brechungsindex für das Material. [DrG07]



Die in der Studienarbeit verwendeten Messwerte stammen vom Messsystem Malvern Mastersize.

3 Programmwurf und -umsetzung

Die Grundlegende Idee des Programmes ist es für eine beliebige Anzahl von Pulvern (CPFT-Kurven) die Mischungen zu bestimmen, welche einer gewählten Packungsdichte nahe sind. Die Partikelgrößenverteilungs- bzw. CPFT-Kurven werden je nach Mischverhältnis der Pulver summiert und anschließend der Berechnung zugeführt.



Die zwei Hauptaufgaben des Programmes sind die Berechnung der Packungsdichten und das Generieren aller möglichen Pulverkombinationen. Dies ermöglicht dann den Umkehrschluss von einer Zielpackungsdichte zu ausgewählten Pulvermischungen.

3.1 Anforderungen an das Programm

Während der Softwareentwicklung und vor dem Implementieren wurden die Lasten und Pflichten für das Programm festgelegt.

Einträge des Lastenheftes:

- Umsetzen des Lee- und Dingeralgorithmus.
Beide Algorithmen dienen als Grundlage für die Packungsdichteberechnung und ermöglichen den Vergleich zueinander.
- Einlesen und verarbeiten der Eingabedaten des verwendeten Messsystems Malvern Mastersize.
Die Pulverdaten werden über eine Textdatei eingelesen. Diese ist Zeilenweise aus den Werten für Partikelgröße und Summendurchgangswert aufgebaut. (Anhang 8.3)
- Visuelles Darstellen der einzelnen Pulver (CPFT, Histogramm).
Um einen objektiven Eindruck der Pulver und deren Kombinationen zu erhalten, ist es nötig die Pulverdaten in Diagrammen darzustellen. Besonders geeignet ist die Darstellungen der Histogramme mit logarithmischer Achseinteilung.

- Export der Ergebnisse als Datendatei.
Um die Ergebnisse archivierbar bzw. verarbeitbar zu machen und den Batchbetrieb (ohne grafische Oberfläche) zu ermöglichen, ist es nötig eine Ausgabe zu definieren. Hierbei wird auf einfache Bedienung geachtet.
- Multithreading.
Für aktuelle PC-Hardware mit Multicore CPUs, bietet sich die Nutzung von mehreren Rechenkernen an. Der Lee-Algorithmus eignet sich sehr gut zum Parallelisieren, da jede Pulvermischung unabhängig von der anderen berechnet wird und die Berechnung aufwendig ist.
- Akzeptable Rechenzeiten auch bei vielen (>500) Stützstellen.
Hier wurde sich der Multithreading-Technik bedient und zusätzlich 2 Verfahren zur Stützstellenverteilung umgesetzt.
- Einstellbare Mindest- und Maximalanteile für Pulver
Für Pulver, die nur in bestimmten Vol-% Grenzen in der Mischung sein sollen, können die Grenzen eingestellt werden. Dies wirkt sich günstig auf die Rechenzeit aus, da weniger Kombinationen möglich sind.
- Eine gute Näherung für die Werte aus „Maximale Binäre Packungsdichte zu Radiusverhältnis“ -kurve von Lee (Abbildung 7).
Die Kurve ist nur durch wenige stützstellen definiert, jedoch liegen diese für kleine X (<20) Werte gehäuft vor. Zusätzlich wird ein Wertebereich von $1 < x < 10000$ beschrieben. Ein sinnvolles Näherungsverfahren stellen Splines dar, da Sie die urspr. Kurve in allen Bereichen sehr gut abbilden.
- Steuern des Programmes per Kommandozeile, via Batchdatei und grafischer Oberfläche.
Dem Benutzer steht es frei wie er das Programm bedienen will. Für größere oder viele Berechnungen bietet sich die Batchsteuerung an. Bei wenigen Berechnungen ist das Nutzen der grafischen Oberfläche von Vorteil, da man die Pulververteilungen im Diagramm nachbauen und ansehen kann.

3.2 Voraussetzungen

Als Laufzeitsystem setzt das Programm PowderMixer .Net Framework v4.0 voraus. An Betriebssystemen kann Windows XP, Vista, 7 genutzt werden.

Zum Entwickeln und Anpassen des Quellcodes wird MS Visual Studio 2010 eingesetzt.

3.3 Flussdiagramm PowderMixer

Die Programmstruktur kann nach dem EVA-Prinzip erfolgen. In der Informatik steht dies für Eingabe → Verarbeitung → Ausgabe. Abbildung 12 zeigt Blöcke und deren Zuordnung.

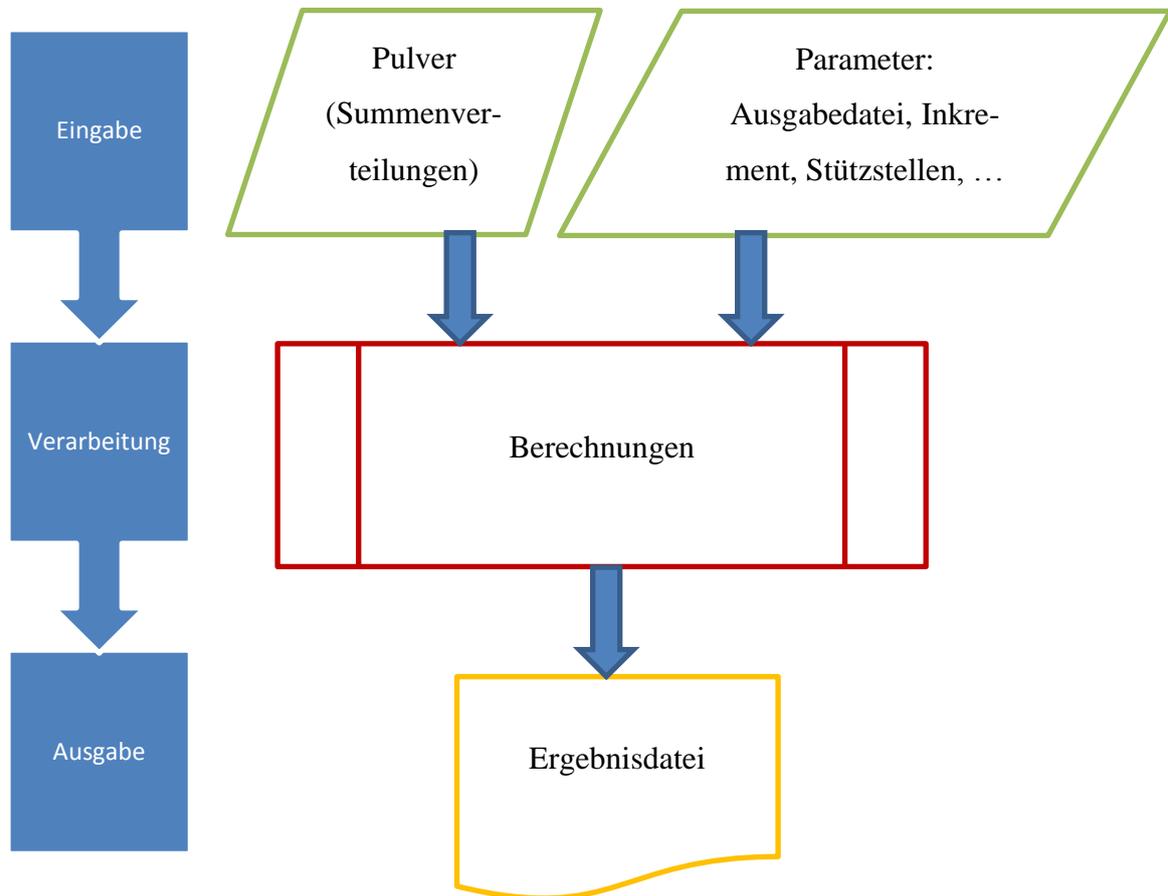


Abbildung 12: Programmablauf

3.4 Entwurf der Klassen – UML-Modell

Die Anwendung PowderMixer ist aus verschiedenen Klassen aufgebaut, die einzelne Funktionseinheiten abbilden. Die Klasse Powder beinhaltet alle Eigenschaften eines Pulvers (Name, CPFT, Histogramm, ...) und besitzt zugehörige Konstruktoren und Funktionen. Die Modellierung in UML ist in Abbildung 13 zu sehen.

Das Programm besteht aktuell aus über 5000 Zeilen Code. Eine gute Dokumentation (3.6) und sinnvolle Objektklassen ermöglichen unkomplizierte Erweiterungen am Quellcode.

Abbildung 13: Klasse Powder.

Übersicht implementierter Klassen

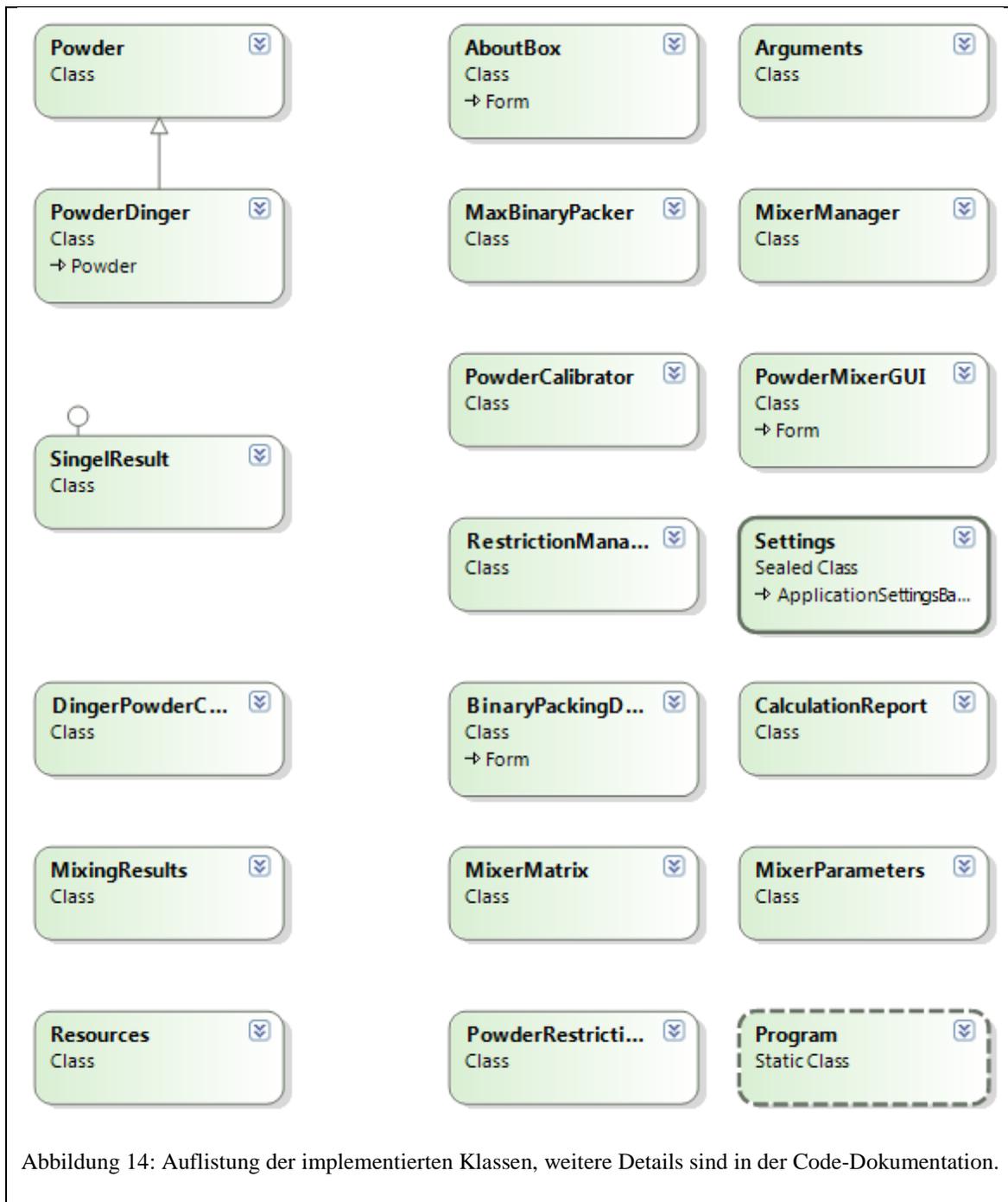


Abbildung 14: Auflistung der implementierten Klassen, weitere Details sind in der Code-Dokumentation.

Jede der abgebildeten Klassen bildet eine Einheit aus Daten und Funktionen. Das Aufteilen in Klassen erhöht die Wiederverwendbarkeit des Codes und bietet dem Entwickler Sicherheit beim Programmieren.

3.5 Genutzte Bibliotheken und Programme

Für den PowderMixer wurden überwiegend die vom .Net-Framework gebotenen Klassen benutzt. Zusätzlich sind 2 Opensource-Bibliotheken ins Projekt eingebunden und für die Dokumentationserstellung wird das Programm Doxygen genutzt.

	ALGLIB	ZedGraph	Doxygen
Art	Dll - library	Dll - library	Exe - executable
Zweck	Mathematik Splinearten, Interpolation	Diagramme darstellen und aktualisieren	Dokumentation erstellen
Lizenz	GPL 2+	LGPL	GNU
Informationen	[ALG10]	[Zed10]	[Dim11]

3.6 Dokumentation des Quellcodes

Die [XML-Tags](#) von Visual Studio wurden zum direkten Beschreiben der Klassen verwendet, wobei zur anschließenden Erstellung der HTML-basierenden Dokumentation Doxygen [Dim11] verwendet wurde.

(Die so generierten Unterlagen sind auf dem Datenträger zur Studienarbeit gespeichert.)

```

/// <summary>
/// finds the SingleResults in an ArrayList, that fit target density best
/// </summary>
/// <param name="_targetdesity"></param>
/// <returns></returns>
public ArrayList findBestValues(double _targetdesity) {
    ...
}

```

4 Ergebnisse

4.1 Programmoberfläche und Programmablauf

Im Laufe der Programmentwicklung, wurde die Oberfläche anforderungsgerecht umgesetzt. Die finale Aufteilung der Bereiche ist in Abbildung 15 zu sehen. Sie besteht windowstypisch aus mehreren Panels, einem Menü und einer Statusleiste, welche auch die Startknöpfe für die Berechnungen enthält.

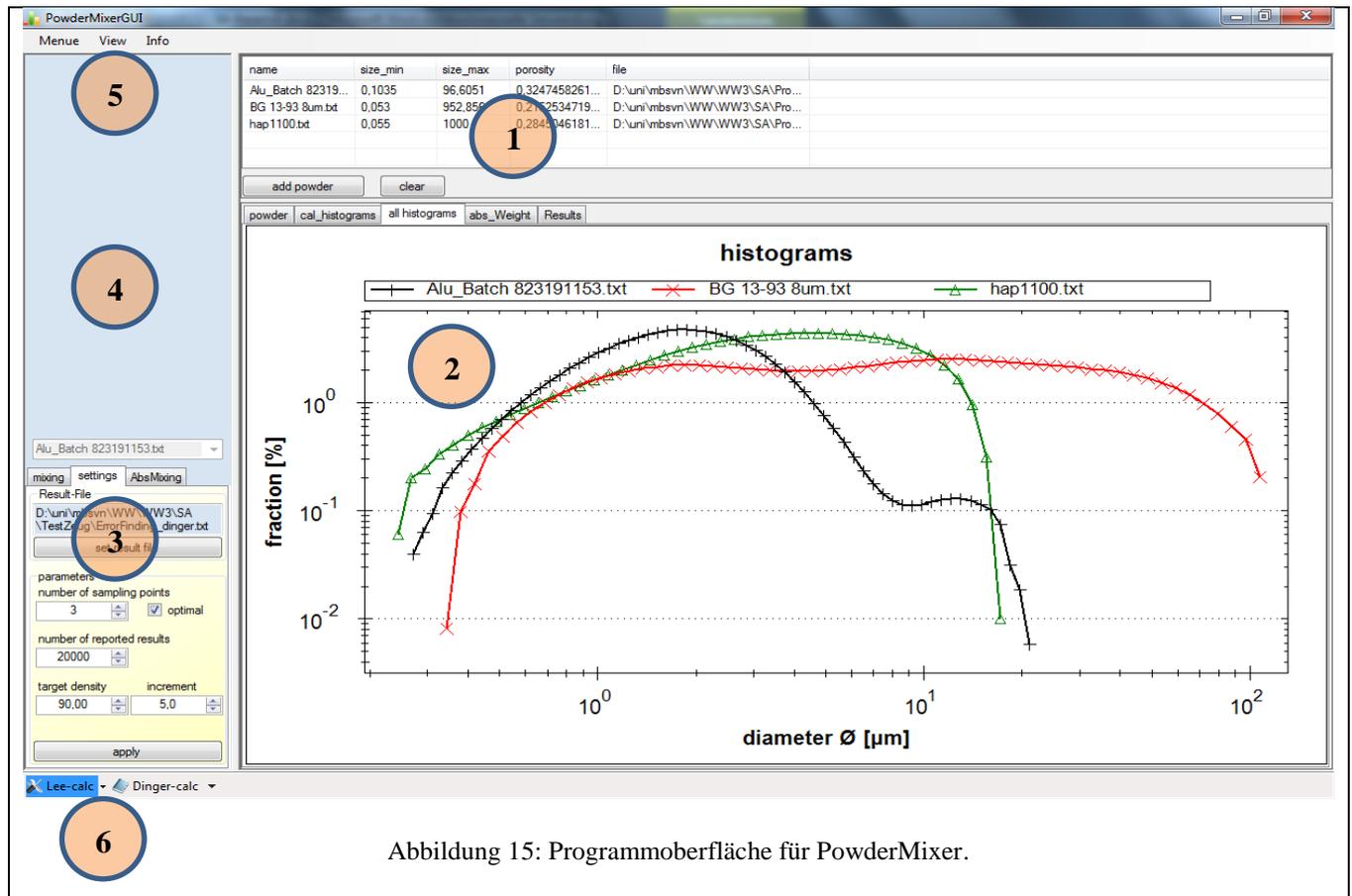


Abbildung 15: Programmoberfläche für PowderMixer.

	Beschreibung des Bereiches in der Programmoberfläche
1	Liste der zu mischenden Pulver mit Pulverdaten
2	Visualisierungsbereich Histogramme, Summenkurven
3	Parametereingabe für Pulver, Berechnung und Ausgabe
4	Informationsbereich
5	Menü
6	Berechnungsalgorithmus ausführen

Programmablauf

Die Bedienung der grafischen Oberfläche folgt den logischen Schritten das/die Pulver auswählen, Einstellungen vornehmen und die Berechnungen starten.

Im Bereich (1) aus Abbildung 15 fügt man die zu mischenden Pulver ein. Dies geschieht mit den Schalter „add powder“. Man erhält in der Liste direkt Informationen zum Pulver Pulvername, kleinste und größte gemessene Partikelgröße, Porosität bestimmt nach Lee und den vollständigen Dateinamen.

Im Bereich (2) kann man sich die Pulvergraphen, Passiersummen-/CPFT-Kurven und Histogramme, einzeln oder zusammen betrachten. Im Menü (5) kann zur besseren Differenzierung im Gebiet kleiner Partikelgrößen auf logarithmische Achseinteilung gestellt werden.

Die Einstellungen geschehen über die Reiter im Bereich (3). Im ersten Reiter „mixing“ kann die Porosität des selektierten Pulvers geändert werden. Es gibt die Optionen zur Porositätsberechnung nach Lee und Dinger, oder einen eigenen Wert einzutragen. Als weitere Einstellungen können Maximum- und Minimumanteile für Pulver vorgegeben werden. Der Reiter „settings“ erlaubt das Festlegen der Ausgabedatei, der Ergebnisszahl, der Zielpackungsdichte, der benutzten Schrittweite zum Mischen, sowie die gewünschte Näherungsmethode (Kapitel 5.1) für die Pulvergraphen.

Mit den vorgenommenen Einstellungen erfolgt die Berechnung über den Schalter „Lee-calc“ oder „Dinger-calc“ in der Statusleiste. Während der Berechnungen mit dem Lee-Algorithmus erscheinen im Bereich (4) Fortschrittsinformationen, die auch in der Statusleiste visualisiert werden. Gleichzeitig ist es möglich das Programm weiter zu nutzen, da die Berechnungen „im Hintergrund“ ablaufen.

Die berechneten Packungsdichten und zugehörige Pulverkombinationen werden nach der Berechnung in die ausgewählte Ergebnisdatei geschrieben. Die Dateien können in gängige Programme wie OpenOffice Calc oder Microsoft Excel importiert werden, um Grafiken zu erstellen oder weitere Auswertungen vor zu nehmen.

Zusätzliche Einstellungen

Wenn im Bereich (2) der Reiter „AbsMixing“ gewählt wird, kann dem selektierten Pulver eine Gewichtung gegeben werden. Gewichtungen sind von 0 bis 100 möglich und

erlauben das Konstruieren eines zusammengesetzten Histogramms. Das Histogramm lässt sich über „export powder“ speichern, so dass es als normale Pulverdatei zu Verfügung steht. Im gleichen Reiter kann man die Porosität nach Lee oder Dinger berechnen. Mit dieser Funktionalität wurde Abbildung 26 erstellt. Diese stellt die dichtest packenden Pulververteilungen nach Dinger und Lee gegenüber.

Programmablauf als Batchprozess:

Der Batchprozess ermöglicht es Programme zu starten und auszuführen, ohne dass ständig Benutzereingaben nötig sind. Das Programm PowderMixer ist per Kommandozeile steuerbar und damit für Batchprozesse geeignet. Es ist möglich viele oder zeitintensive Berechnungen ohne Benutzerinteraktion auszuführen. Eine Auflistung der Parameter und Beispiele sind in Tabelle 1 aufgeführt.

Parameter	Bedeutung	Beispiel
/q	Stiller Modus, keine Oberfläche	
/dinger	(optional) Berechnungsmethode	
/lee	(Standard) Berechnungsmethode	
/range	Ergebnisanzahl	"40"
/ResultsFile	Ergebnisdatei	"c:\info\res.txt"
/sp	Anzahl der Stützstellen	"500"
/t oder /target	Zieldichte für das Pulvergemisch	"0.95"
/powders	Liste der Pulverdateien	"c:\p1.txt;c:\p2.txt "
/porosities	Porosität für Pulver, sonst Leeverfahren	"0.36;0.28"
/r	(optional) Einschränkungen für die Pulver	"40"
/pi	Inkrement zum Bilden er Mischungen 0..100	"2"

Tabelle 1: Kommandozeilenparameter

Beispiel zur Nutzung des Programms über Batchdatei.

Ziel der Batchdatei ist es Daten zu generieren um festzustellen, welchen Einfluss die Schrittweite (PowderIncrement) des Pulvermischens auf die berechneten Packungsdichten hat. Sowohl für das Lee- als auch für das Dinger-Verfahren sollten Ergebnisdateien erzeugt werden.

```
@Echo off
```

```
set powderdir="D:\Testreihe_01"
```

```

set ResultDir=D:\Ergebnisse\MixAll
set PowderList="TCP.txt;Lot5978.txt;Lot22487.txt;Lot7644.txt;Batch1153.txt"

mkdir %ResultDir%
cd %powderdir%
set mode=lee
set pi=20
set target=90
set range=44000
set exe=D:\ PowderMixer\PowderMixer.exe

%exe% /powders=%PowderList% /q /sp="3" /pi="%pi%" /target="%target%"
/range="%range%" /ResultFile="%ResultDir%\_%mode%_%target%_%pi%.txt" /%mode%
set mode=dinger
%exe% /powders=%PowderList% /q /sp="3" /pi="%pi%" /target="%target%"
/range="%range%" /ResultFile="%ResultDir%\_%mode%_%target%_%pi%.txt" /%mode%

set mode=lee
set pi=10
%exe% /powders=%PowderList% /q /sp="3" /pi="%pi%" /target="%target%"
/range="%range%" /ResultFile="%ResultDir%\_%mode%_%target%_%pi%.txt" /%mode%
set mode=dinger
%exe% /powders=%PowderList% /q /sp="3" /pi="%pi%" /target="%target%"
/range="%range%" /ResultFile="%ResultDir%\_%mode%_%target%_%pi%.txt" /%mode%

exit

```

In Tabelle 2 sieht man die zeitliche Abfolge der per Batchdatei gesteuerten Berechnungen.

	Lee	Dinger
Inkrement = 20	a	b
Inkrement = 10	c	d

Tabelle 2: Zeitliche Reihenfolge a, b, c, d der Ergebnisdateien.

4.2 Besondere Programmteile

Zum Bestimmen der maximalen binären Packungsdichte in Abhängigkeit des Durchmesser-Verhältnisses (PF-Durchmesser-Verhältnis-Kurve von Lee Abbildung 7) wurden die Stützstellen für einen Spline genutzt. Der Akimaspline [ALG10] erfüllt die Anforderungen, dass die Y-Werte monoton steigen und die Funktion besonders bei kleinen X-Werten gut genähert ist. Andere Splinearten, außer linear, neigen zum Schwingen und sind deshalb nicht sinnvoll. Das Nutzen von anderen **Näherungsfunktionen** (Boltzmann, Polynome höheren grades, usw.) beinhaltet in dem Fall das Problem, dass überwiegend der Teil zwischen 10^2 bis 10^4 sehr gut abgebildet wird, wobei der wichtige-

re Bereich zwischen 1 bis ca. 20 nur sehr ungenau dargestellt wird. Das Resultat mit verwendetem Akimaspline sieht man in Abbildung 7.

Das **Inkrement** für das Bilden der Pulvermischungen ist variable implementiert (Vorgabe 1%), empfohlen 0.5 - 1 - 2 - 4 - 5 - 10. Es sollte Teiler ohne Rest von 100 und von allen Pulverrestriktionen sein. Der Algorithmus zum Durchlaufen aller Pulverkombinationen ist sehr zeitintensiv und erfolgt sequenziell. Die Summe aller Variationen steigt sehr schnell, bei einem Inkrement von 1% bedeuten:

2 Pulver 101^2 Möglichkeiten mit 104 gültigen Werten, die 100% ergeben

3 Pulver 101^3 Testkombinationen mit 5151 gültigen Werten

und für das Inkrement 2% :

4 Pulver $\sim 51^4$ Testkombinationen mit 23426 gültigen Werten

Für den aufwendigen Algorithmus von Lee wurde Multithreading genutzt, wobei der Nutzen vorzugsweise bei Pulvern mit vielen Stützstellen zum Tragen kommt.

Das Programm trennt zwischen **Model-View-Control**, so dass jede der Schichten austauschbar ist. Dies ermöglicht es ein neues Model ohne großen Aufwand in die Oberfläche und die Controls zu integrieren. Neben Dinger und Lee kann man so auch die Algorithmen von Peronius and Sweeting oder De Larrads einbeinden.

4.3 Programmausgabe

Das Resultat eines Rechengangs sind die über Packungsdichte sortierten Datensätze, welche die prozentuale Pulverzusammensetzung und die erwartete Packungsdichte enthalten.

Beispiel einer Ergebnisdatei

```

TargetDensity:    90,000
number of results: 25000
01 D:\Testreihe \TCP.txt 02 D:\Testreihe_ \Lot 0825192978.txt
th. density - fraction %          volume fraction %
PF: 0,681    [X_i] 100 0    [V_i] 131,86    0,00
PF: 0,683    [X_i] 99 1    [V_i] 130,54    1,25
PF: 0,685    [X_i] 98 2    [V_i] 129,23    2,49
PF: 0,687    [X_i] 97 3    [V_i] 127,91    3,74
...

```

Da die Berechnungen mit den Häufigkeitswerten X_i erfolgen, muss noch die Porosität der Ausgangspulver berücksichtigt werden, um auf einfach abmessbare Volumenverhältnisse V_i der Pulver zu gelangen. Formel (26) beschreibt die Berechnung der Volumenanteile

$$Volumenanteil_z = Prozentanteil_z * (Porositäten_z + 1) \quad (26)$$

5 Diskussion

5.1 Vergleich der Verfahren von Dinger und Lee

5.1.1 Vergleiche mit einem Pulver

Um die beiden Algorithmen nach Dinger und Lee zu vergleichen, wurden Untersuchungen an einzelnen Pulvern vorgenommen. Hierzu wurden Pulver der Serie *Tabular Alumina T60 von ALMATIS* und 3 Proben *Bioglas BG 13-93* mit verschiedenen D50 Werten untersucht. Vom Hersteller Chemische Fabrik Budenheim wurden *Hydroxylapatit*- und *Tricalciumphosphat*-Proben ausgewertet. Die Ergebnisse der Algorithmen sind in der Tabelle 3 dargestellt.

		Porosität		Packungsfaktor Differenz [%]
	Pulvername	Dinger	Lee	
Bioglas	BG 13-93 14um	0,102	0,196	9,4
	BG 13-93 8um	0,133	0,215	8,2
	BG 13-93 3um	0,177	0,262	8,5
Tabular Alumina Almatis	CT 1200 SG	0,246	0,325	7,9
	T60 -45 µm	0,178	0,247	6,9
	T60 0,5-1 mm	0,287	0,317	3,0
	T60 0,2-0,6 mm	0,279	0,306	2,7
Hydroxylapatit	HAP	0,182	0,285	10,3
Tricalciumphosphat	TCP	0,230	0,319	8,9

Tabelle 3: Berechnung der Porosität für einzelne Pulver

Die bestimmten Packungsdichten schwanken je nach Pulver zwischen ca. 3% und 10%. Die Messreihe mit Glaskugeln brachte über alle Pulver die größten Abweichungen. Für die Aluminiumoxidpulver lagen die Packungsdichten näher beieinander.

Die stark unterschiedlichen Werte für die Packungsdichte resultieren aus den Algorithmen, welche unterschiedliche Kriterien benutzen (2.2.1 McGeary und 2.2.2 Lee). Je enger die Partikelverteilung ist ($D_L/D_S \rightarrow 1$), umso größer ist tendenziell auch die Differenz der Verfahren. Deutlich ist zu erkennen, dass Dinger bei realen Pulvern eine höhe-

re Dichte bestimmt als Lees Algorithmus. Bei Pulvern mit enger Verteilung und niedrigen Radiusverhältnis wirkt der Ansatz von Lee nur wenig auf das Steigern der Packungsdichte. Da Dinger die logarithmische Klasseneinteilung nutzt, wird eine erhöhte Dichte auch bei engen Verteilungen möglich.

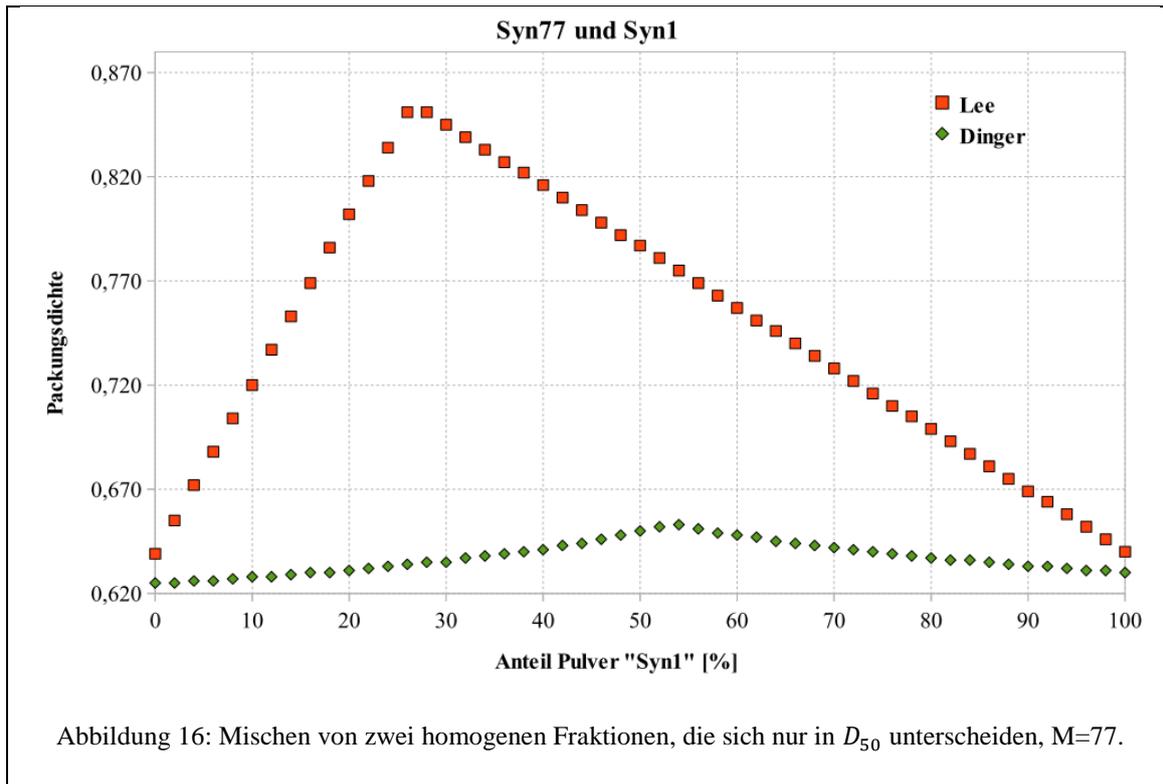
Gute Übereinstimmungen ergeben sich für die Packungsdichte bei einer breiten Verteilung, welche zu größeren Fraktionen hin steigende Anteile besitzt.

5.1.2 Vergleiche mit 2 Pulvern

Da die Algorithmen mit beliebigen Pulververteilungen funktionieren, wird nun untersucht, welche Ergebnisse aus kombinierten Verteilungen zweier Pulver bestimmt werden.

Vergleich (2-1)

Für den ersten Versuch werden sehr spitze, symmetrische Dreiecksverteilungen gewählt. Für die Verteilungen gilt, dass sich alle vorkommenden Partikelgrößen eines Pulvers $0,5\mu\text{m}$ um den Mittelwert befinden. Pulver 1 besitzt einen D_{50} von $1\mu\text{m}$ und trägt die Bezeichnung „Syn1“. Pulver 2 wird als Syn77 bezeichnet und hat einen D_{50} von $77\mu\text{m}$. Das Durchmesser Verhältnis der Pulver beträgt 77. Es wird ein Gemisch aus zwei sehr homogenen Fraktionen simuliert und die resultierenden Messwerte sind in Abbildung 16 abgebildet.



Für Lee ergibt sich mit steigendem Anteil der feinen Fraktion „Syn1“ ein linearer Anstieg des Packungsfaktors von 0,64 bis zu 0,855 bei ca. 27Vol-% Syn1. Von diesem Maximum verläuft der Packungsfaktor linear fallend zum Wert 0,65 bei 100Vol-% Syn1.

Bei den Werten nach Dinger verläuft der Packungsfaktor von 0,63 monoton steigend zu einem Maximum von 0,66 bei 54 Vol-% Syn1. Mit steigendem Syn1-Anteil fallen die Werte wieder auf 0,64.

Für beide Modelle gilt, dass die niedrigsten Packungsfaktoren bei 100% einer homogenen Fraktion auftreten. Für 100% feine Fraktion, Syn1, ist der Packungsfaktor minimal höher als bei nur grober Fraktion, da das Durchmesser Verhältnis M in der feinen Fraktion größer ist. Erkennbar ist, dass es jeweils ein scharfes Maximum gibt, da auch nur zwei sehr enge Durchmesserbereiche auftreten. Der in Kapitel 2.1 genannte Einflussfaktor b) „Einlagern von kleinen Teilchen in grobes Gerüst oder Ersetzen von Bereichen mit kleinen Partikel und Poren durch große Partikel“ ist durch die Maxima widergegeben.

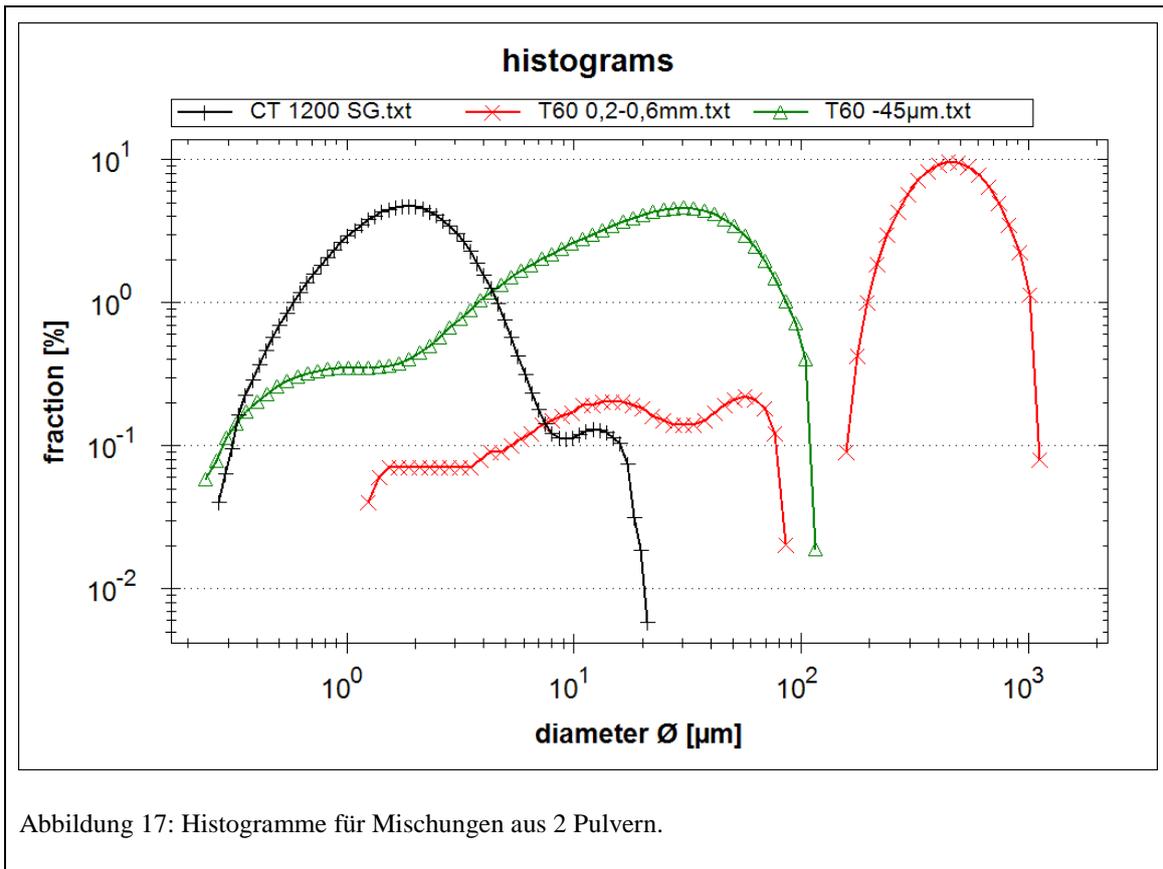
Die Packungsfaktoren nach Lee erreichen nahezu den maximalen Wert von 0,86, der in Abbildung 8 dargestellt ist.

Beide Graphen unterscheiden sich im Wertebereich für die Packungsdichten und die Lage der Maxima. Dies liegt an den anfangs festgelegten Pulververteilungen, welche

stark an den Algorithmus von Lees angelehnt sind ($D_{50A} = (1 \pm 0,5)\mu\text{m}$, $D_{50B} = (77 \pm 0,5)\mu\text{m}$ und Radiusverhältnis $M = 77$).

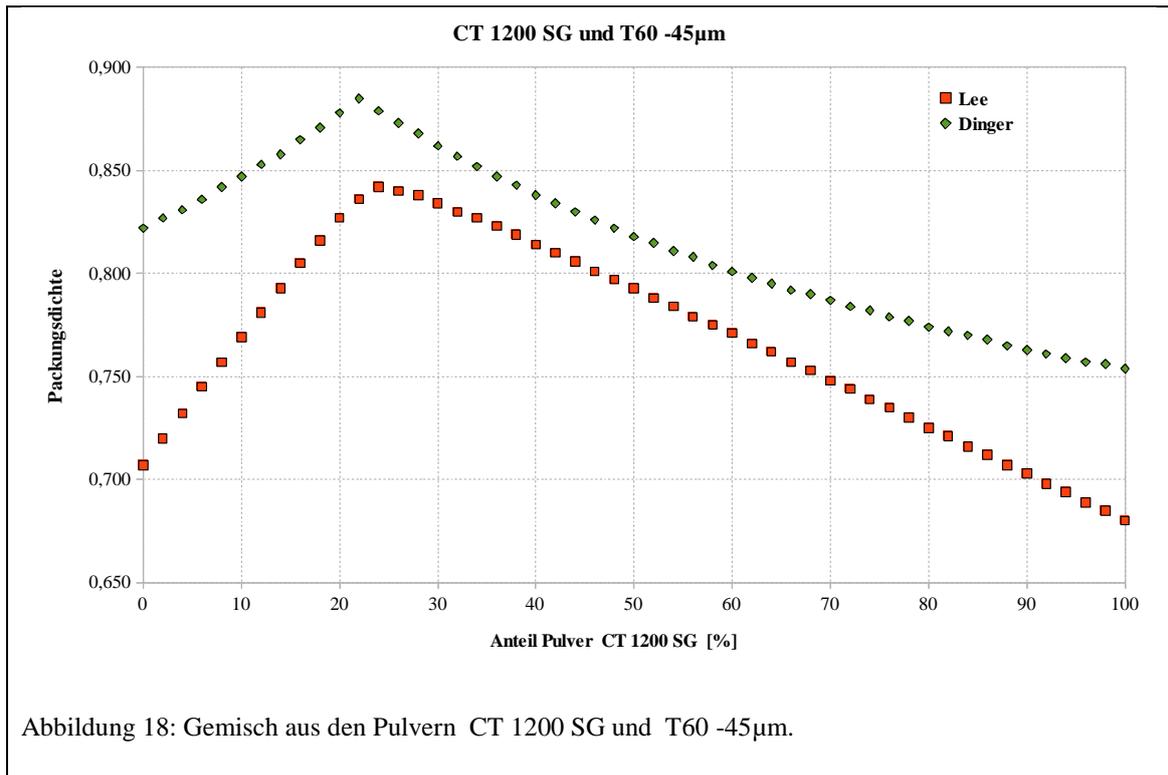
Vergleiche mit realen Pulvern

Für die folgenden Mischungen mit 2 Pulvern wurde die Serie *Tabular Alumina T60* von *ALMATIS* genutzt. Die Pulverhistogramme sind in Abbildung 17 dargestellt.



Vergleich (2-2)

Aus Ausgangspulver dienen „CT 1200 SG“ und „T60 -45µm“. CT 1200 SG besitzt eine sehr schmale Verteilung mit einem Maximum von 2µm und 90% der Partikelgrößen liegt zwischen 0,5 und 6,5µm. T60 -45µm hat sein Maximum bei 30µm und 90% der Partikel können zwischen 3 und 95µm eingeordnet werden. Die Verteilung des zweiten Pulvers ist somit viel breiter und wie in der Abbildung 17 zu sehen ist deutlich schiefer. Beide Pulver besitzen eine Überschneidung in den Partikelgrößen, wobei Pulver 2 in diesem Größenbereich nur sehr geringe Anteile hat. Die Simulationsergebnisse sind in



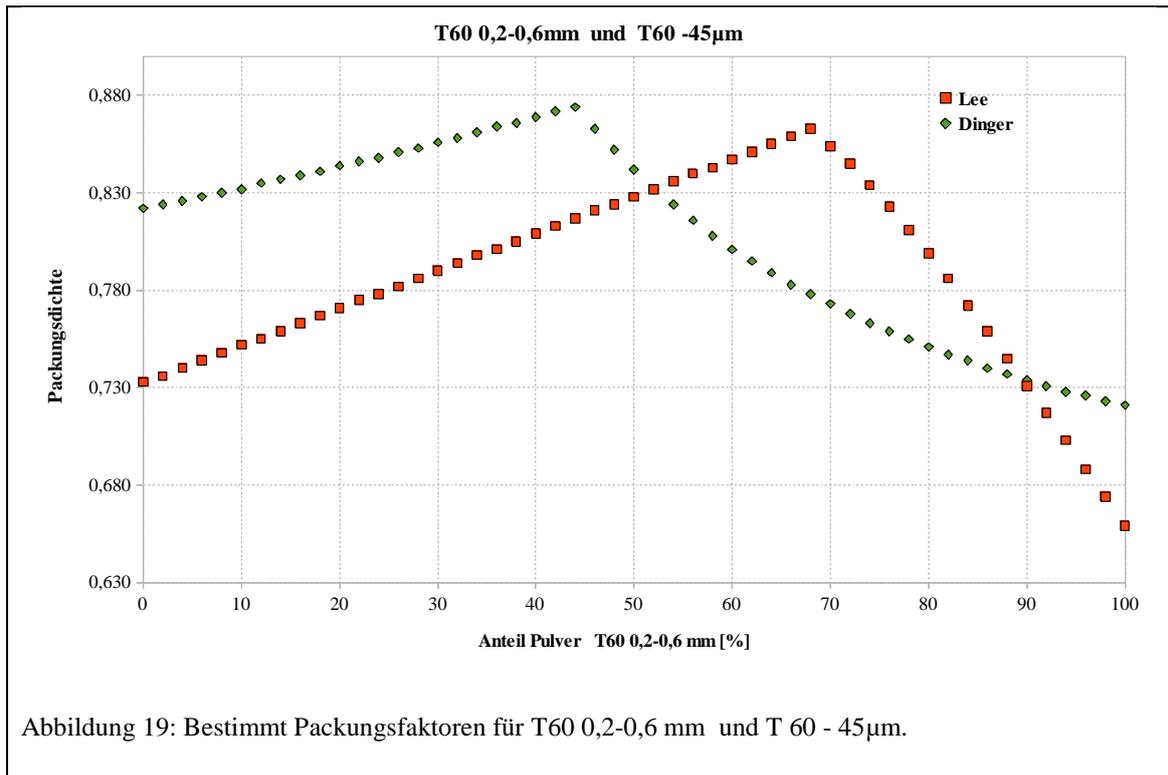
Für die Packungsfaktoren nach Lee kommt es zu einem Anstieg von 0,71 und 0 Vol-% CT 1200 SG zu 0,84 bei 24 Vol-%. Vom Maximum fällt der Graph fast linear auf 0,68 bei 100Vol-%. Die Ergebniswerte nach Dinger liegen im gesamten Spektrum über den Werten der Leeberechnung. Dingers Algorithmus beginnt bei 0 Vol-% mit 0,82, steigt auf das Maximum 0,89 bei 22 Vol-% und sinkt dann auf 0,75 für 100% CT 1200 SG.

Die Randwerte für reine Pulver unterscheiden sich deutlich 0,71 zu 0,82, sowie 0,68 zu 0,75. Die Verläufe der Graphen sind sehr ähnlich und zeigen beide die Maximale Packungsdichte für rund 25 Vol-% CT 1200 SG.

Die generell höheren Packungsfaktoren nach Dinger resultieren aus der Verteilung von T60 -45µm, welche den Grundansatz für hohe Packungsdichten von Dinger entspricht (siehe Kapitel 2.2.3 und Histogramm Abbildung 17).

Vergleich (2-3)

In diesem Versuch werden „T60 0,2-0,6 mm“ und „T60 -45µm“ benutzt. Zum bereits im vorherigen Versuch beschriebenen Pulver T60 -45µm kommt T60 0,2-0,6 mm hinzu. Pulver 1, T60 0,2-0,6 mm, besitzt deutliche Verteilungsanteile im Bereich 200-1000µm und die höchsten Anteile bei rund 450µm. Kleiner Fraktionsanteile liegen zwischen 2 und 80µm.



Nach Lee ergeben sich fast gerade Verlaufslinien zum Maximum von 0,86 bei 68 Vol-% T60 0,2-0,6 mm. Die Packungsfaktoren bei 0 und 100% betragen 0,73 und 0,66. Die Werte nach Dinger steigen linear mit Anteil Pulver 1 von 0,82 auf das Maximum von 0,87 bei 44 Vol-% T60 0,2-0,6 mm. Der Kurvenverlauf vom Maximum zu 100Vol-% ist deutlich gekrümmt und erreicht 0,72.

An den Randwerten zeigt sich die Bewertung der Ausgangspulver, wobei beide Algorithmen für T60 -45µm eine leicht höhere Packungsdichte beschreiben. Die Lage der beiden Maxima 68 und 44 Vol-% unterscheidet sich deutlich, aber die erwarteten Packungsfaktoren sind fast gleich mit rund 0,87.

Versuche mit 2 Pulvern - Zusatzresultate

Für die Berechnungen nach Lee liegt das Maximum für Packungsdichte immer im Bereich des größeren Pulvers, d.h. > 50 Vol-% grobe Fraktion. Das Maximum der Packungsdichte nach Dinger tendiert dazu weiter in Richtung feine Fraktion zu liegen, meist aber auch noch oberhalb 50 Vol-% grobe Fraktion.

Der Wertebereich der Packungsfaktoren ist nach Dinger immer schmäler als der nach Lee. Um den Wertebereich für den Dingeralgorithmus zu vergrößern, müsste man Pulververteilungen schaffen, deren Größenklassen geometrisch sind und abwechselnd be-

setzt und leer sind. Das Zweite Pulver sehe gleichartig aus, nur dass die Klassen umgekehrt besetzt und leer sind.

5.1.3 Vergleich mit 3 Pulvern

In der Versuchsreihe werden Mischungen bestehend aus drei Pulvern untersucht. Um die Ergebnisse übersichtlich darzustellen wurden Dreistoffdiagramme erzeugt. Getestet wird eine rein theoretische Mischung und anschließend werden Packungsdichten für reale Pulververteilungen berechnet.

Vergleich (3-1) - Synthetische Pulver

Für den ersten Durchgang dienen synthetische Verteilungen, diese sind als symmetrische Dreiecksverteilungen gewählt. Für die Verteilungen gilt, dass sich alle vorkommenden Partikelgrößen eines Pulvers $20\mu\text{m}$ um den D_{50} -Wert befinden. Pulver 1, *Syn60*, besitzt einen D_{50} von $60\mu\text{m}$. Pulver 2, *Syn120*, mit $D_{50} = 120\mu\text{m}$ und Pulver 3, *Syn 220*, besitzt einen D_{50} -Wert von $220\mu\text{m}$. Die Durchmesserhältnisse betragen 3:6:11. Die Histogramme sind in Abbildung 20 zu sehen.

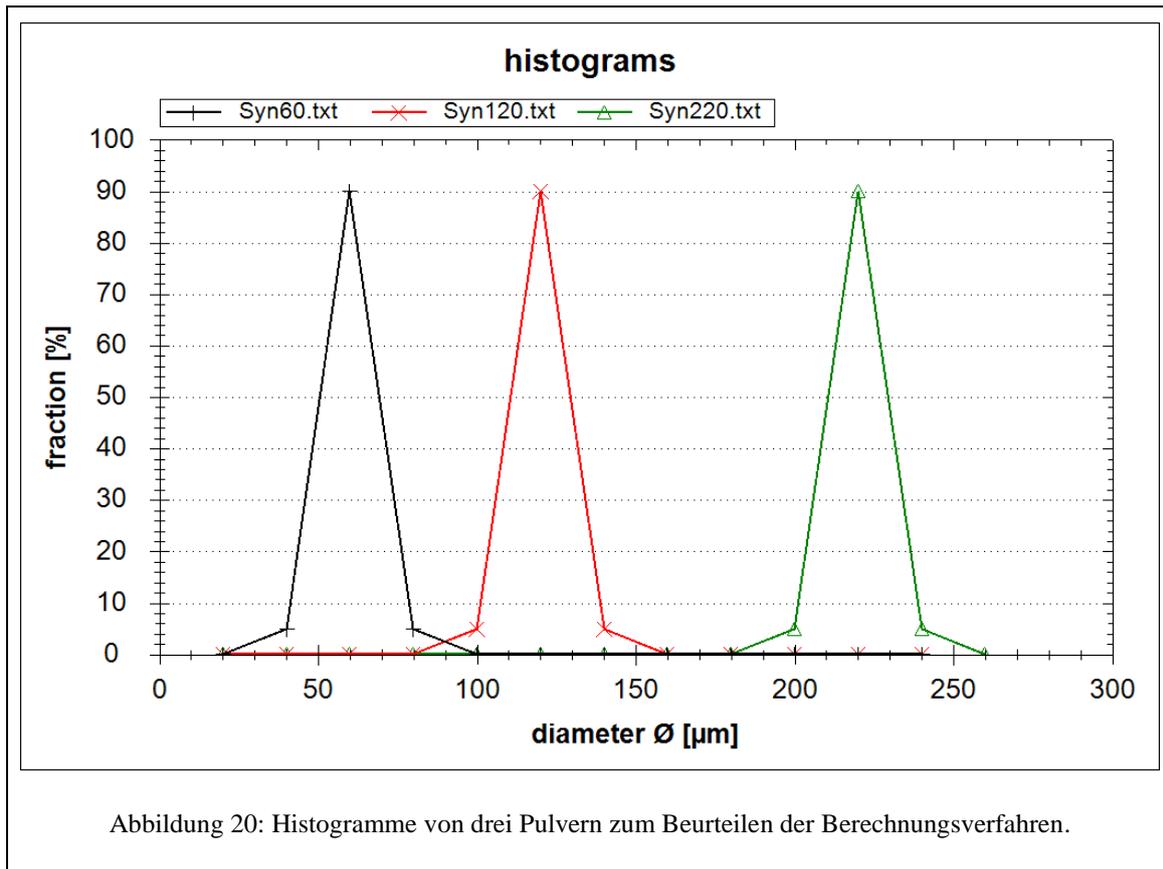


Abbildung 20: Histogramme von drei Pulvern zum Beurteilen der Berechnungsverfahren.

Die visuellen Berechnungsergebnisse vom Dinger- und Leeverfahren aus **Fehler! Verweisquelle konnte nicht gefunden werden.** zeigen die Charakteristika beider Verfahren auf. Die Lage des Maximums nach Dinger ist im Zentrum des 3-Stoff-Diagramms. Lees Methode zeigt einen anderen Bereich höchster Packungsdichten, welcher auf der Randlinie von Syn220 und Syn60 liegt. Das bedeutet, während nach Dinger alle 3 Pulver für hohe Packungsdichten nötig sind, sieht Lees Algorithmus dafür ein Gemisch aus 2 Pulvern vor.

Der Dinger-Algorithmus will in allen Größenklassen der Partikel Fraktionen besitzen (Kapitel 2.2.3), was dem zentralen Maximum entspricht. Bei Lee sieht man die Neigung möglichst die Fraktionen zu nutzen deren Durchmesser weit auseinander liegen. Folglich kommt es zur Lage des Maximums zwischen der größenmäßig feinsten und größten Fraktion.

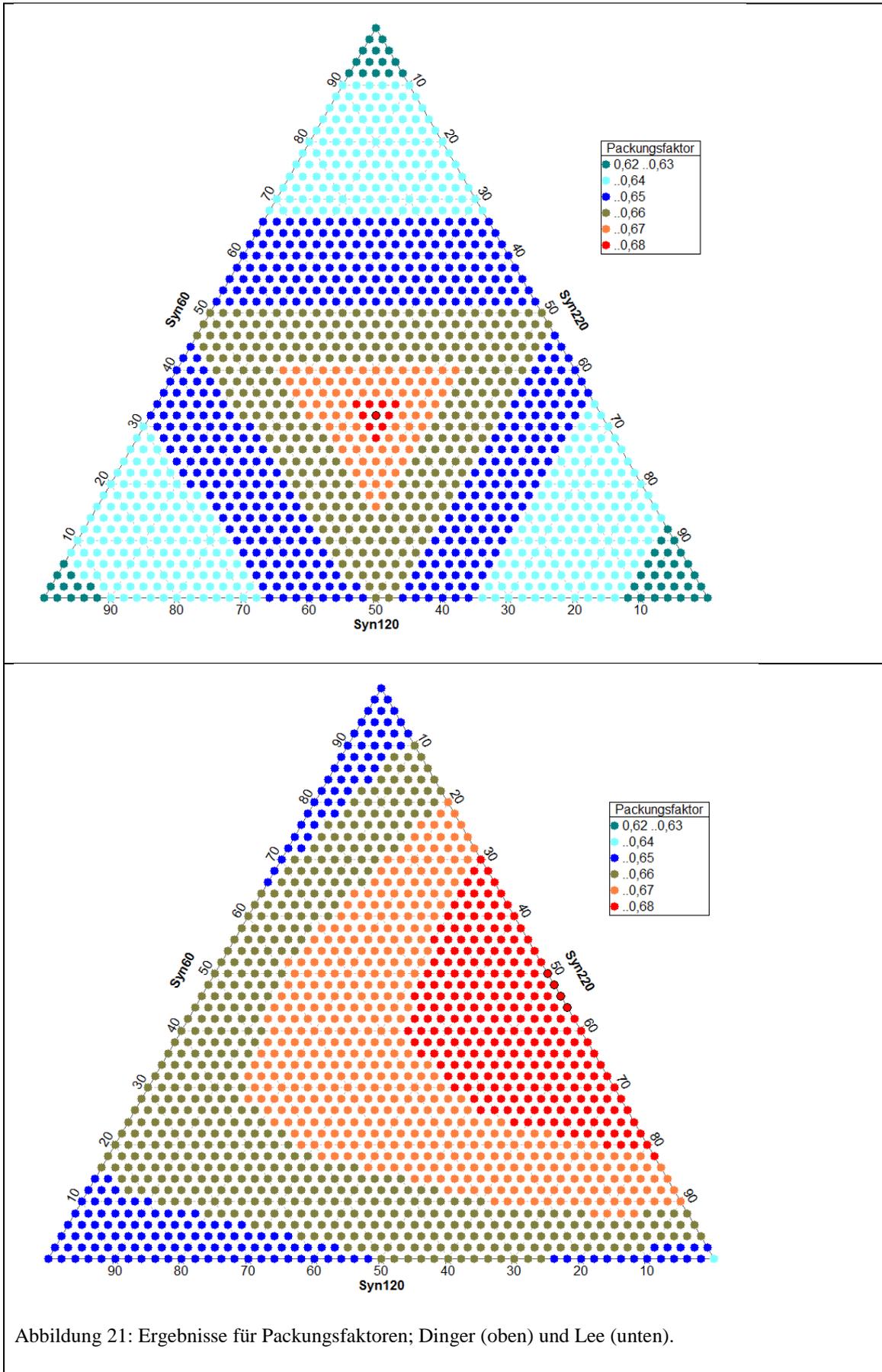
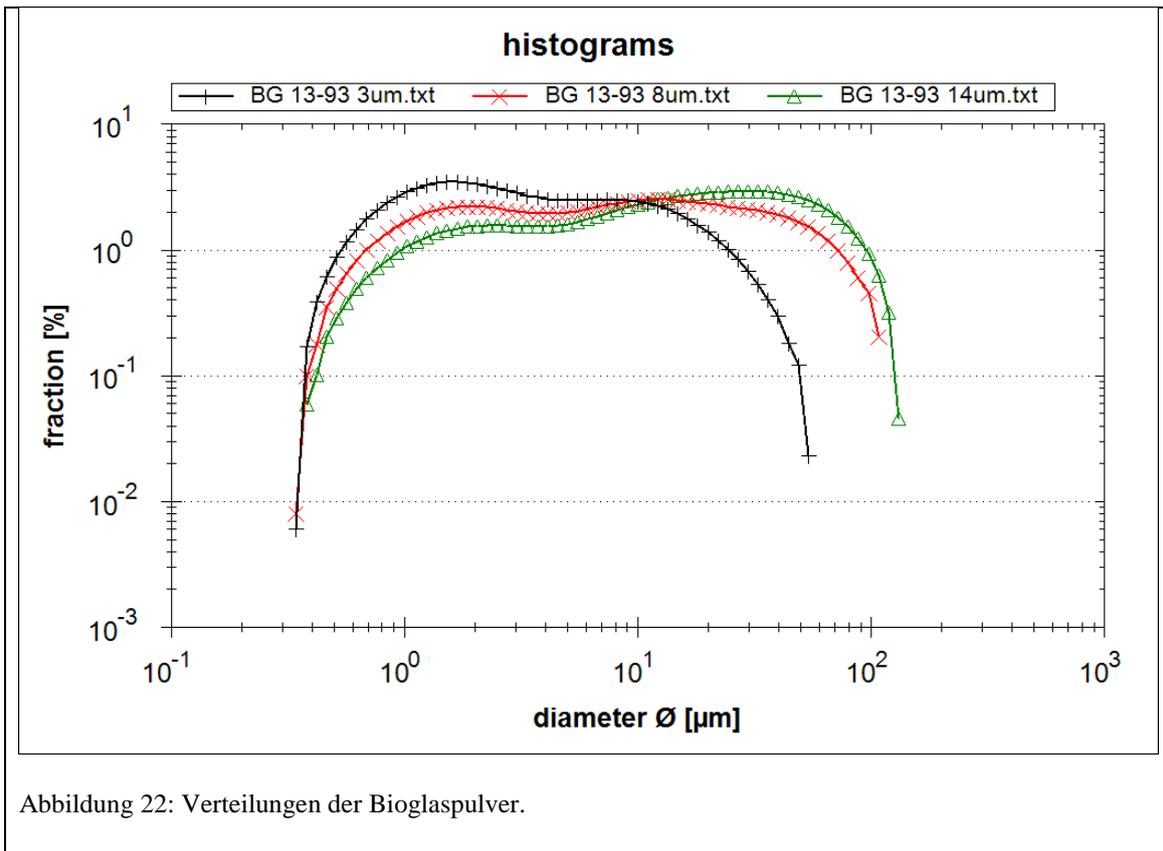


Abbildung 21: Ergebnisse für Packungsfaktoren; Dinger (oben) und Lee (unten).

Vergleich (3-2) - Mischungen aus Bioglas

In dieser Messreihe wurde das Verhalten der Packungsdichte für die Bioglaspulver untersucht. Die dargestellten Verteilungen aus Abbildung 22 zeigen sich stark überdeckende Fraktionen, die alle bei 0,3-0,35 μm beginnen. Die schmalste Verteilung bis 60 μm besitzt *BG 13-93 3um*. *BG 13-93 8um* und *BG 13-93 14um* besitzen eine breitere Partikelgrößenverteilung bis 120 bzw. 145 μm .



Die Messergebnisse sind als ternäres Pulverdiagramm, Triplot, in Abbildung 23 zu sehen. Die Parametereinstellungen waren Pulverkrement 2% und Anzahl der zusätzlichen Stützstellen 5. Beide Stoffdiagramme zeigen die gleiche Lage für die maximale Packungsdichte nahe 100% *BG 13-93 14um*. Die absoluten Werte unterscheiden sich gleichmäßig um ca. 10%, wobei Dinger die Packungsfaktoren höher bewertet als der Leealgorithmus. Die Übergänge zu Gebieten mit höherer Dichte sind in beiden Diagrammen gleichartig verlaufende Linien.

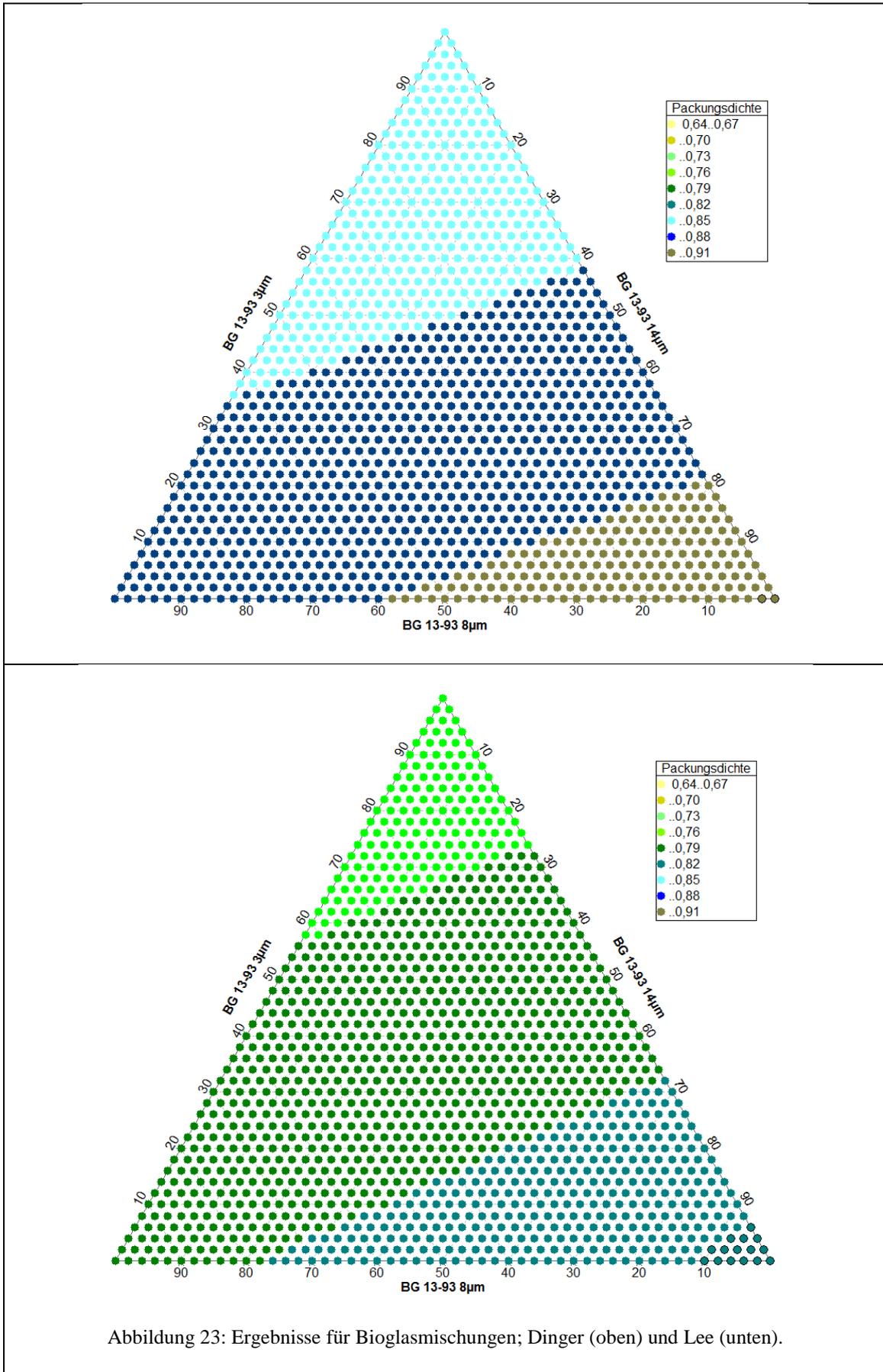


Abbildung 23: Ergebnisse für Bioglas-mischungen; Dinger (oben) und Lee (unten).

Vergleich (3-3) - Tabular Alumina T60 von ALMATIS

Als Ausgangspulver dienen CT 1200 SG, T60 0,2-0,6 mm und T60 -45 µm. Die Al₂O₃-Pulver haben deutlich unterschiedliche D50-Werte und mit größeren D50 auch eine Größere Verteilungsbreite. Abbildung 24 zeigt die Bandbreite an Fraktionsgrößen, die von 0,3 bis 1250µm erstreckt.

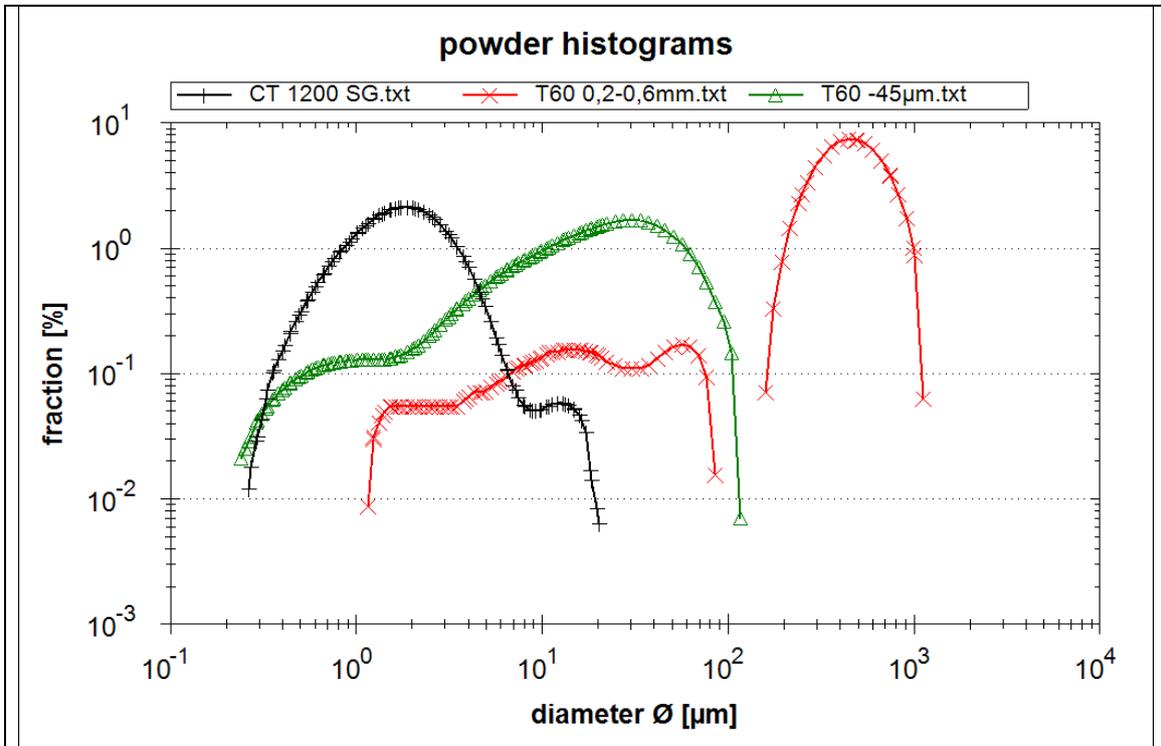


Abbildung 24: Verteilungen der Tabular Alumina T60 Serie.

Die Diagramm aus Abbildung 25 zeigen die Berechnungsergebnisse. Die Werte reichen nach Dinger von 0,72 bis 0,92 und Lee liefert 0,68 bis 0,91. Die Übergangslinien für zu steigenden Packungsfaktoren sind nach Dinger geradlinig, Lee zeigt deutlich krummlinige Übergänge zum Bereich mit hoher Packungsdichte. Die Lage der Maxima unterscheidet sich zwischen beiden Verfahren deutlich siehe Tabelle 4, jedoch berechnen beide Verfahren für das feingranulare CT 1200 SG den geringsten Anteil.

	CT 1200 SG	T60 0,2-0,6mm	T60 -45 µm
Dinger	14	38	48
Lee	10	80	10

Tabelle 4: Lage der maximalen Packungsdichten.

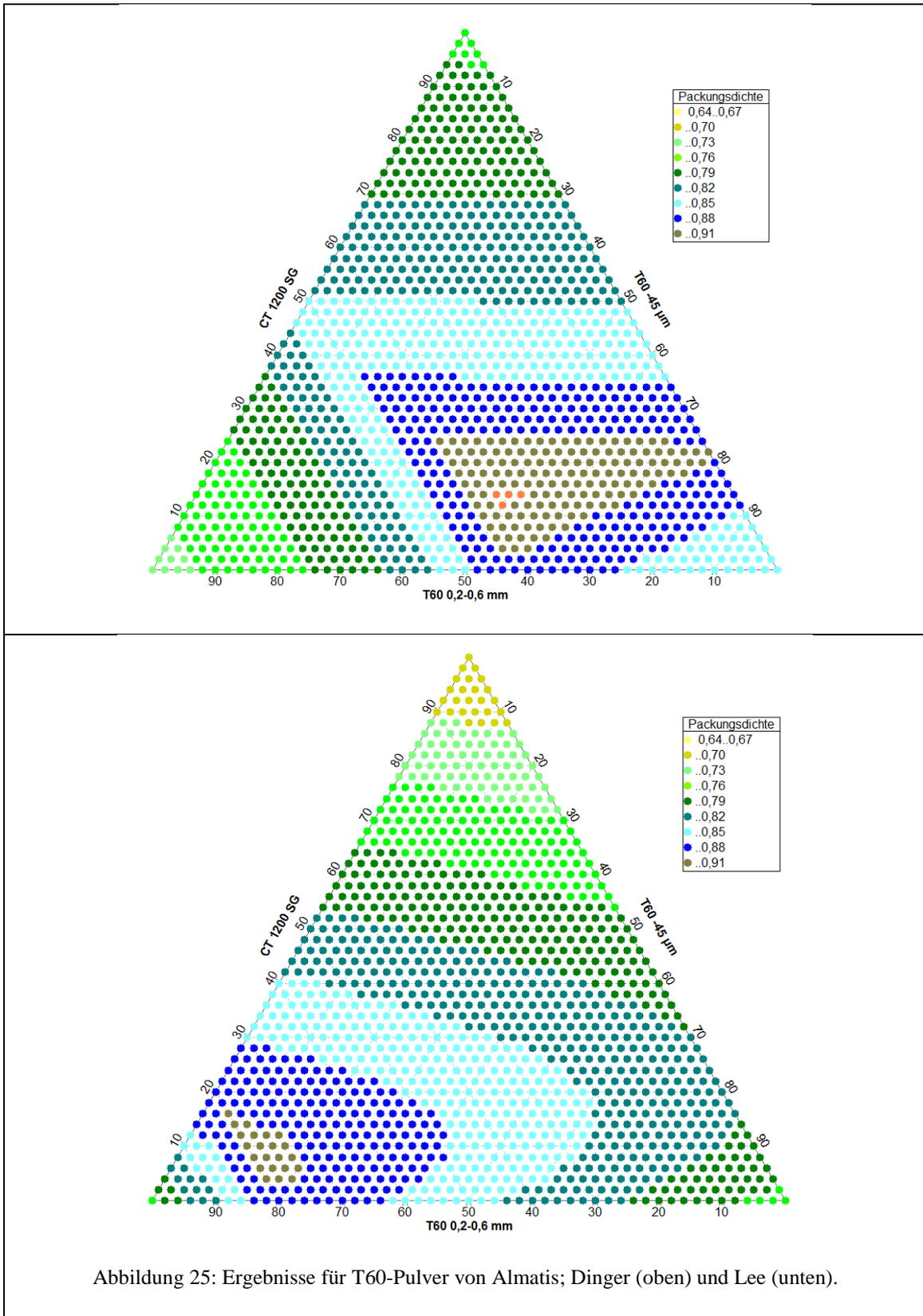


Abbildung 25: Ergebnisse für T60-Pulver von Almatix; Dinger (oben) und Lee (unten).

Um eine bessere Beurteilung der Verteilungen zur maximalen Packungsdichte machen zu können, sind in Abbildung 26 die resultierenden Verteilungen aufgetragen.

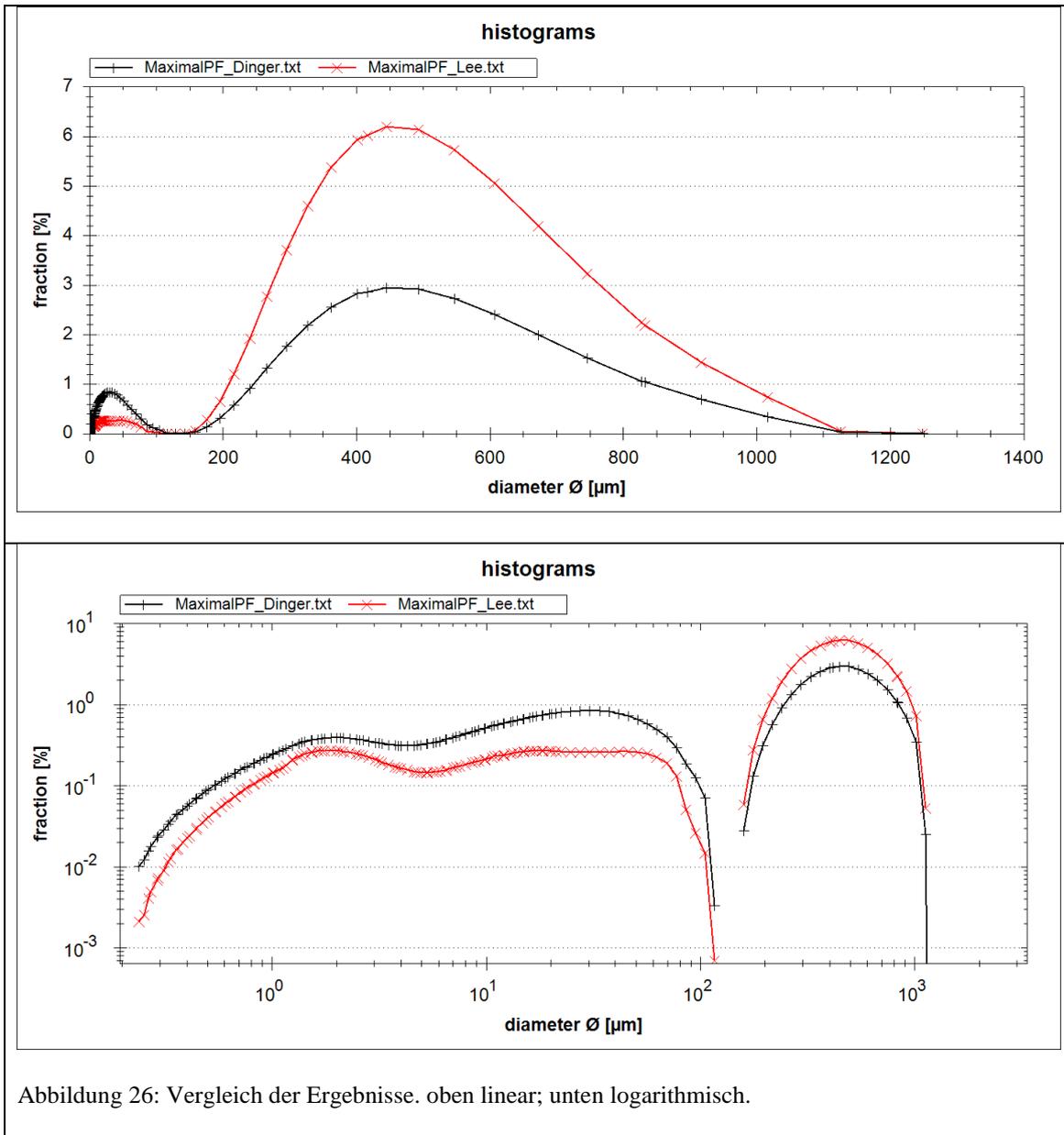


Abbildung 26: Vergleich der Ergebnisse. oben linear; unten logarithmisch.

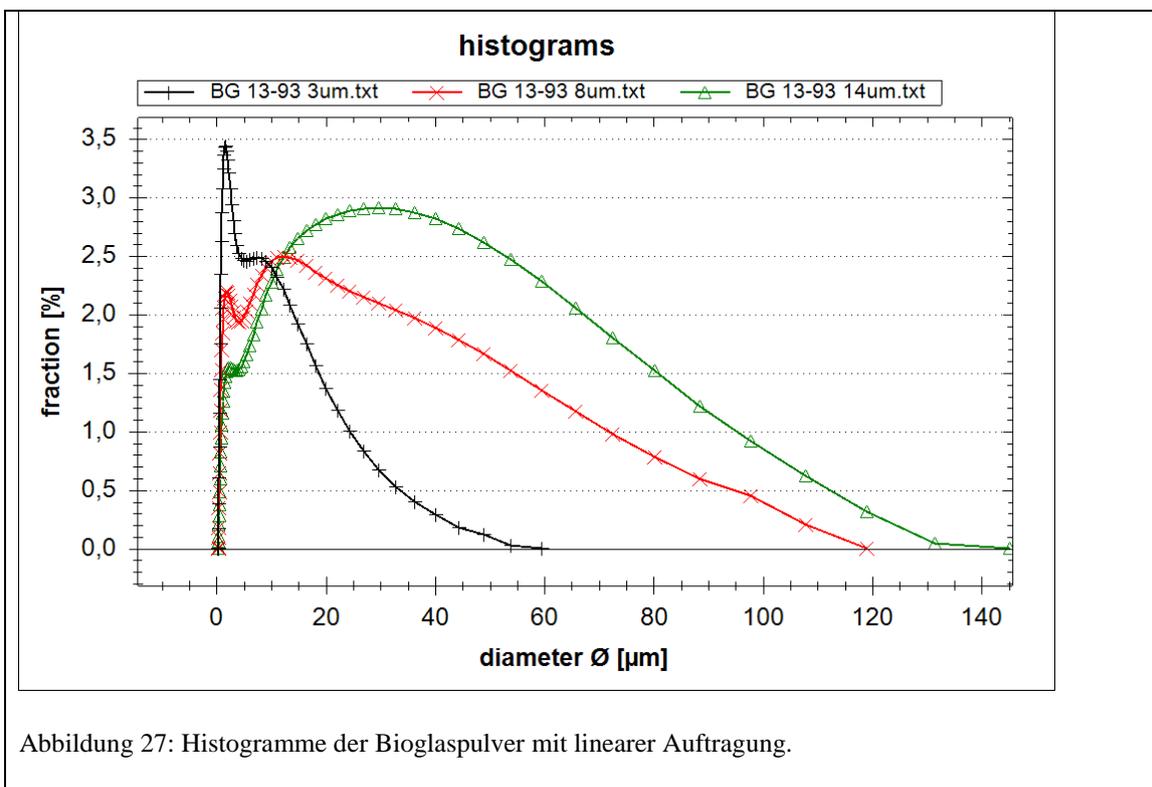
Es ist deutlich zu erkennen, dass Leealgorithmus die Fraktionen mit größeren Partikeln stärker packungsfördernd sieht als die Berechnungen nach Dinger. Umgekehrt ist die in Kapitel 2.2.3 gemachte Vorhersage für den Dingeralgorithmus bestätigt, dass nach Dinger in kleineren Klassen minimal höhere Anteile als in größeren Klassen sein sollen.

5.2 Approximieren der Histogramme

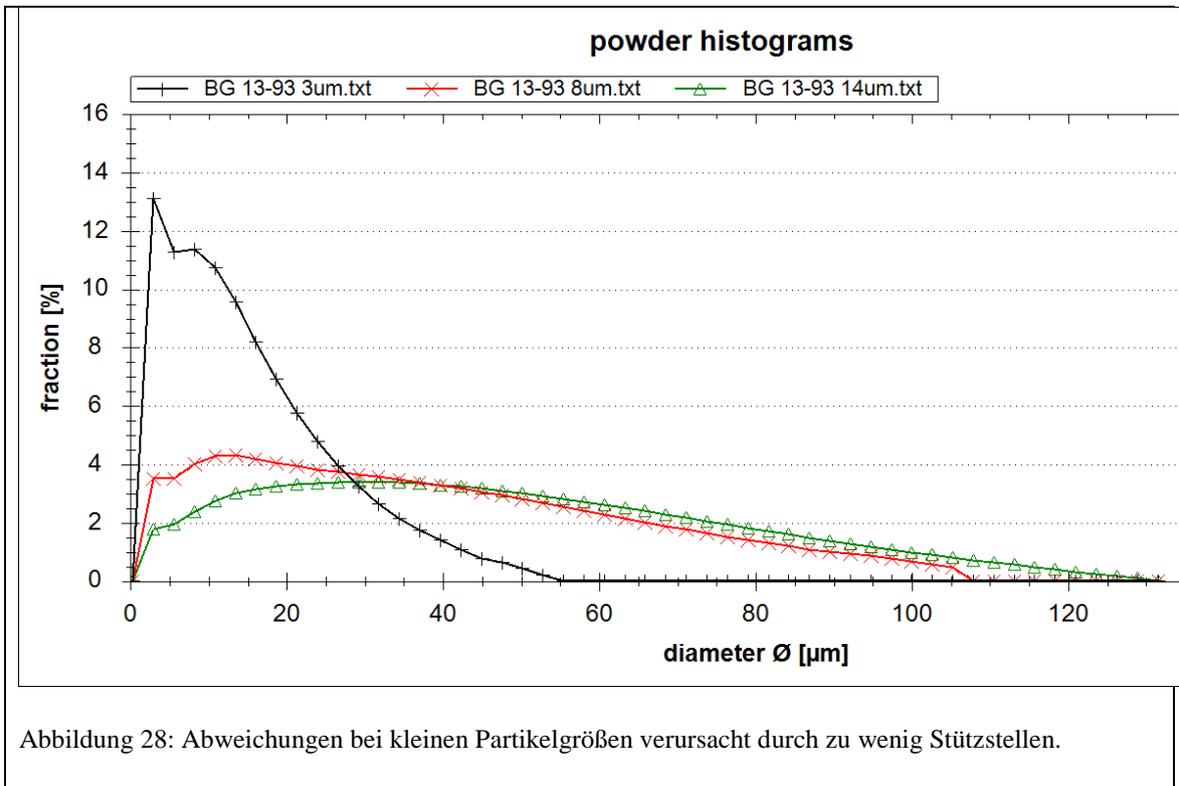
Die Qualität und Art der Näherung für die Summenkurven der Pulver ist entscheidend. Der Hintergrund ist, dass sich die Größenwerte der Pulver von 10^{-1} bis $n \times 10^3 \mu\text{m}$ erstrecken, wobei die Messstellen für kleine Partikel ca. $10^{-2} \mu\text{m}$ auseinander liegen und für große Partikel eher $10^2 \mu\text{m}$. D.h. um hier auch die Werte von kleinen Partikeln sinnvoll darstellen zu können, wird ein **fester Abtastwert** von $10^{-2} \mu\text{m}$ benötigt. Dies bedeutet aber, dass man $n \times \frac{10^3}{10^{-2}} = n \times 10^5$ Stützstellen benötigt. Um das Lee Verfahren in vernünftiger Zeit zu beenden, sind maximal $n \times 10^3$ Stützstellen zu verwenden. Die mathematisch bessere Lösung für kleine Partikel ist das Nutzen der **gemessenen Partikeldurchmesser** in den Pulverdateien **als Stützstellen**. Dies gewährleistet eine gute Auflösung im feinen Bereich ($<10 \mu\text{m}$).

Im Vergleich der beiden **Stützstellenmethoden**, fester Abstand und Messwerte der Pulverdurchmesser, kommt es zu Abweichungen für die berechneten Packungsdichten. Diese Unterschiede bewegen sich zwischen 1 und 10 %, je nachdem welche Pulvergrößen auftreten und wie viele Stützstellen man verwendet.

Es gilt zwei Fälle zu beachten, die an den Verteilungen der Bioglas-Pulver aufgezeigt werden. Abbildung 27 und Abbildung 22 zeigen die PartikelgrößenVerteilungen.



Benutzt man nur die feste Abtastwerte, verändert sich der Bereich kleiner Partikelgrößen dahingehend, dass viele messtechnisch separierte Klassen zusammengerechnet werden. Dies hat zur Folge, dass kleine Partikelklassen im Histogramm mit hohen Werten mm überbetont werden. Vergleicht man Abbildung 27 und Abbildung 28 ist der stark veränderte Charakter des Graphen für BG 13-93 3µm zu erkennen.



Verwendet man ausschließlich die zum Messen genutzten Partikelgrößenwerte, kann es passieren, dass man bei breiten Fraktionen mit großen Partikeldurchmessern die insgesamt auftretenden Partikelgröße limitiert. Abbildung 29 zeigt deutlich, dass der Wertebereich 130 bis 150µm je nach Näherungsverfahren aussieht. Die zusätzlichen Stützstellen der festen Unterteilung bewirken, dass größere Partikel in der Verteilung überhaupt erst berücksichtigt werden. Dies kann deutliche Unterschiede im Leealgorithmus bewirken.

Als Konsequenz bietet es sich an beide Näherungsverfahren parallel zu benutzen. Somit wird gewährleistet, dass es für sehr kleine und große Partikelgrößen einer Verteilung die geeigneten Werte existieren. Die Unterteilung der Pulver sollte mindestens (größter Partikeldurchmesser)/100 betragen.

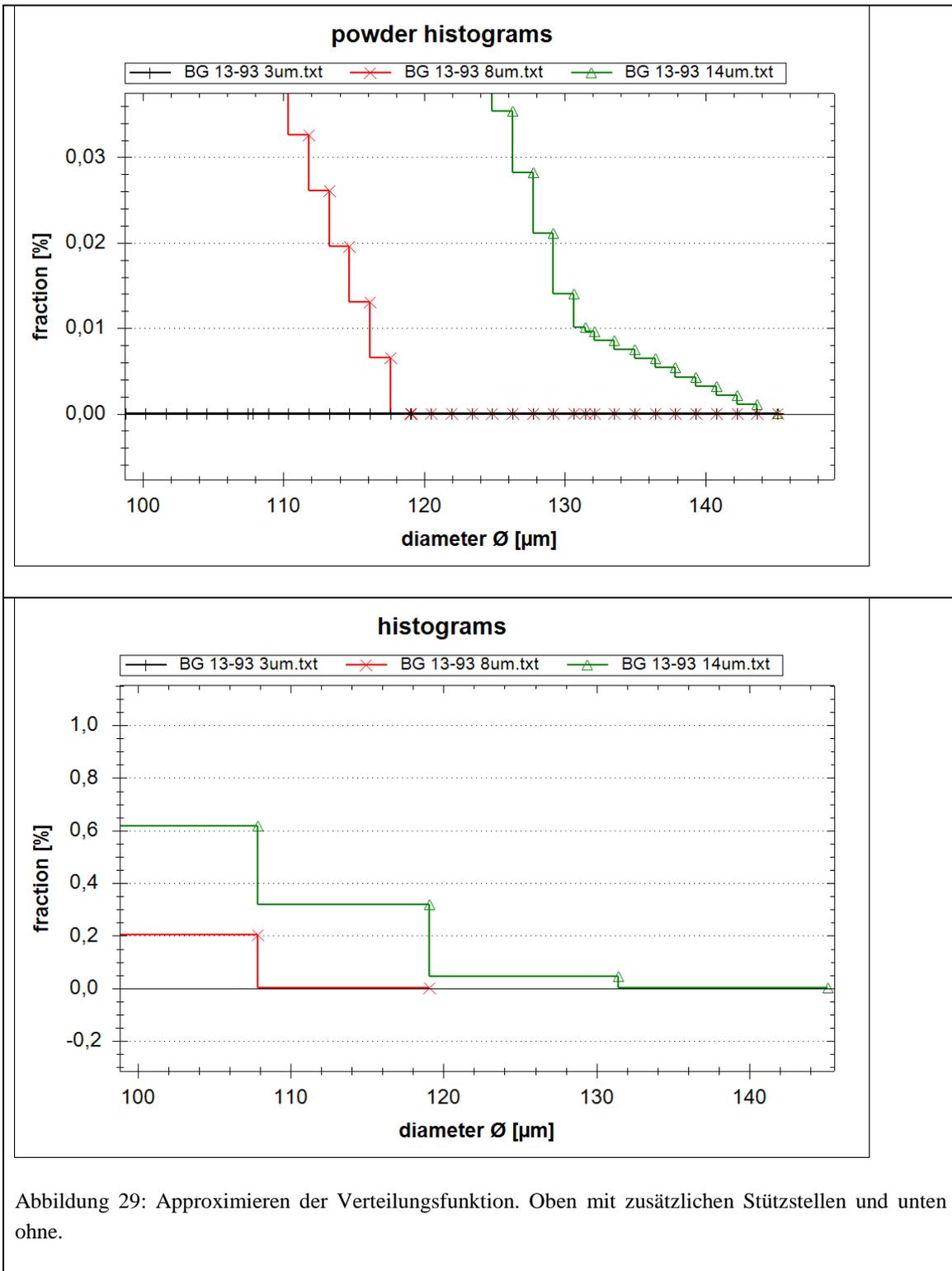


Abbildung 29: Approximieren der Verteilungsfunktion. Oben mit zusätzlichen Stützstellen und unten ohne.

Die beschriebenen Verfahren dienen im PowderMixer um die einzelnen Histogramme addierbar zu machen. Es wird der Größenbereich aller Partikeldurchmesser ermittelt und dann unterteilt.

5.3 Benötigte Rechenzeit

Auf die Programmlaufzeit gibt es dominante Einflüsse welche es beim Benutzen der Simulation zu beachten gilt. Es werden nachfolgend die zur Bedienung relevanten Faktoren kurz beschrieben.

Anzahl der benutzten Stützstellen n

Das in Kapitel 5.2 beschriebene bestmögliche Nähern der Verteilungsfunktionen hat zu Folge, dass der Rechenaufwand für den Leealgorithmus steigt. Die bei Lee verwendeten Matrizen sind $n \times n$ groß, d.h. hier steigt der Rechenaufwand quadratisch an. An dieser Stelle setzt das Multithreading an und reduziert bei entsprechender Hardware die Rechenzeit wieder. Die doppelte Anzahl an Rechenkernen, bedeutet keine Halbierung der Rechenzeit, da nur Parallelisierbare Programmteile zeitgleich ablaufen. Limitierend wirkt hier der sequentielle Anteil im Programm, der zur Synchronisierung und Verwaltung dient. [Küh08]

Pulveranzahl, Restriktionen und Inkrement

Hierbei steigt die Rechenzeit a mit den kombinationsmöglichkeiten n in der Form a^n an. Dieser Faktor hat somit den größten Einfluss. Hier kann mit den Pulvereinschränkungen, Restriktionen, und einem veränderten Inkrement gearbeitet werden, um akzeptable Ergebnisse und nutzbare Rechenzeiten zu erhalten. (siehe 4.2)

5.4 Vergleich mit Literaturwerten

In der Veröffentlichung [Com02] finden sich weitere Beispiele für Messungen und Berechnungsverfahren für 3-Pulversysteme. Die Werte der Packungsdichten sind den Ergebnissen des Leealgorithmus ähnlich. Jedoch wurden keine exakten Verteilungen genannt, weshalb ein direkter Vergleich entfällt.

Die Experimente von Burmister [Bur38] ergeben und, dass hohe Packungsdichten entstehen, wenn die Verteilungsfunktion schief in Richtung steigender Partikelgrößen ist. Diese Aussage kann mit dem Programm PowderMixer ebenfalls bestätigt werden. Somit spiegeln sich auch die Ergebnisse von Peronius und Sweeting wider, dass die Breite der Verteilung und deren Schräge entscheidende Faktoren für die Packungsdichte sind [NPe85].

Die von Lee [Lee70] berechneten Werte für Rechteck- und Dreiecksverteilungen konnten $\pm 1\%$ nach vollzogen werden.

6 Ausblick

6.1 Peronius and Sweeting [NPe85]

Obwohl es sich um eine empirische Näherung handelt, die zusätzlich eine Formaussage für die Partikeln benötigt, sind die Ergebnisse sehr gut [JPL01], da die Abweichungen im Bereich von $\pm 3\%$ liegen.

Das Verfahren setzt die ideale Fullerkurve [BFu07] für dichtestes Packen an. Es wird die Partikelgrößenverteilung des Pulvers mit der Fullerkurve verglichen (50% Passieren ist gleich) und der maximale vertikale Abstand D_v bestimmt.

$$y = \left(\frac{x}{x_{100}}\right)^m \quad (27)$$

y Gewichtsanteil kleiner als

m Beschreibt die Gleichverteilung, Näherung

$$m = 0.645 * m_{\Pi} \text{ [NPe85]}$$

x_{100} 100% Passiergröße

$$D_v = 1 - 2^{(-2(0,5-m))} \quad ; m \leq 0,5 \quad (28)$$

$$D_v = 1 - 2^{(-(m-0,5)/m)} \quad ; m > 0,5 \quad (29)$$

D_v Maximal vertikaler Abstand zur zugehörigen Fullerkurve

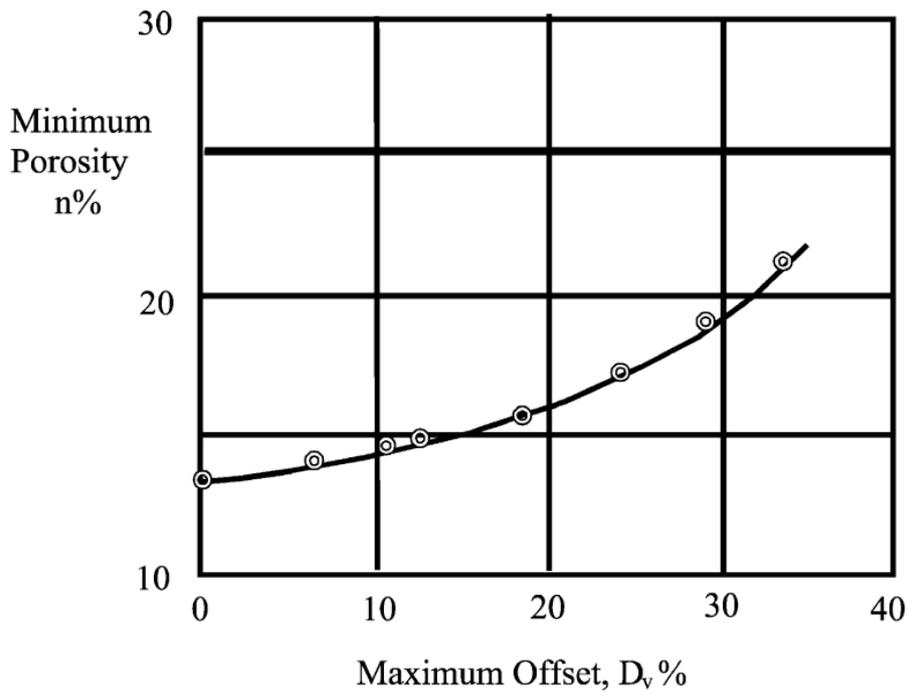


Abbildung 30: Abhängigkeit von D_v zur minimalen Porosität [JPL01].

Zusätzlich wurden Werte für Rundheit und Eckigkeit eingeführt und daraus eine Näherungsformel geschaffen:

$$n_{vmin} = M + (0,079D_v + 1,367D_v^3) + 0,376(1 - R) \quad (30)$$

n_{vmin} Minimale Porosität

M Beschreibt Kompaktierung beim Mischen; ca. 0,106

R Rundheitswert 0,14 (sehr eckig)..0,84 (sehr rund)

Übersicht zum Beurteilen der Rundheitswerte der Partikel.

gute Kugelform						
schlecht Kugelform						
	Sehr eckig	eckig	wenig eckig	leicht gerundet	gerundet	rund

Abbildung 31: Bestimmen des R - Faktors durch optischen Vergleich.

6.2 DEM - Diskrete Element Methoden

Hierbei handelt es sich um das rechnergestützte Anordnung von vorgegebenen Körpern. Dies dient zur simulativen Bestimmung von Packungsdichten, wenn z.B. unterschiedlichste Partikelformen verwendet werden.

Mit Simulationswerkzeugen der Diskreten Element Methode lassen sich Versuche rechnerunterstützt ausführen, wobei es unterschiedliche Ansätze gibt, z.B. Collective Rearrangement [SRa09] oder das geregelte sequentielle Partikeleinbringen.

Das Collective Rearrangement Verfahren füllt einen quaderförmigen Raum mit einer Anzahl von zufällig platzierten Körpern ohne dabei auf Überlappungen zu achten. Im Anschluss wird der Raum inkrementell vergrößert und die Partikel so bewegt, dass sich die Überlappungen minimieren. Am Ende der Simulation erhält man einen gefüllten Modelraum, an dem man Auswertungen vornehmen kann.

Ein anderer Ansatz ist das sequentielle Einbringen von Körpern in einen virtuellen Raum. Hierbei werden in zufälliger Reihenfolge hintereinander die Partikel platziert, so dass keine oder nur sehr wenig Überschneidungen entstehen.

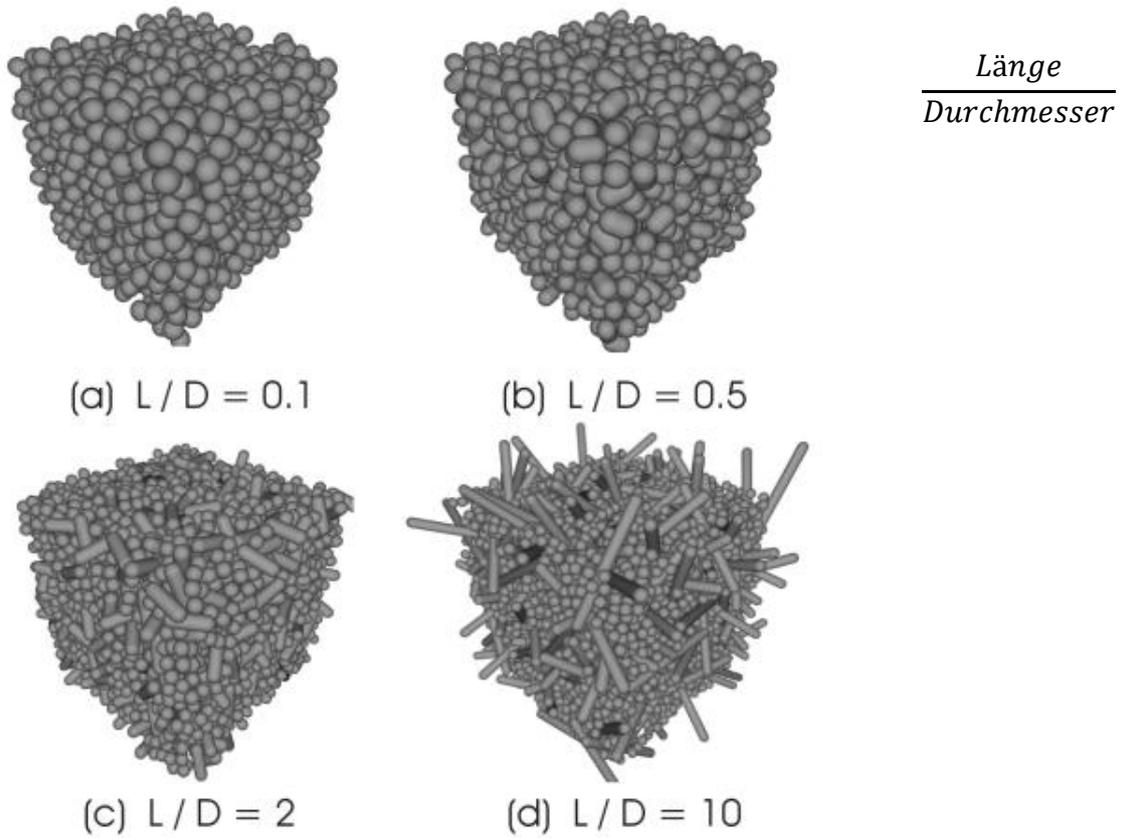
Vorteile:

- beliebig wiederholbare Versuche
- viele Versuchsreihen mit unterschiedlichsten Füllkörpern möglich
- beliebige Parametervariationen umsetzbar

Nachteile:

- Rechenintensiver Vorgang (ca. 10^6 Teilchen sind aktuell simulierbar), für 1 cm^3 realen Pulvers werden aber 10^{10} bis 10^{20} Teilchen benötigt
- stimmiges Modell für Wechselwirkungen der Partikel wird benötigt

(A)



(B)

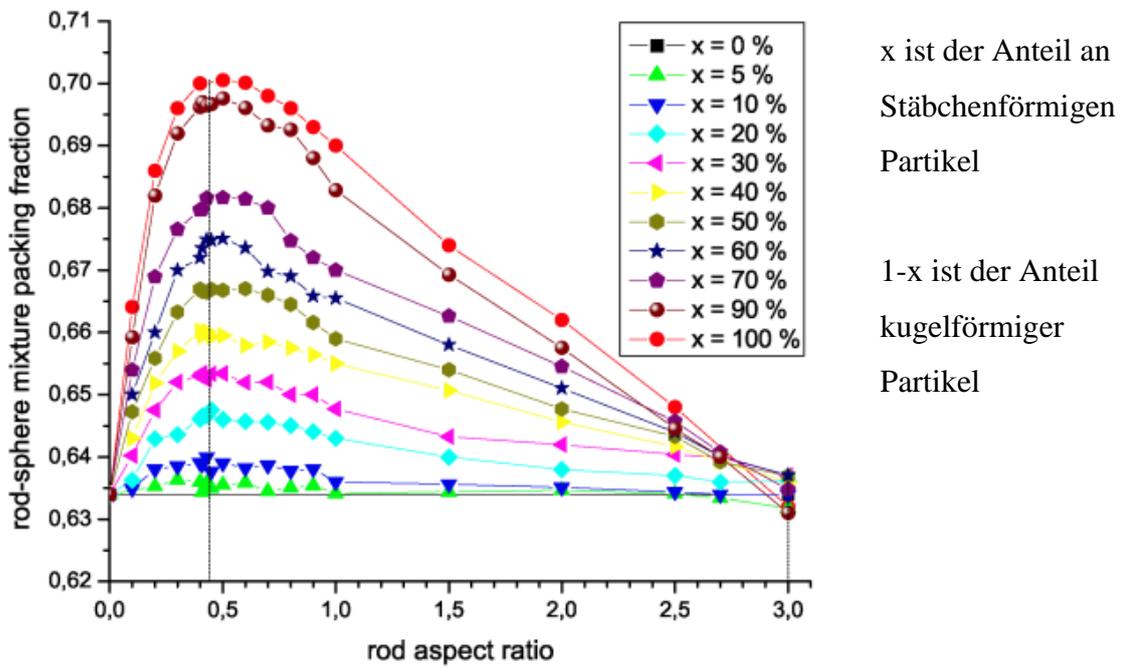


Abbildung 32: DEM-Simulation zum Packen stabförmiger Elementen (A) und deren Ergebnisdaten (B) [Kyr10].

7 Literatur

- [Küh08] A., K. (2008). *Visual C# 2008 - Das umfassende Handbuch*. Bonn: Galileo Press.
- [JPL01] al., J.-P. L. (2001). On the prediction of void porosity and packing of rock particulates. *Powder Technology* .
- [BFu07] B., F. W., & S.E., T. (1907). The laws of proportioning concrete. *Trans. Am. Soc. Civ. Eng* 59 , 67-115.
- [Bre98] Brevier. (1998). *Technische Keramik*. Lauf: Informationszentrum Technische Keramik (IZTK).
- [Bur38] Burminster, D. (1938). The grading-density relations of granular materials. *Proc. Am. Soc. Test. Mater.* 38 , 587–596.
- [Kru63] C., K. W. (1963). *Stratigraphy and Sedimentation*. San Francisco: Freeman.
- [Com02] Comparison of particle packing models for proportioning concrete constituents for minimum voids ratio. (2002). *Materials and Structures* , S. 301-309.
- [DeL99] De Larrad, F. (1999). *Concrete Mixture Proportioning: A Scientific Approach*. E & FN Spon.
- [Din89] Dinger. (1989). *Predictive Process Control for Ceramics*. Bern: Springer.
- [Din01] Dinger, D. R. (2001). *Particle Calculations for Ceramists*. Clemson: Dinger Ceramic Consulting Services.
- [Dan06] Donchev, D. (2006). Controlling porosity and pore size distribution in green ceramics bodies via Freeze-casting method. *dissertation* . Mathematisch-Naturwissenschaftlich-Technische Fakultät (Ingenieurwissenschaftlicher Bereich) der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg , Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, germany.
- [DrG07] Dr. Günther Crollly • FRITSCH GmbH. (2007). Laserbeugung zur Partikelgrößenbestimmung. *Produktinformation zu ANALYSETTE 22* .
- [Jam94] E., F. J., & Dinger, D. R. (1994). *Predictive process control of crowded particulate suspensions*. Springer: Berlin.
- [Gre67] Gregg, S. J. (1967). *Adsorption, Surface Area and Porosity*. London: Academic Press Inc.
- [Dim11] Heesch, D. v. (15. Januar 2011). *Doxygen*. Abgerufen am 15. Januar 2011 von Doxygen: www.doxygen.org

- [JAE02] J. A. ELLIOTT, A. K. (2002). Recursive packing of dense particle mixtures. *JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE LETTERS 21*, S. 1249 – 1251.
- [Wko04] Kollenberg, W. (2004). *Technische Keramik : Grundlagen, Werkstoffe, Verfahrenstechnik*. Essen: Vulkan-Verl.
- [IrP10] Kwan, I. P. (2010). *Research Directions for High-Performance Concrete*. The University of Hong Kong: Department of Civil Engineering.
- [Kyr10] Kyrylyuk, A. V., Wouterse, A., & Philipse, A. P. (2010). Random Packings Of Rod-Sphere Mixtures Simulated By Mechanical Contraction. Van 't Hoff Laboratory for Physical and Colloid Chemistry, Utrecht University, Netherlands.
- [Lee70] Lee, D. I. (1970). Packing of spheres and its effect on the viscosity of suspensions . *Journal of Paint Technology* , S. 579-587.
- [McG62] McGEARY, R. K. (1962). *Mechanical Packing of Spherical Particles*. Washington, D. C.: The American Ceramic Society .
- [NPe85] Peronius, N., & Sweeting, T. (1985). On the correlation of minimum porosity, with particle size distribution. *Powder Technol.* 42 , 113–121.
- [ALG10] Project, A. (2010). *ALGLIB* . Abgerufen am 2011 von <http://www.alglib.net/>
- [Ric92] Richerson, D. W. (1992). *Modern Ceramic Engineering*. New York: Marcel Dekker, Inc.
- [SRa09] S., R., & M., K. (2009). *Loose octree: a data structure for the simulation of polydisperse particle packings*. Clausthal: Clausthal University of Technology.
- [TSt86] Stovall, T. (1986). Linear packing density model of grain mixtures. *Powder Technology* .
- [Tom00] Toma, D. e. (2000). Ultra Low k Dielectric Materials and Technologies- Impact on Tool Development. *The Electrochemical Society* , S. 5-10.
- [Lab11] Vogel, L. (1. Januar 2011). Abgerufen am 1. 1 2011 von www.laborpraxis.vogel.de: <http://www.laborpraxis.vogel.de/articles/106173/>
- [Was21] Washburn, E. W. (1921, March). The Dynamics of Capillary Flow. (A. P. Society, Ed.) *Phys. Rev.* , pp. 273-283.
- [Zed10] ZedGraph. (2010). *ZedGraph*. Abgerufen am 2011 von http://zedgraph.org/wiki/index.php?title=Main_Page

- [Zou05] Zou, R. P. (2005). Prediction of the Porosity of Multicomponent Mixtures of Wet Coarse Spheres. *Industrial amp; engineering chemistry research* , 8401-8408.

8 Anhang

8.1 Visualisiertes Ergebnis einer DEM:

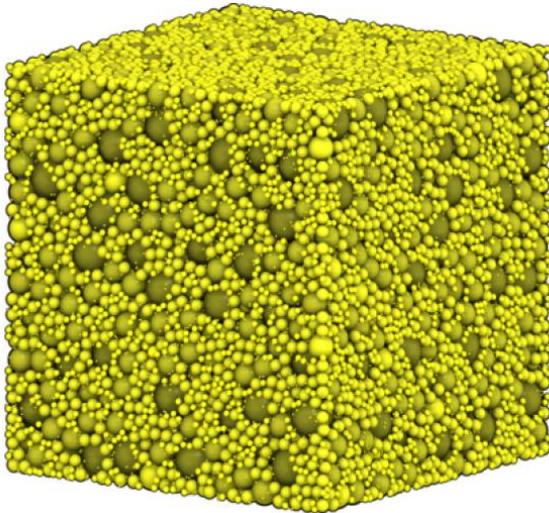


Abbildung 33: Packung aus 50000 Partikeln [SRa09] .

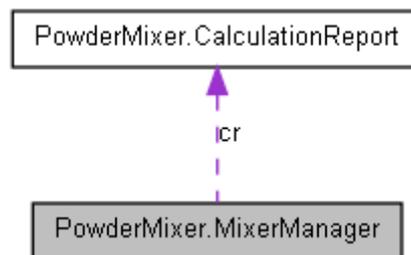
8.2 Beispiel der HTML-Quellcodebeschreibung mit Doxygen

[Public Member Functions](#) | [Properties](#)

PowderMixer.MixerManager Class Reference

main class coordinating the mixing procedure takes the parameters and starts calibration and calculation More...

Collaboration diagram for PowderMixer.MixerManager:



[legend]

List of all members.

Public Member Functions

	MixerManager ()
	constructor

	MixerManager (MixerParameters _paras)
	MixerManager (string[] args)
	used constructor receiving parameters as string; commandline arguments
string	writeResultsToFile ()
string	writeResultsToFile (string rFile)
int	runCalculations2 (DingerPowderConverter _pdc, BackgroundWorker _bw=null)
	Dinger-method: implements Dingers approach for getting powder density.
int	runCalculations (BackgroundWorker _bw=null)
	Lee-method: runs the calculations for the powder mixture use of parallel processing.

Properties

MixerParameters	paras [get, set]
RestrictionManager	RestMng [get, set]
PowderCalibrator	Calibrator [get, set]
MaxBinaryPacker	MaxBinaryDensity [get, set]
MixerMatrix	P_ij [get, set]
MixerMatrix	D_max [get, set]
MixerMatrix	DiDj [get, set]
MixingResults	Results [get, set]

Detailed Description

main class coordinating the mixing procedure takes the parameters and starts calibration and calculation

Constructor & Destructor Documentation

PowderMixer.MixerManager.MixerManager ()

constructor

PowderMixer.MixerManager.MixerManager (string[] args)

used constructor receiving parameters as string; commandline arguments

Parameters:**args***Member Function Documentation*

```

int PowderMi-          BackgroundWor-  _bw =
xer.MixerManager.runCalculations    (ker          null)

```

Lee-method: runs the calculations for the powder mixture use of parallel processing.

Parameters:**_bw** BackgroundWorker context

```

int PowderMi-          DingerPowderCon-  _pdc,
xer.MixerManager.runCalculations2    (verter          _bw =
BackgroundWorker      null
)

```

Dinger-method: implements Dingers approach for getting powder density.

Parameters:**_pdc** Dinger **Powder** Converter**_bw** BackgroundWorker context**Returns:**

ALGO

Add Results

calc porosity

The documentation for this class was generated from the following file:

- MixerManager.cs

All Classes Namespaces Functions Properties

8.3 Pulverdatei zum Einlesen in PowderMixer

Die Pulverdateien sind zeilenweise aus Größenwert, Trennzeichen und Durchgangsummenwert aufgebaut. Kommentare und andere Informationen können mit dem Marker „#“ eingeleitet werden.

```
# %passing curve of the powder
# Øsize [µm] cpft [%]
0.313    0.000
0.345    0.008
0.381    0.106
0.421    0.283
0.465    0.633
0.513    1.120
0.567    1.764
0.626    2.583
...
```

Wichtig ist, dass statt Komma der Punkt verwendet wird. Als Trennzeichen zwischen den Werten sollte Tab oder Space benutzt werden.