



Dr. Dietmar Schulze
Powder testers & software

Dr. Dietmar Schulze GmbH
A m F o r s t 2 0
38302 Wolfenbüttel, Germany
Phone: +49 5331 935490
Fax: +49 5331 978001
E-mail: mail@dietmar-schulze.de
www.dietmar-schulze.de

Änderungen und Ergänzungen vorbehalten.
Autor: Dietmar Schulze

Ergebnisse zum Ringversuch (Round Robin Project)

Messen der Fließeigenschaften von Kalksteinmehl CRM-116 mit den Ringschergeräten RST-XS und RST-01.pc

1 Einführung

Anfang 2008 wurde ein Ringversuch mit Ringschergeräten an verschiedenen Standorten initiiert, um ähnlich wie für das Jenike-Schergerät für ein definiertes Schüttgut einen zu erwartenden Bereich für die Messergebnisse zu finden [1]. Zur Teilnahme eingeladen waren alle Benutzer der automatischen Ringschergeräte RST-XS und RST-01.pc. Im Laufe des Jahres 2008 wurden von 27 Labors Messergebnisse zur Verfügung gestellt, die zum Teil Mehrfachmessungen mit einer oder mehreren Personen oder auch beiden Ringschergeräten durchführten. So standen schließlich pro Spannungsniveau bis zu 60 Fließorten aus 21 Labors für das Ringschergerät RST-XS und bis zu 19 Fließorte aus 10 Labors für das Ringschergerät RST-01.pc zur Verfügung.

In diesem Dokument, das zunächst in vorläufiger Fassung vorliegt, werden die Ergebnisse zusammengefasst und diskutiert. Die Vorläufigkeit erklärt sich aus möglicherweise zukünftig eintreffenden Messergebnissen.

Der Verfasser bittet um Nachsicht, dass die Abbildungen aus Gründen der Vereinfachung in englischer Sprache beschriftet sind.

2 Vorgaben für die Messungen

Die Regeln für die Messung wurden in einem Dokument [1] allen Teilnehmern zur Verfügung gestellt. Die wesentlichen Vorgaben waren:

1. Als Schüttgut war Kalksteinmehl mit der Bezeichnung „CRM-116“ vom „Institute for Reference Materials and Measurements of the European Commission“ zu benutzen. Das Material wird zusammen mit „zertifizierten“ Ergebnissen [2] geliefert, die mit Hilfe von Jenike-Schergeräten in den 1980er Jahren gemessen wurden.

2. Um den möglichen Einfluss der Luftfeuchtigkeit zu berücksichtigen, aber die Probenvorbereitung nicht zu kompliziert werden zu lassen, wurde folgende Prozedur vorgeschlagen: Die Pulverprobe sollte im Kontakt mit der Laboratmosphäre gelagert werden, bis sich Gleichgewicht eingestellt hat (wenigstens zwei Tage; die Temperatur sollte im Bereich 20°C bis 25°C sein, die relative Feuchte zwischen 30% und 50%). Die Laboratmosphäre sollte während dieser Zeit möglichst nicht schwanken. Temperatur und Feuchte sollten gemessen werden und mit den Messergebnissen weitergegeben werden. Falls eine Klimakammer zur Verfügung steht, sollte das Kalksteinmehl in dieser gelagert werden (Temperatur 20°C, Feuchte 52%rF). Teilnehmer, die die Möglichkeit der Klimatisierung haben, wurden aufgefordert, die Messungen zusätzlich mit Proben durchzuführen, die bei 30% und 40% relativer Feuchte (jeweils 20°C) gelagert wurden.
3. Alle Teilnehmer sollten Fließorte zumindest bei den untenstehenden Spannungsniveaus 1 und 2 messen (s. Tabelle 2.1), nach Möglichkeit aber auch bei den Spannungsniveaus 3 und 4. Die Spannungen entsprechen den Spannungen, die bei den Messungen mit dem Jenike-Schergerät zur Ermittlung der „zertifizierten“ Ergebnisse angewendet wurden. Lediglich die Zahl der Abschernormalspannungen wurde hier reduziert).
Im Programm RST-CONTROL 95 sollte die „N-RHOB-Korrektur“ aktiviert sein, so dass das Steuerprogramm RST-CONTROL 95 genau die vorgewählte Normalspannung in der Scherebene unter Berücksichtigung der aktuellen Schüttgutedichte einstellt. Alle anderen Parameter (Schergeschwindigkeit, Toleranz, Geduld) sollten auf ihre Standardwerte gesetzt sein.
4. Für alle Fließortmessungen soll eine Standardscherzelle benutzt werden (Scherzelle XS-Mr beim RST-XS, Scherzelle M beim RST-01.pc), die für jede Messung frisch befüllt wird.

Spannungsniveau	Normalspannung beim Anscheren [Pa]	Normalspannungen beim Abschern [Pa]			
		1. Punkt	2. Punkt	3. Punkt	4. Punkt
1	3000	1000	1500	2000	1000
2	6000	2000	3000	4000	2000
3	9000	3000	5000	7000	3000
4	15000	5000	7000	9000	5000

Tab. 2.1: Spannungen für die Fließortmessungen

3 Auswertung der Messergebnisse

In die Auswertung einbezogen wurden nur Ergebnisse, die den Vorgaben bezüglich Spannungen und Scherzellen entsprachen. Betrachtet wurden die jeweils beim An- und Abschern auftretenden Schubspannungen. Da einige Teilnehmer die N-RHOB-Korrektur nicht aktiviert hatten, ergeben sich Abweichungen der Normalspannungen in der Scherebene von den Vorgabewerten von bis zu etwa 30 Pa beim RST-XS und 40 Pa beim RST-01.pc. Die Ursache hierfür ist, dass RST-CONTROL ohne N-RHOB-Korrektur die gewünschte Spannung direkt unter dem Deckel einstellt. Bei der Auswertung wird aber die Spannung in der Scherebene zugrunde gelegt, die aufgrund des Gewichts des Schüttgutes zwischen Deckel und Scherebene etwas größer ist als die Spannung unter dem Deckel.

Die Werte ohne N-RHOB-Korrektur wurden korrigiert, indem ähnlich dem „Prorating“ neue Schubspannungen τ_{neu} aus den Messwerten $\tau_{gemessen}$ errechnet werden:

$$\tau_{neu} = \tau_{gemessen} \cdot \frac{\sigma_{Vorgabe}}{\sigma_{Messung}}. \quad (1)$$

$\sigma_{Vorgabe}$ bezeichnet hier eine Normalspannung gemäß Tabelle 2.1, während $\sigma_{Messung}$ die tatsächlich bei der Messung in der Scherebene wirkende Schubspannung ist.

Für jede Normalspannung wurde aus allen Messreihen ein arithmetischer Mittelwert τ_m der zugehörigen Schubspannungen τ_i berechnet:

$$\tau_m = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \tau_i \quad (2)$$

n : Anzahl der Messwerte

Die zugehörige (empirische) Standardabweichung als Wurzel aus der empirischen Varianz ist:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\tau_i - \tau_m)^2}{n - 1}} \quad (3)$$

In den mit dem Kalksteinmehl verteilten Ergebnissen des Jenike-Schergerätes sind zu den Messwerten jeweils 95%-Vertrauensintervalle (Konfidenzintervalle) angegeben. Diese berechnen sich mit dem Student-Faktor t zu [2]:

$$a = t \cdot \frac{s}{\sqrt{n}} \quad (4)$$

Damit ist das Vertrauensintervall:

$$\tau_m \pm a \text{ bzw. } \tau_m \pm \hat{\tau} \rightarrow t \cdot \frac{s}{\sqrt{n}}$$

Der Student-Faktor t ist von der Anzahl der Messungen n und der angestrebten Aussagewahrscheinlichkeit abhängig.

Das 95%-Vertrauensintervall darf nicht so betrachtet werden, dass es den Bereich angibt, in dem ein einzelner Messwert mit 95% Wahrscheinlichkeit liegt. Mit dem Vertrauensintervall beurteilt man üblicherweise den Bereich, in dem ein unbekannter, mit Hilfe von n Messungen ermittelter Wert (hier: die Schubspannung) mit einer bestimmten Wahrscheinlichkeit liegt. Dazu wird aus statistisch schwankenden Messwerten der Mittelwert gemäß Gleichung (2) berechnet, und anschließend der Vertrauensbereich gemäß Gleichung (4). Man kann dann, z.B. bei der Ermittlung der mittleren Konzentration einer zunächst unbekanntem Mischung, aussagen, dass der wahre Wert (z.B. die Konzentration einer Komponente der Mischung) mit einer vorgegebenen Wahrscheinlichkeit (z.B. 95%) innerhalb des Vertrauensbereichs um den Mittelwert liegt. Dementsprechend könnte man bei den hier betrachteten Fließortmessungen sagen, dass der „richtige“ Wert der Schubspannung mit 95% Wahrscheinlichkeit innerhalb des 95%-Vertrauensbereichs um den Mittelwert liegt. Letzteres gilt aber nur für den Fall, dass das identische Schüttgut untersucht wird, also z.B. die Feuchte immer gleich ist (mehr hierzu im Abschnitt 4). Ist dies nicht der Fall, gibt es nicht genau einen wahren Wert.

Man sieht an Gleichung (4), dass a und damit die Breite des Vertrauensintervalls immer kleiner werden, desto mehr Messwerte (Anzahl n) zur Berechnung herangezogen werden. Hierdurch wird

berücksichtigt, dass mit zunehmender Anzahl von Messwerten eine größere Datenbasis vorhanden ist, wodurch die Aussage zur Lage des Mittelwertes bei gleicher Aussagewahrscheinlichkeit immer genauer wird (genauer = abnehmende Breite des Vertrauensintervalls).

Übersteigt die Zahl der Messungen n den Wert 6, wird a kleiner als die Standardabweichung s (s. Gleichung (5); bei einer Wahrscheinlichkeit von 95% und $n = 7$ ist $t = 2,447$ und somit $a = 0,925s$). Um so größer die Anzahl der Messungen n ist, desto mehr der herangezogenen Einzelmesswerte τ_i liegen dann außerhalb des Vertrauensbereichs.

Da im Rahmen des Ringversuchs (insbesondere für das Ringschergerät RST-XS) eine große Zahl von Messwerten zur Verfügung steht, ergibt sich entsprechend der vorangegangenen Argumentation ein sehr schmaler 95%-Vertrauensbereich bzw. sehr kleiner Wert a , der deutlich kleiner ist als die Standardabweichung. Wenn in Zukunft jemand Messungen mit CRM-116 durchführt, wird er feststellen, dass das sehr schmale Konfidenzintervall kaum zu treffen ist. Wie weiter oben argumentiert wurde, sagt das Konfidenzintervall auch nichts zur Wahrscheinlichkeit der Lage weiterer Messwerte aus.

Damit ist gezeigt, dass das Konfidenzintervall für die Einordnung eigener Messungen in einen Streubereich nicht geeignet ist, auch wenn es in [2] verwendet wurde. Daher wird hier hauptsächlich die Standardabweichung betrachtet. Im Vergleich dazu wird auch die Standardabweichung der Messungen mit dem Jenike-Schergerät aus [2] angegeben.

Nimmt man eine Normalverteilung der Messwerte an, liegen etwa 68,3 % der Messwerte im Intervall $\tau_m \pm s$, und etwa 95,5 % im Intervall $\tau_m \pm 2s$. Da das Konfidenzintervall sehr schmal ist, kann vereinfacht ausgesagt werden, dass ein zukünftiger Messwert mit einer Wahrscheinlichkeit von etwa 68% im Intervall $\tau_m \pm s$ liegt, und mit etwa 95% Wahrscheinlichkeit im Intervall $\tau_m \pm 2s$. Diese Aussage ist nicht völlig exakt, erlaubt aber eine Einordnung eigener Messwerte.

Zur Berechnung eines Konfidenzintervalles ist außerdem festzustellen, dass dies strenggenommen nicht sinnvoll ist, wenn die Feuchte der Proben aufgrund ungleicher Umgebungsbedingungen bei den einzelnen Messungen variiert und die Messergebnisse beeinflusst. In diesem Fall misst man nicht in allen Fällen das identische Material, so dass es keinen „wirklichen“ Mittelwert der Schubspannungen mit zugehörigem Konfidenzintervall gibt.

4 Einfluss der Luftfeuchtigkeit

Die Luftfeuchtigkeit beeinflusst die Fließeigenschaften des Kalksteinmehls [2]. Die Temperatur ist im Bereich üblicher Raumtemperatur von untergeordneter Bedeutung. Daher wurden hinsichtlich der Feuchtigkeit und Vorbereitung der Proben Vorgaben gemacht. Ideal wäre es gewesen, wenn alle Teilnehmer das Kalksteinmehl bei genau den gleichen atmosphärischen Bedingungen vorbereitet hätten und auch bei diesen Bedingungen die Messungen durchgeführt hätten. Dazu wäre bei jedem Teilnehmer ein klimatisiertes Labor erforderlich gewesen. Um möglichst viele Teilnehmer einzubeziehen, konnten diese Vorgaben insbesondere hinsichtlich der Luftfeuchte nicht eingehalten werden. Dadurch wurden die Messungen unter unterschiedlichen Bedingungen durchgeführt:

- Lagerung und Messungen bei gleichen und bekannten Bedingungen
- Lagerung und Messung bei gleichen, aber unbekanntem Bedingungen
- Lagerung bei bekannten Bedingungen, Messung bei anderen, bekannten Bedingungen

– Lagerung bei bekannten Bedingungen, Messung bei anderen, unbekanntem Bedingungen

Einige Teilnehmer variierten die Bedingungen bei der Probenvorbereitung bewusst, um im Sinne der Vorgaben Messergebnisse bei unterschiedlichen Feuchtigkeiten zur Verfügung stellen zu können. Damit liegen Messergebnisse vor, bei denen die Temperatur bei Vorbereitung und/oder Messung im Bereich 18°C bis 25°C, die Luftfeuchtigkeit zwischen 28%rF bis 70%rF lag.

Der Einfluss der Luftfeuchtigkeit auf die Schubspannungen wurde bereits früher bei den Messungen mit dem Jenike-Schergerät ermittelt [2]. Zumindest im Bereich ab 40% relativer Luftfeuchtigkeit (40%rF) ist eine Zunahme der Schubspannung mit steigender Luftfeuchte zu sehen. Mit dem Ringschergerät RST-XS wurde vom Verfasser bei definierten und gleichen Bedingungen bei Lagerung und Messung ein ähnlicher Anstieg der Schubspannung beobachtet. So ergibt sich beim Ringschergerät RST-XS im Bereich zwischen 34%rF und 50%rF beim kleinsten Spannungsniveau (Nr. 1 in Tabelle 1) ein Anstieg der Schubspannung von im Mittel etwa 5 Pa pro Anstieg von 1%rF. Für den gleichen Feuchtigkeitsbereich und ähnlich kleine Spannungen lässt sich aus den Daten in [2] ein etwa gleicher mittlerer Schubspannungsanstieg ermitteln.

Zu größeren Normalspannungen hin wird der absolute Schubspannungsanstieg, der sich pro Feuchtezunahme um 1%rF ergibt, größer. Er liegt beim Spannungsniveau 4 im Mittel bei etwa 10 Pa. Das Verhältnis von Schubspannungsanstieg pro %rF zu Normalspannung nimmt demnach mit zunehmender Normalspannung ab. Dies ist plausibel, da der Einfluss von Haftkräften, die von der auf der Partikeloberfläche adsorbierten Feuchte abhängen, generell mit zunehmendem Normalspannungsniveau geringer wird [3]. Es ist aber anzumerken, dass die Datenbasis für eine Bewertung des Einflusses der Luftfeuchtigkeit zu gering ist, um genaue Aussagen vornehmen zu können. Hierzu würde man mehr Messungen benötigen, die unter definierten Bedingungen bei Lagerung **und** Messung durchgeführt wurden.

Einzelne Messergebnisse legen den Gedanken nahe, dass bei Lagerung der Probe unter definierten Bedingungen, aber anschließender Handhabung des Materials unter **anderen** Bedingungen (z.B. Füllen der Scherzelle) eine relativ schnelle Änderung der Fließeigenschaften eintritt. Offensichtlich passen sich die Adsorptionsschichten der Umgebungsatmosphäre innerhalb kurzer Zeit an. Daher spielt es eine Rolle, wie lange der Probenbehälter geöffnet wird, wie schnell das Einfüllen erfolgt, wie groß der Unterschied zwischen der relativen Feuchte bei Lagerung und Handhabung ist, oder ob im Einzelfall für jede Messung eine frische Probe aus dem Klimaschrank benutzt wurde. Da diese Vorgehensweisen nicht bis ins Detail vorgegeben werden konnten bzw. nur wenige Teilnehmer die Möglichkeit hatten, die Umgebungsbedingungen bei Lagerung und Messung vorzugeben, ist zu erwarten, dass das Kalksteinmehl bei der Messung nicht in allen Fällen im Gleichgewicht mit der angegebenen Luftfeuchtigkeit bei Lagerung war.

Aus den oben genannten Gründen ist daher davon auszugehen, dass die Zustände der Kalksteinmehlproben bei den Messungen nicht in allen Fällen definiert waren. Dies ist später bei der Bewertung der Ergebnisse zu berücksichtigen.

Die beschriebene Unterschiedlichkeit der Umgebungsbedingungen soll aber den hier beschriebenen Ringversuch nicht entwerten, denn letztlich ist dies ein Zugeständnis an die praktischen Verhältnisse. Nur wenige Labors sind in der Lage, Lagerung und Messung unter den gleichen definierten Bedingungen durchzuführen. Wenn also die hier gewonnenen Ergebnisse dafür verwendet werden, einen Bereich zu erwartender Ergebnisse festzulegen, so wird dieser Bereich auch die unterschiedlichen Umgebungsbedingungen enthalten. Somit muss jemand, der seine eigenen Ergebnisse an diesem Bereich beurteilen möchte, weniger Aufwand hinsichtlich Klimatisierung etc. treffen. Der Preis für diese Vorgehensweise ist natürlich, dass der Streubereich der hier

gewonnenen Ergebnisse, gemessen an der Standardabweichung, durch die unterschiedlichen Umgebungsbedingungen größer wird.

5 Ergebnisse

Die Ergebnisse aller zur Verfügung gestellten Messungen für die unter Abschnitt 2, Absatz 4 definierten Bedingungen zeigen die Diagramme in den Abb. 5.1 bis 5.4 für das Ringschergerät RST-XS, und die Abb. 5.5 bis 5.8 für das Ringschergerät RST-01.pc. Die Messpunkte jedes gemessenen Fließortes sind mit Linien verbunden, auch der Anshepunkt. Dies ist **nicht** die Konstruktion des Fließortes, sondern soll nur der Übersichtlichkeit dienen. Man kann so erkennen, dass die Linienzüge der einzelnen Messungen weitgehend parallel zueinander verlaufen. Das heißt, dass der Schwankungsbereich der gesamten Messwerte nicht durch die Schwankungen einzelner Messpunkte eines Fließortes entsteht, sondern sich die Schubspannungsniveaus einzelner Fließorte insgesamt etwas unterscheiden.

Es ist zu beachten, dass die Diagramme die Ergebnisse enthalten, die bei unterschiedlichen Umgebungsbedingungen ermittelt wurden (Temperaturen von 18°C bis 25°C, Luftfeuchte von 28%rF bis 70%rF). Dieser Einfluss wird weiter unten diskutiert.

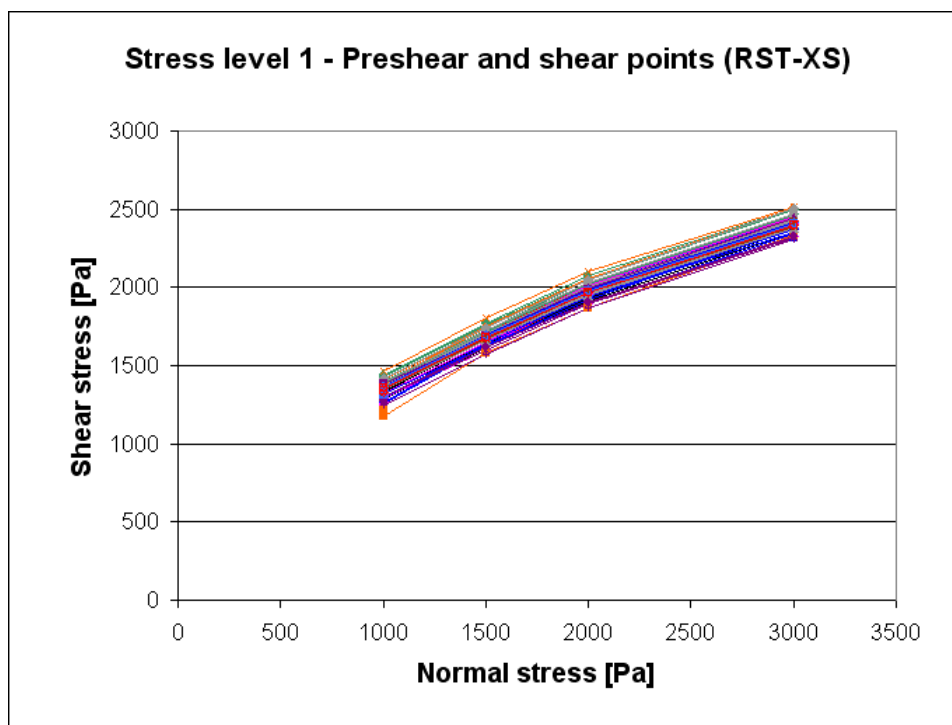


Abb. 5.1: Messpunkte bei Spannungsniveau 1 (RST-XS, 60 Fließorte)

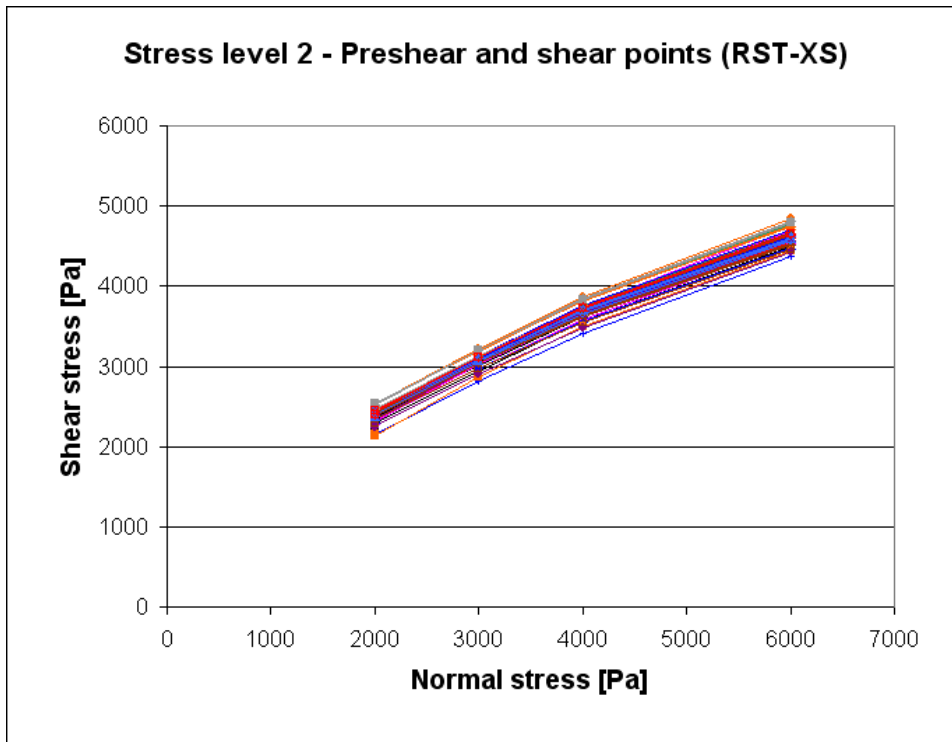


Abb. 5.2: Messpunkte bei Spannungsniveau 2 (RST-XS, 59 Fließborte)

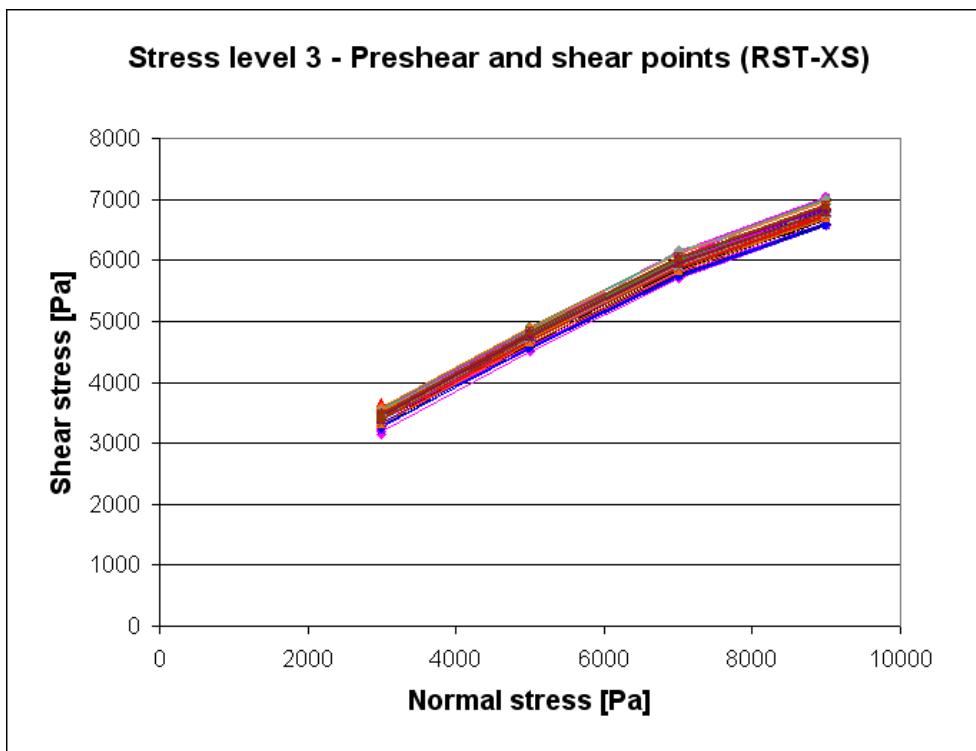


Abb. 5.3: Messpunkte bei Spannungsniveau 3 (RST-XS, 52 Fließborte)

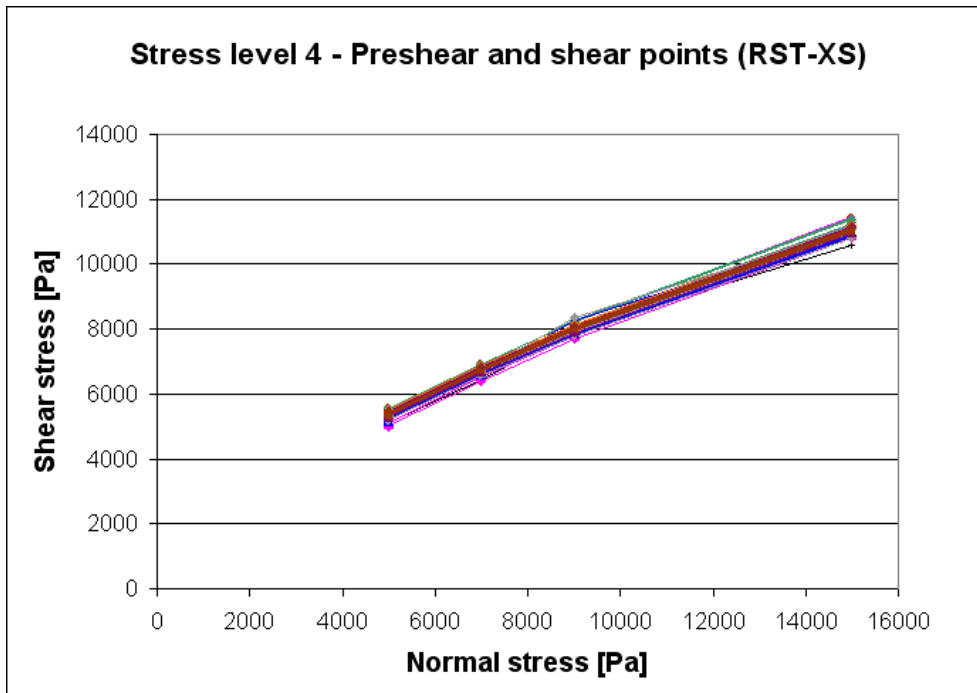


Abb. 5.4: Messpunkte bei Spannungsniveau 4 (RST-XS, 52 Fließorte)

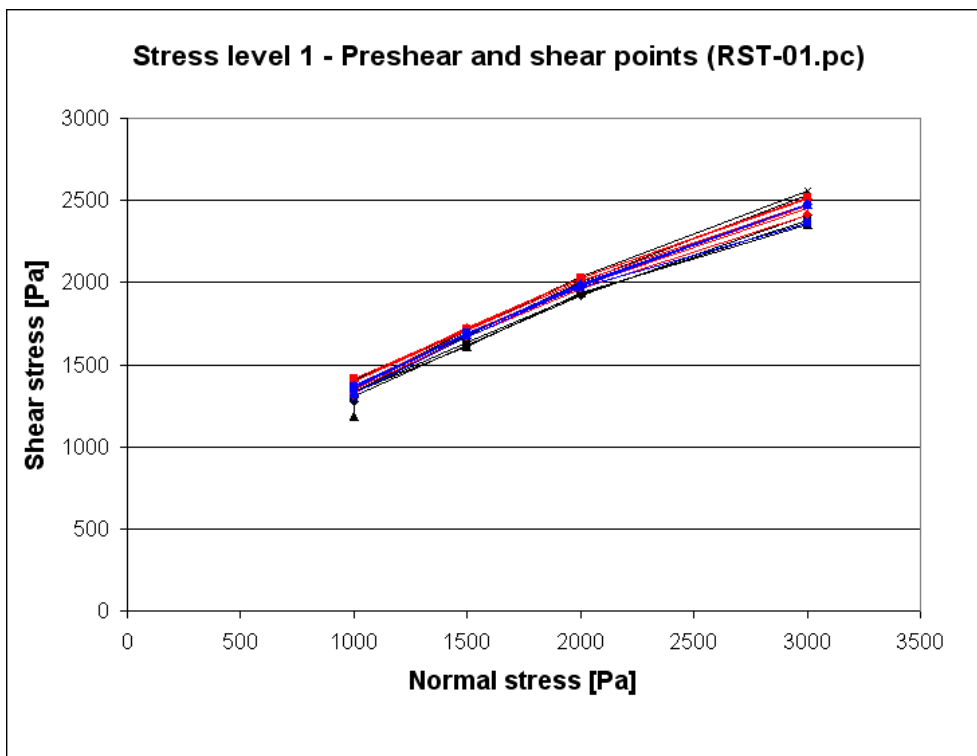


Abb. 5.5: Messpunkte bei Spannungsniveau 1 (RST-01.pc, 19 Fließorte)

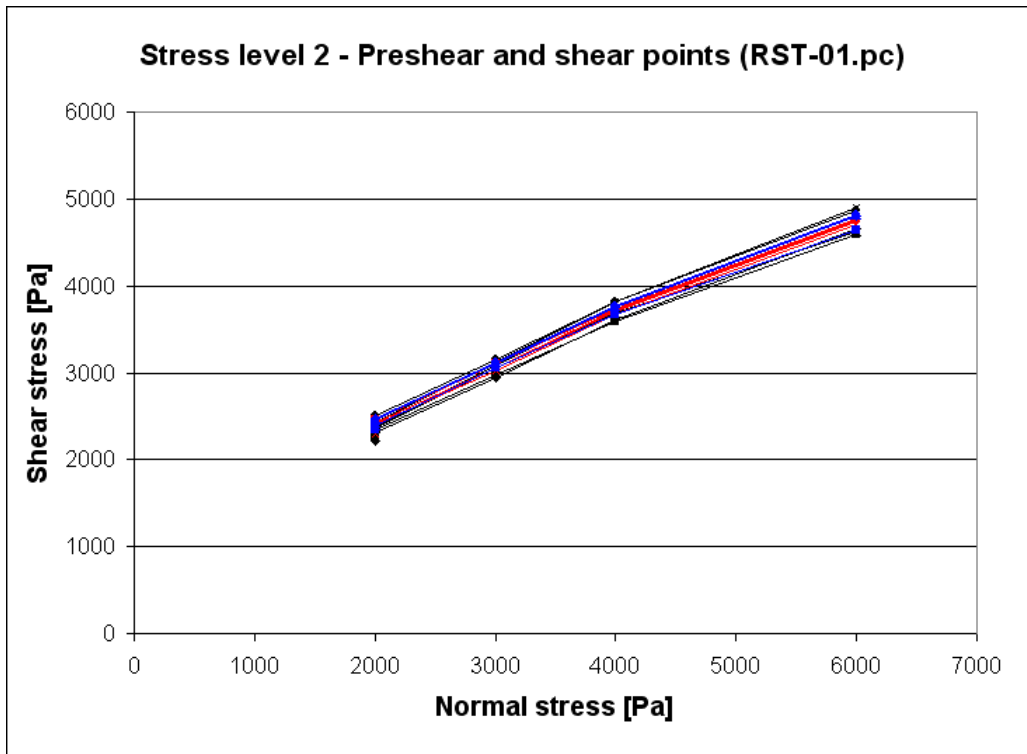


Abb. 5.6: Messpunkte bei Spannungsniveau 2 (RST-01.pc, 17 Fließorte)

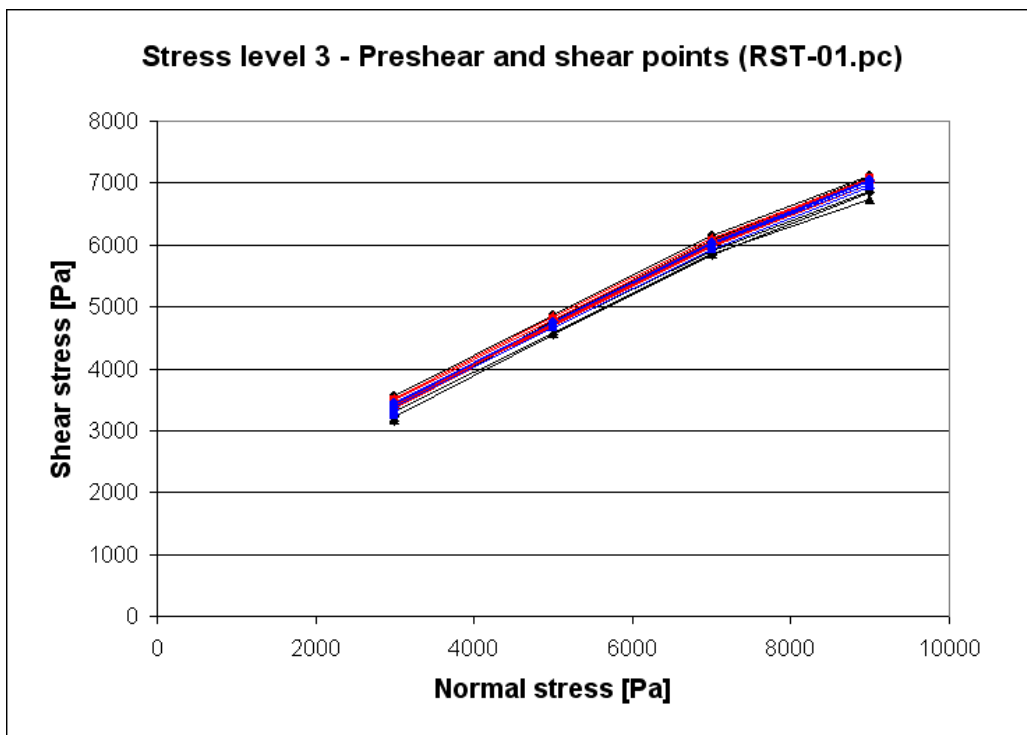


Abb. 5.7: Messpunkte bei Spannungsniveau 3 (RST-01.pc, 16 Fließorte)

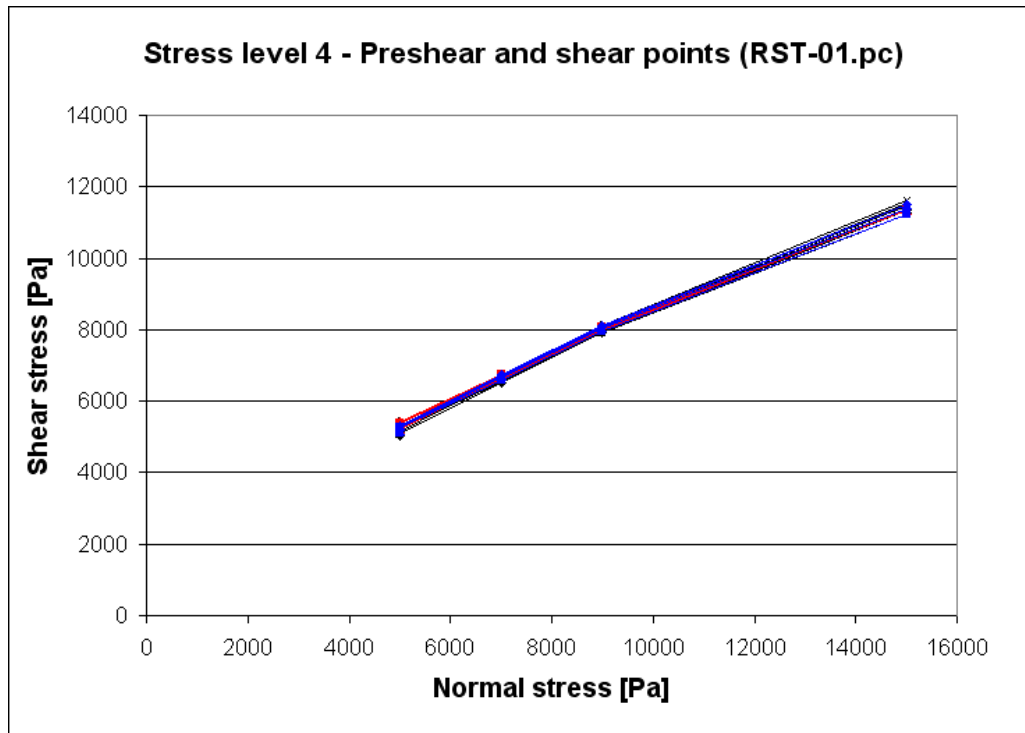


Abb. 5.8: Messpunkte bei Spannungsniveau 4 (RST-01.pc, 16 Fließorte)

Wie in Abschnitt 3 erläutert, wurden aus den Messreihen in Anlehnung an die Vorgehensweise beim Jenike-Schergerät [2] Standardabweichungen und Konfidenzintervalle berechnet. Als Beispiel zeigt Abb. 5.9 die beim Spannungsniveau 2 mit dem RST-XS erhaltenen Werte im Vergleich zu den entsprechenden Werten des Jenike-Schergerätes aus [2]. Man erhält daraus die folgenden Befunde, die auch für die anderen Spannungsniveaus gelten:

1. Das Ringschergerät liefert einen im Vergleich zu den Messwerten des Jenike-Schergerätes erheblich schmalen Streubereich, gekennzeichnet durch die kleinere Standardabweichung bzw. das schmalere Intervall $\tau_m \pm s$ um den Mittelwert.
2. Die Schubspannungen des Ringschergerätes liegen im oberen Bereich des Konfidenzintervalls $\tau_m \pm a$ bzw. des Intervalls $\tau_m \pm s$ des Jenike-Schergerätes. Bei kleinen Spannungsniveaus werden die Bereiche des Jenike-Schergerätes zum Teil auch etwas überschritten.
3. Wie oben diskutiert, ist das 95%-Konfidenzintervall $\tau_m \pm a$ beim Ringschergerät sehr schmal (die hellroten Linien für das Konfidenzintervall liegen ganz dicht am Mittelwert), was nicht nur an der gegenüber dem Jenike-Schergerät kleineren Standardabweichung s liegt, sondern auch an der größeren Zahl der Messungen n (s. Gleichung (4)).

Wegen der sehr schmalen 95%-Konfidenzintervalle beim Ringschergerät und der Überlegungen hinsichtlich ihrer Aussage werden diese hier nicht weiter betrachtet. Stattdessen wird die Standardabweichung als Maß für die ermittelten Wertebereiche herangezogen.

In den Abb. 5.10 bis 5.13 sind die für die Ringschergerätes RST-XS und RST-01.pc ermittelten Mittelwerte der Schubspannungen τ_m (mean) mit den Bereichen $\tau_m \pm s$ (mean \pm std.dev.) aufgetragen. Außerdem sind jeweils die entsprechenden Werte für das Jenike-Schergerät aus [2] gezeigt. Die Zahlenwerte zeigt Tabelle 5.1.

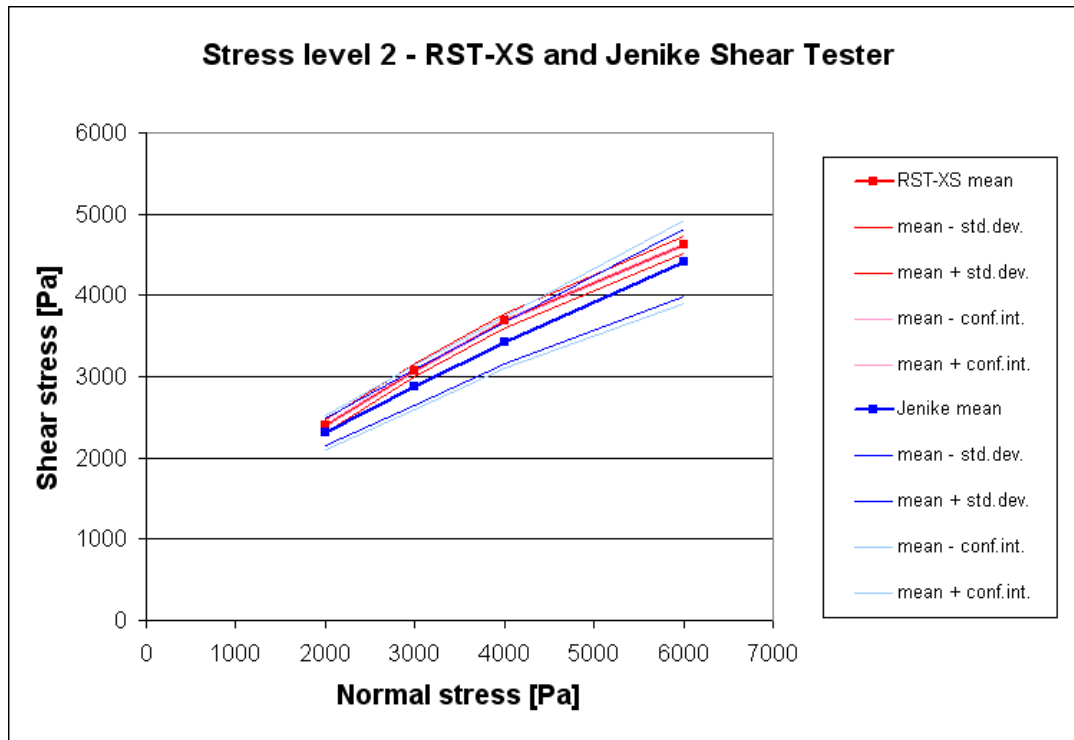


Abb. 5.9: Mittelwerte (mean), Bereiche der Standardabweichung um den Mittelwert $\tau_m \pm s$ (mean \pm std.dev.) und 95%-Konfidenzintervall $\tau_m \pm a$ (conf.int.) von Jenike-Schergerät [2] (blau) und Ringschergerät RST-XS (rot). Werte gelten für Spannungsniveau 2.

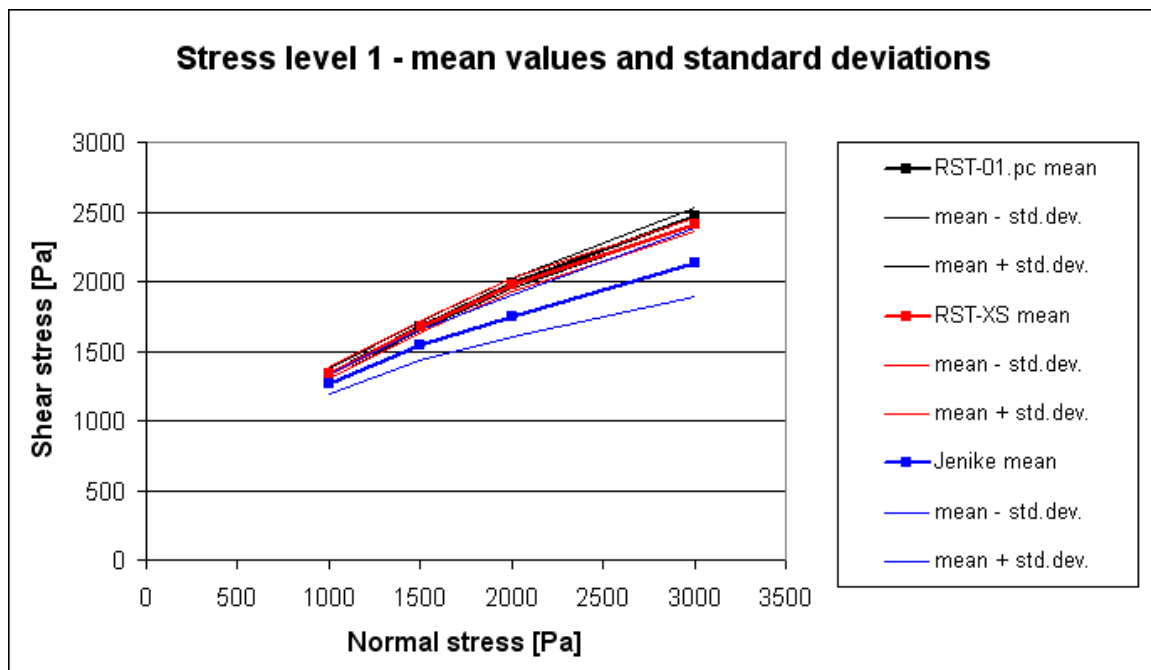


Abb. 5.10: Mittelwerte τ_m (mean) und Bereiche der Standardabweichung um den Mittelwert $\tau_m \pm s$ (mean \pm std.dev.) der Ringschergeräte RST-01.pc (schwarz) und RST-XS (rot) sowie des Jenike-Schergerätes [2] (blau) für Spannungsniveau 1

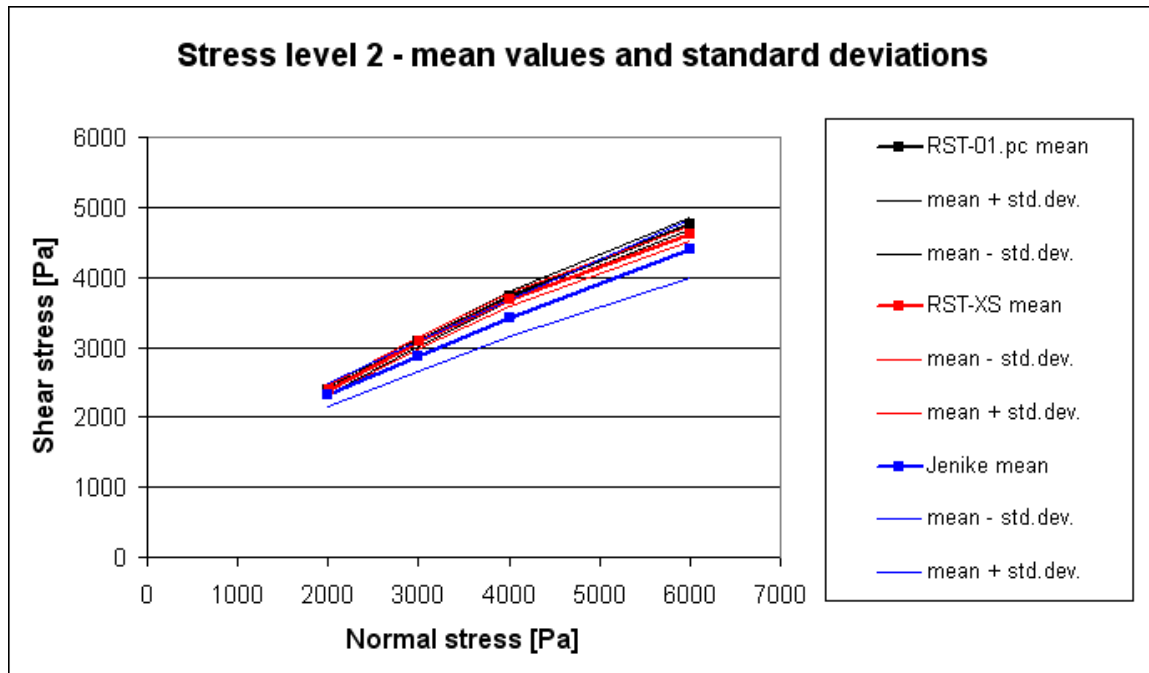


Abb. 5.11: Mittelwerte τ_m (mean) und Bereiche der Standardabweichung um den Mittelwert $\tau_m \pm s$ (mean \pm std.dev.) der Ringschergeräte RST-01.pc (schwarz) und RST-XS (rot) sowie des Jenike-Schergerätes [2] (blau) für Spannungsniveau 2

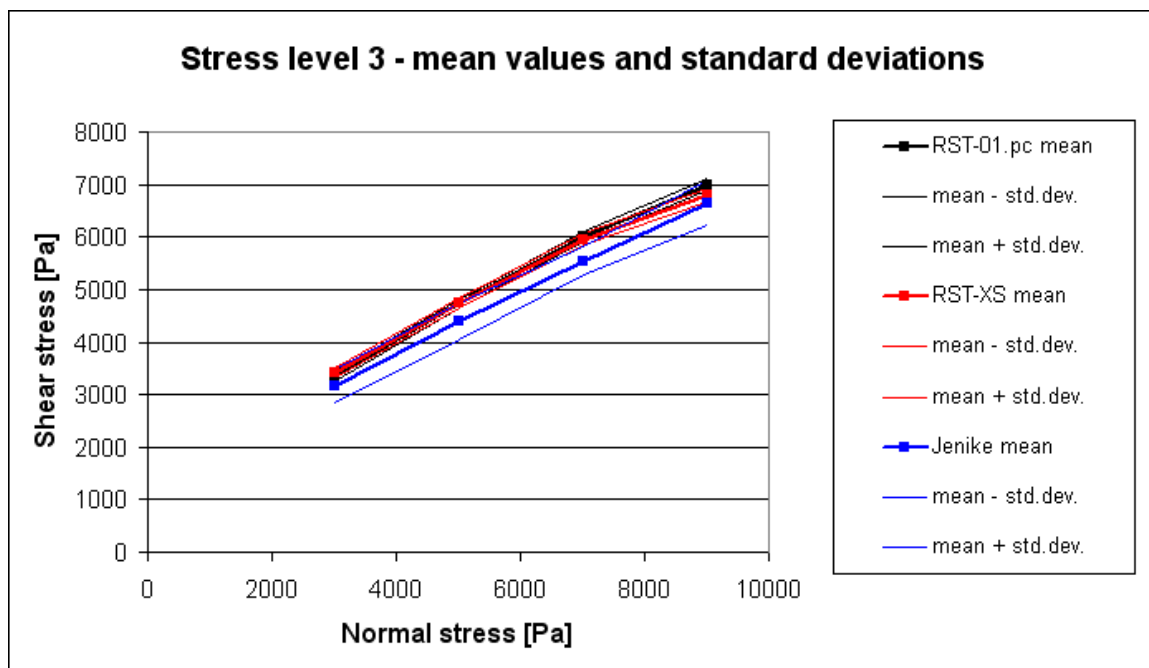


Abb. 5.12: Mittelwerte τ_m (mean) und Bereiche der Standardabweichung um den Mittelwert $\tau_m \pm s$ (mean \pm std.dev.) der Ringschergeräte RST-01.pc (schwarz) und RST-XS (rot) sowie des Jenike-Schergerätes [2] (blau) für Spannungsniveau 3

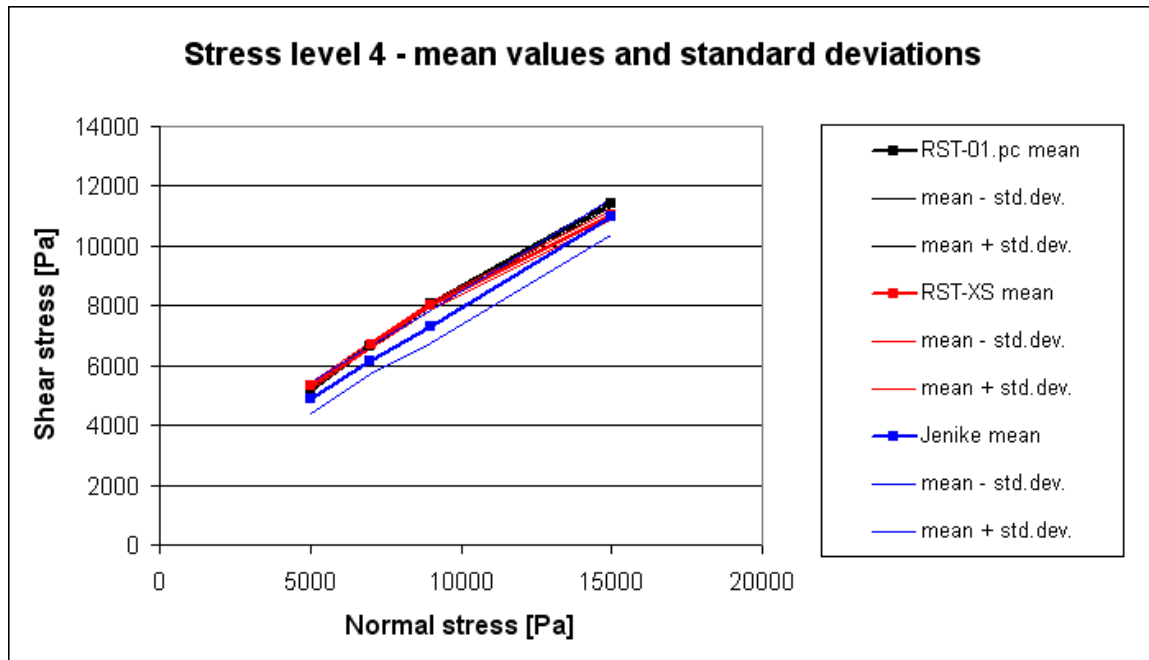


Abb. 5.13: Mittelwerte τ_m (mean) und Bereiche der Standardabweichung um den Mittelwert $\tau_m \pm s$ (mean \pm std.dev.) der Ringschergeräte RST-01.pc (schwarz) und RST-XS (rot) sowie des Jenike-Schergerätes [2] (blau) für Spannungsniveau 4

Stress level	σ [Pa]	RST-01.pc		RST-XS		Jenike Shear Tester [2]	
		τ_m [Pa]	s [Pa]	τ_m [Pa]	s [Pa]	τ_m [Pa]	s [Pa]
1	1000	1337	41	1342	47	1268	75
	1500	1680	31	1678	45	1540	108
	2000	1990	35	1976	49	1749	149
	3000	2471	63	2412	52	2138	245
2	2000	2381	66	2394	78	2318	166
	3000	3078	56	3076	81	2873	219
	4000	3727	65	3686	90	3419	256
	6000	4768	93	4624	101	4409	414
3	3000	3359	94	3414	92	3156	319
	5000	4729	85	4741	97	4385	345
	7000	6008	87	5951	113	5546	259
	9000	7000	105	6801	126	6655	419
4	5000	5230	104	5321	111	4905	517
	7000	6670	71	6700	114	6155	464
	9000	8043	75	7995	137	7308	538
	15000	11420	108	11053	166	10992	615

Tab. 5.1: Mittelwerte τ_m und Standardabweichung s der Ergebnisse der Ringschergeräte RST-01.pc und RST-XS (Temperaturbereich 18°C bis 25°C, Luftfeuchtigkeit 28%rF bis 70%rF) sowie des Jenike-Schergerätes [2] bei allen Spannungsniveaus

Die Ergebnisse zeigen, dass die Messwerte der Ringschergeräte RST-01.pc und RST-XS dicht beieinander liegen und ähnliche Standardabweichungen aufweisen.

Das Verhältnis der Standardabweichung zur gemessenen Schubspannung (s/τ_m) zeigt Tabelle 5.2. Es liegt bei den beiden Ringschergeräten in jeweils ähnlicher Größenordnung, meist zwischen 1,5 % und 3 % (inklusive des Einflusses der unterschiedlichen Luftfeuchte). Beim Jenike-Schergerät sind die meisten Werte im Bereich 5 % bis 11 %. Das Verhältnis s/τ_m nimmt bei den Ringschergeräten mit zunehmendem Spannungsniveau immer weiter ab, was auch an den von Abb. 5.10 zu Abb. 5.13 relativ enger werdenden Bereichen für $\tau_m \pm s$ sichtbar wird. Die wesentlichen Ursachen hierfür dürften sein:

1. Der relative Anstieg der Schubspannungen mit zunehmender Luftfeuchtigkeit ist bei größeren Normalspannungen kleiner (Abschnitt 4).
2. Ein möglicher Einfluss durch die Vorgeschichte des Schüttgutes (z.B. Vorgänge beim Einfüllen) wird sich bei größeren Spannungen weniger auswirken, da die Struktur des Schüttgutes durch das Scheren bei größeren Spannungen stärker verändert wird. Entsprechende Befunde ergaben Messungen bei sehr kleinen Normalspannungen in [4].

Stress level	σ [Pa]	RST-01.pc	RST-XS	Jenike Shear Tester [2]
		s/τ_m [%]	s/τ_m [%]	s/τ_m [%]
1	1000	3,06	3,48	5,89
	1500	1,84	2,69	7,01
	2000	1,76	2,48	8,50
	3000	2,53	2,14	11,47
2	2000	2,76	3,26	7,18
	3000	1,83	2,62	7,62
	4000	1,75	2,43	7,49
	6000	1,96	2,18	9,38
3	3000	2,81	2,70	10,10
	5000	1,80	2,05	7,88
	7000	1,45	1,90	4,67
	9000	1,50	1,85	6,29
4	5000	2,00	2,09	10,53
	7000	1,06	1,70	7,53
	9000	0,93	1,72	7,36
	15000	0,95	1,50	5,59

Tab. 5.2: Auf den Mittelwert τ_m bezogene Standardabweichung s der Ergebnisse der Ringschergeräte RST-01.pc und RST-XS (Temperaturbereich 18°C bis 25°C, Luftfeuchtigkeit 28%rF bis 70%rF) sowie des Jenike-Schergerätes [2] bei allen Spannungsniveaus

Um den Einfluss der Luftfeuchtigkeit zu bewerten, werden Messungen bei zwei unterschiedlichen Umgebungsbedingungen betrachtet, bei denen Temperatur und Luftfeuchtigkeit bei Lagerung und Messung identisch waren. So ist eine mögliche Änderung der Eigenschaften des Kalksteinmehls beim Einfüllen und Messen auszuschließen. Gemessen wurden jeweils zwei Fließorte bei 20°C/50%rF und 22°C/34%rF, also bei etwa gleicher Temperatur, aber deutlich unterschiedlicher Luftfeuchtigkeit. Die Schubspannungen zeigt Abb. 5.14 für das Spannungsniveau 1. Zum Vergleich sind die Grenzen des Bereichs $\tau_m \pm s$ in das Diagramm eingetragen. Es ist zu erkennen, dass die unterschiedliche Luftfeuchtigkeit hier zu einer spürbaren Erhöhung der Schubspannungen führt. Analysiert man die Zahlenwerte genauer, ergibt sich die im Abschnitt 4 genannte

Abhängigkeit der Schubspannung von der Luftfeuchtigkeit, die auch mit dem Jenike-Schergerät festgestellt wurde [2].

In Abb. 5.14 liegt die Differenz der Messwerte bei den beiden untersuchten Feuchtigkeiten etwas unter der Breite des Bereichs $\tau_m \pm s$. Auch bei den anderen Spannungsniveaus sieht man den Einfluss der Luftfeuchtigkeit. Im Mittel ist die Änderung der Schubspannung im Bereich von 34%rF bis 50%rF etwa so groß wie das 1- bis 1,5-fache der Standardabweichung s der entsprechenden Schubspannungswerte aller Messungen. Da bei einzelnen Messungen auch Luftfeuchtigkeiten außerhalb des Bereichs 34%rF bis 50%rF herrschten, ist davon auszugehen, dass der Einfluss der Luftfeuchtigkeit auf die Schubspannung über alle Messungen hinweg noch größer ist. Daraus ist zu schließen, dass die im Rahmen dieser Studie ermittelten Schwankungsbereiche bzw. Standardabweichungen zu einem beträchtlichen Teil aus den unterschiedlichen Umgebungsbedingungen resultieren. Idealerweise müsste ein Ringversuch also so durchgeführt werden, dass überall genau die gleichen Umgebungsbedingungen herrschen, und zwar bei Lagerung **und** Messung. Aber dies wäre, wie schon oben (Abschnitt 4) diskutiert, nicht bei allen Teilnehmern bzw. nur unter größerem Aufwand zu verwirklichen gewesen.

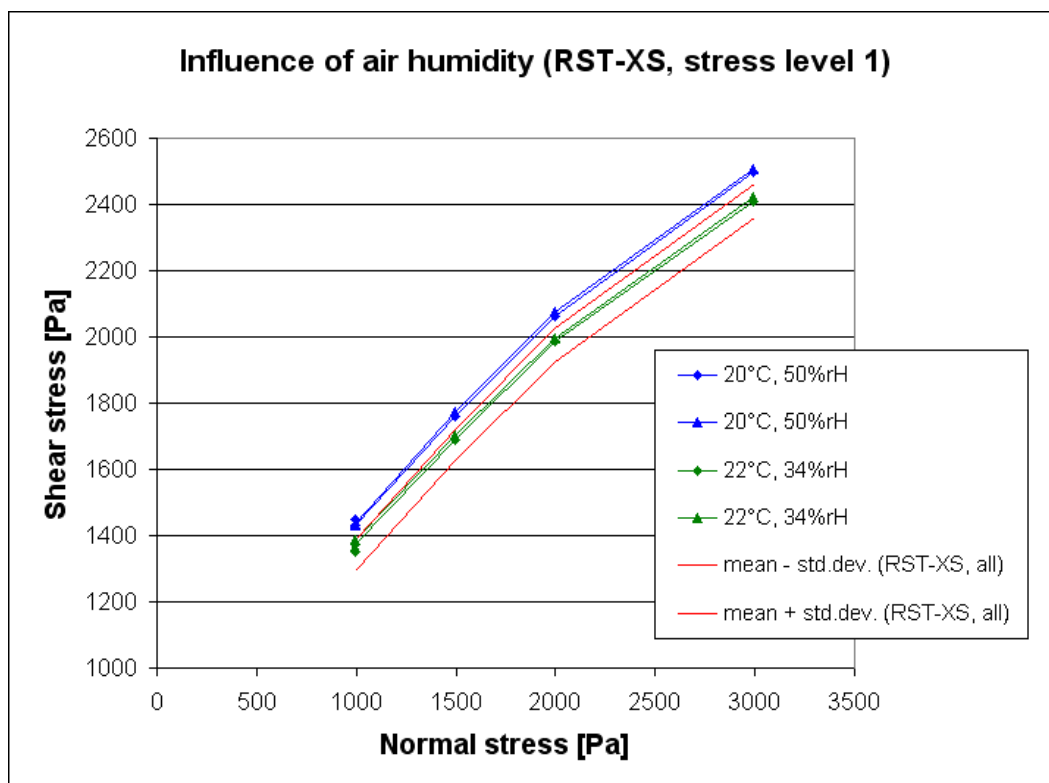


Abb. 5.14: Schubspannungen bei zwei unterschiedlichen Umgebungsbedingungen und Bereiche der Standardabweichung um den Mittelwert $\tau_m \pm s$ aller Messungen mit dem RST-XS (rot) für Spannungsniveau 1

Insgesamt liegen die gewonnenen Messwerte trotz des offensichtlichen Einflusses der unterschiedlichen Umgebungsbedingungen verhältnismäßig dicht beieinander, was sich in den im Vergleich zu den Messungen mit dem Jenike-Schergerät [2] sehr viel kleineren Standardabweichungen zeigt.

Betrachtet man nur Ergebnisse aus einem Labor, die in einem engen Bereich von Umgebungsbedingungen gemessen wurden, sind deutlich kleinere Abweichungen möglich als über die Gesamtheit der eingereichten Messungen. Als Beispiel zeigt Abb. 5.15 die von dem Labor mit den meisten Wiederholungsmessungen eingereichten Ergebnisse für Spannungsniveau 1 (RST-XS). Obwohl

das Kalksteinmehl bei 40%rF und 52%rF gelagert wurde, liegen die Werte dicht beieinander und sind deutlich innerhalb des zusätzlich eingezeichneten Bereichs $\tau_m \pm s$ aller Messergebnisse. Vermutlich ist der Einfluss der Feuchtigkeit bei der Lagerung hier nicht deutlich sichtbar, da die Laborbedingungen bei allen Messungen gleich waren und sich das Kalksteinmehl diesen Bedingungen schnell anpasst (s. oben).

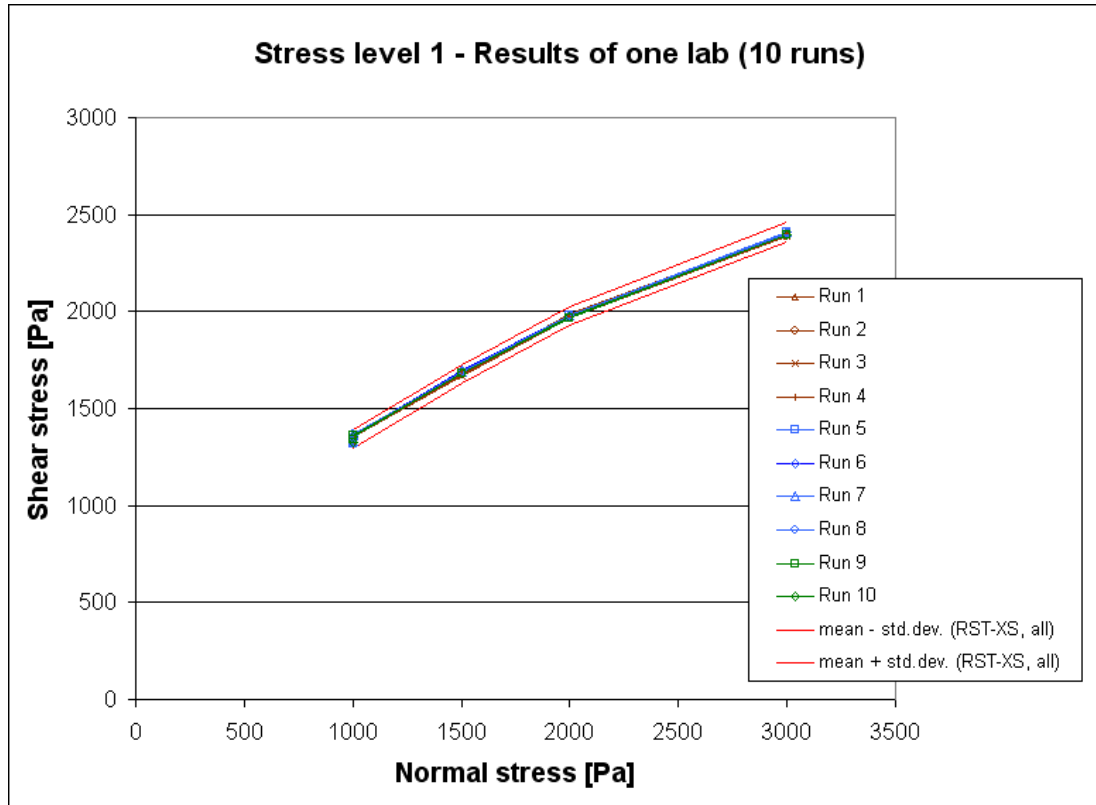


Abb. 5.15: Schubspannungen des Labors mit den meisten Wiederholungsmessungen (Lagerung des Kalksteinmehls bei 40%rF für Run 1 bis 5 und 52%rF für Run 6 bis 10) und Bereiche der Standardabweichung um den Mittelwert $\tau_m \pm s$ aller eingereichten Messungen mit dem RST-XS (rot) für Spannungsniveau 1

6 Nutzung der Ergebnisse und weitere Untersuchungen

Das wichtigste Ziel des Ringversuchs war es, ähnlich wie für das Jenike-Schergerät [2] auch für das Ringschergerät ein Referenzmaterial mit bekannten Eigenschaften nutzen zu können, z.B. um zu prüfen, ob ein Ringschergerät richtig misst. Dies ist zwar zu erwarten, wenn alles richtig kalibriert und eingestellt ist, jedoch gibt es so die Möglichkeit einer zusätzlichen Überprüfung.

In Tabelle 5.1 sind Mittelwerte τ_m und Standardabweichungen s angegeben. Im Bereich $\tau_m \pm s$ liegen bei Annahme einer Normalverteilung 68,3 % der Messwerte, im Bereich $\tau_m \pm 2s$ 95,5 %. An diesen Bereichen sollte man sich bei eigenen Messungen orientieren, d.h., näherungsweise sollten eigene Messwerte mit etwa 68% Wahrscheinlichkeit im Intervall $\tau_m \pm s$ und mit etwa 95% Wahrscheinlichkeit im Intervall $\tau_m \pm 2s$ liegen (s. Abschnitt 3). Da die Luftfeuchtigkeit einen deutlichen Einfluss hat und offensichtlich für einen wesentlichen Teil der Standardabweichung verantwortlich ist, sollten die Umgebungsbedingungen bei Lagerung **und** Messung nicht zu sehr von den in der Messanweisung [1] genannten Werten abweichen (s. Abschnitt 2).

Einen großen Schritt vorwärts bei der Bewertung der Ergebnisse wäre eine systematische Untersuchung des Einflusses der Luftfeuchtigkeit. Dazu wären Mehrfachmessungen bei definierten Bedingungen bei Lagerung **und** Messung durchzuführen. Außerdem wäre es interessant, mehr über die Geschwindigkeit der Änderung der Adsorptionsschichten bei Veränderung der Luftfeuchtigkeit zu erfahren.

7 Zusammenfassung

In insgesamt 27 Labors in Europa und den USA wurden von verschiedenen Personen Messungen mit Ringschergeräten RST-XS und RST-01.pc an einem Standard-Schüttgut, das schon in der Vergangenheit für das Jenike-Schergerät benutzt wurde, durchgeführt. Trotz der unterschiedlichen Umgebungsbedingungen (Temperaturbereich 18°C bis 25°C, Luftfeuchtigkeit 28%rF bis 70%rF) ergab sich ein recht enger Bereich der ermittelten Messwerte, insbesondere bei größeren Spannungen. Untersuchungen zum Einfluss der Luftfeuchtigkeit deuten darauf hin, dass man mit identischen Umgebungsbedingungen während der Lagerung, Vorbereitung und Messung noch bessere Übereinstimmung erzielen könnte, denn der Einfluss der Luftfeuchtigkeit auf die Schubspannungen liegt in der Größenordnung der Standardabweichung.

Mit den berechneten Mittelwerten und Standardabweichungen lässt sich ein Referenzbereich definieren, den man bei zukünftigen Messungen mit dem Standardschüttgut unter Beachtung der Vorgaben hinsichtlich Normalspannungen und Probenvorbereitung mit einer gegebenen Wahrscheinlichkeit treffen sollte (Abschnitt 6). Somit bieten die ermittelten Daten Orientierung für alle Anwender der Ringschergeräte RST-XS und RST-01.pc.

8 Danksagung

Großer Dank gebührt allen, die an der Studie mitgearbeitet haben. Messergebnisse wurden dankenswerter Weise von folgenden Firmen und Institutionen zur Verfügung gestellt (in alphabetischer Reihenfolge): Amgen (USA), AstraZeneca (UK), BASF (D), Boehringer Ingelheim (D), Clariant (D), DSM (NL), Dupont (USA), Fachhochschule Oberösterreich (A), F. Hoffmann- La Roche (CH), Glasgow Caledonian University (UK), GlaxoSmithKline (2xUK), Jenike & Johanson (USA), Kerneos (F), L’Oreal (F), Nestlé (D), Novartis (CH), Nycomed (D), Pfizer (USA, UK), Sanofi (D), Schwedes + Schulze Schüttguttechnik (D), Technische Universität München (D), Unilever (D), University of Birmingham (UK), Wyeth Healthcare (UK).

9 Literatur

- [1] Schulze, D.: Ringversuch (Round Robin Project): Messen der Fließeigenschaften von Kalksteinmehl CRM-116 mit den Ringschergeräten RST-XS und RST-01.pc (2008), pdf-Datei ist verfügbar auf <http://www.dietmar-schulze.de/roundrobin.html>
- [2] Akers, R.J.: EUR14022 – The certification of a limestone powder for Jenike shear testing. Publ. by the Commission of the European communities (1992)
- [3] Schulze, D.: Pulver und Schüttgüter, Springer-Verlag, 2. Auflage (2009)
- [4] Wittmaier, A.: Fließverhalten hochdisperser Pulver bei sehr kleinen Spannungen. Dissertation TU Braunschweig (2003)