

Untersuchungen zur Prozessüberwachung und -regulierung  
bei der Walzenkompaktierung mittels  
Drehmomentenerfassung an der Granuliereinheit

Dissertation

zur

Erlangung des Doktorgrades (Dr. rer. nat.)

der

Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät

der

Rheinischen Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn

vorgelegt von

**Nicole Müller**

aus Hanau

Bonn 2012

Angefertigt mit Genehmigung der Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät  
der Rheinischen Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn

|                    |                                 |
|--------------------|---------------------------------|
| 1. Gutachter:      | Prof. Dr. Klaus-Jürgen Steffens |
| 2. Gutachter:      | Priv. Doz. Dr. Hubert Rein      |
| Tag der Promotion: | 17.07.2012                      |
| Erscheinungsjahr:  | 2012                            |

Warenrechtlich geschützte Handelsnamen werden ohne besondere Kennzeichnung angegeben.

Falls nicht anders gekennzeichnet, geben Fehlerbalken in den abgebildeten Diagrammen die Standardabweichung des arithmetischen Mittelwerts an.

Die vorliegende Arbeit entstand unter der Leitung von  
Herrn Professor Dr. Klaus-Jürgen Steffens, Institut für Pharmazeutische  
Technologie der Rheinischen Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn.

An dieser Stelle möchte ich denjenigen Menschen danken, die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

So gilt mein Dank an erster Stelle meinem Doktorvater, Herrn Prof. Dr. K.-J. Steffens, für die Möglichkeit als externe Doktorandin in seinem Arbeitskreis dieses interessante und praxisnahe Thema bearbeiten zu können. Die Förderung und die Bereitstellung der Arbeitsbedingungen am Institut weiß ich sehr zu schätzen.

Herrn Priv. Doz. Dr. H. Rein danke ich für die Übernahme des Coreferats und die Anfertigung des Zweitgutachtens.

Herrn Prof. Dr. H. Schweim und Herrn Prof. Dr.-Ing. B. Kunz danke ich für ihre Bereitschaft der Prüfungskommission beizuwohnen.

Weiterhin möchte ich mich besonders bei Herrn Dr. Robert F. Lammens für seine stete Diskussionsbereitschaft und Beratung bedanken, die das Voranschreiten meiner Arbeiten gefördert hat.

Meinen Wako-Kolleginnen Carola Schnitzler, Julia Potschadel und Kathrin Lange danke ich für ihre Unterstützung während meiner Versuche im Technikum des Instituts.

Der Firma Gerteis Maschinen + Processengineering AG, Jona, Schweiz gebührt ein Dank für die Hilfestellung bei technischen Fragen, sowie die Bereitstellung des Walzenkompaktors für die Doktoranden an der Uni Bonn.

Meinem Arbeitgeber während der Promotionszeit, der Hochschule Fulda, möchte ich danken, dass ich in meinem Promotionsvorhaben unterstützt wurde.

Was wäre die Promotionszeit ohne Menschen, die neben Tipps und Hilfestellungen im Doktorandenalltag auch für die nötige Motivation und Ablenkung sorgen?! Ein großes Dankeschön an die gemeinsame Zeit mit allen Aktivitäten im und außerhalb des Fachbereichs geht daher an meine Kollegen der Hochschule Fulda: den Herren Dipl.-Ing. (FH) Frank Euring, Dipl.-Ing. (FH) Christoph Luckhardt, Dr. Jens Herrmann und Dr. oec. troph. Michael Wenzel.

Herrn Dipl.-Ing. Sebastian Wiebel danke ich für die kritische Durchsicht meines Manuskripts und für unsere kulinarischen Ausflüge zu unserem ehemaligen schwedischen Arbeitgeber.

Schließlich möchte ich mich aus tiefstem Herzen bei meinen Eltern bedanken, die mich durch meine komplette Ausbildung hindurch bedingungslos unterstützt und aufgebaut haben, wenn es notwendig war.

Philipp, Dir danke ich für Dein unermüdliches Verständnis, Deine moralische Unterstützung in allen Lebenslagen und immer währende Zuversicht.

Für meine Eltern

---

# Inhaltsverzeichnis

|                                                                  |           |
|------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>1. EINLEITUNG UND ZIELSETZUNG .....</b>                       | <b>1</b>  |
| <b>2. THEORETISCHE GRUNDLAGEN.....</b>                           | <b>4</b>  |
| <b>2.1. Trockengranulieren.....</b>                              | <b>4</b>  |
| <b>2.2. Walzenkompaktierung .....</b>                            | <b>5</b>  |
| 2.2.1. Aufbau und Funktionsprinzip.....                          | 5         |
| 2.2.2. Modell zur Pulververdichtung.....                         | 6         |
| 2.2.3. Prozessvariablen, Haupteinflussfaktoren .....             | 8         |
| 2.2.4. Schülpeneigenschaften.....                                | 10        |
| <b>2.3. Grundlagen der Zerkleinerung.....</b>                    | <b>11</b> |
| <b>2.4. Drehmoment als Regelparameter .....</b>                  | <b>12</b> |
| <b>3. MATERIAL UND METHODEN.....</b>                             | <b>13</b> |
| <b>3.1. Verwendete Hilfsstoffe.....</b>                          | <b>13</b> |
| 3.1.1. Mikrokristalline Cellulose.....                           | 13        |
| 3.1.2. Magnesiumstearat.....                                     | 13        |
| <b>3.2. Mischen.....</b>                                         | <b>14</b> |
| <b>3.3. Pulverdichtebestimmung .....</b>                         | <b>14</b> |
| <b>3.4. Walzenkompaktierung .....</b>                            | <b>15</b> |
| 3.4.1. Macropactor .....                                         | 15        |
| 3.4.2. Bestimmung von Schülpeneigenschaften .....                | 17        |
| 3.4.2.1. Schülpenseparierung .....                               | 17        |
| 3.4.2.2. Schülpfestigkeit.....                                   | 18        |
| 3.4.2.3. Bestimmung der “at gap”-Dichte .....                    | 19        |
| 3.4.3. Herstellung von Schülpematerial für Füllgradversuche..... | 21        |
| <b>3.5. Probenteilung .....</b>                                  | <b>22</b> |
| <b>3.6. Partikelgrößenanalyse .....</b>                          | <b>22</b> |
| <b>3.7. Tablettieren.....</b>                                    | <b>23</b> |
| 3.7.1. Pneumohydraulische Tablettenpresse .....                  | 23        |
| 3.7.1. Tensile strength.....                                     | 24        |
| <b>3.8. Datenerfassung und Datenverarbeitung .....</b>           | <b>25</b> |
| 3.8.1. Rohdatenaufbereitung und Darstellung der Daten .....      | 26        |

|             |                                                                                                                     |           |
|-------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| 3.8.2.      | Korrelation des Spannungssignals mit dem Drehmomentsignal .....                                                     | 28        |
| <b>3.9.</b> | <b>Statistische Auswertung .....</b>                                                                                | <b>30</b> |
| <b>4.</b>   | <b>ERGEBNISSE UND DISKUSSION .....</b>                                                                              | <b>32</b> |
| <b>4.1.</b> | <b>Einflussfaktoren auf das Rotor-Drehmoment .....</b>                                                              | <b>32</b> |
| <b>4.2.</b> | <b>Allgemeiner Versuchsablauf .....</b>                                                                             | <b>33</b> |
| <b>4.3.</b> | <b>Schülpenfestigkeit .....</b>                                                                                     | <b>34</b> |
| 4.3.1.      | Kompaktierkraft .....                                                                                               | 34        |
| 4.3.2.      | Bestimmung der Schülpenfestigkeit .....                                                                             | 36        |
| 4.3.2.1.    | Prüfung der Schülpen mit dem Tablettenbohrer .....                                                                  | 36        |
| 4.3.2.2.    | Korrelation Bohrkraft mit Zugfestigkeit .....                                                                       | 38        |
| 4.3.2.3.    | Zusammenhang Schülpenfestigkeit - Drehmoment .....                                                                  | 42        |
| 4.3.2.4.    | Einfluss von Schwankungen der Schülpenfestigkeit auf die<br>Wiederverpressbarkeit.....                              | 43        |
| 4.3.3.      | „Überschmierungsversuch“ .....                                                                                      | 45        |
| 4.3.4.      | Chargendifferenzierung.....                                                                                         | 49        |
| 4.3.5.      | Zusammenfassung.....                                                                                                | 52        |
| <b>4.4.</b> | <b>Schülpenmenge.....</b>                                                                                           | <b>54</b> |
| 4.4.1.      | Rollendrehzahl .....                                                                                                | 54        |
| 4.4.1.1.    | Zusammenfassung Rollendrehzahl.....                                                                                 | 61        |
| 4.4.2.      | Stopp der Schülpenzufuhr.....                                                                                       | 61        |
| 4.4.3.      | Füllgrad .....                                                                                                      | 63        |
| 4.4.3.1.    | unterschiedliche Füllgrade und konstante Schülpenzufuhr .....                                                       | 64        |
| 4.4.3.2.    | unterschiedliche Füllgrade bei geschlossenem Granulator:<br>Abgrenzung Mengeneinfluss von Zerkleinerungseffekt..... | 66        |
| 4.4.3.3.    | unterschiedliche Füllgrade und Zufuhr von Schülpenbruch-<br>stücken.....                                            | 71        |
| 4.4.4.      | Zusammenfassung.....                                                                                                | 74        |
| <b>4.5.</b> | <b>Granulatorparameter.....</b>                                                                                     | <b>77</b> |
| 4.5.1.      | Mahlspalt.....                                                                                                      | 78        |
| 4.5.2.      | Siebmaschenweite .....                                                                                              | 80        |
| 4.5.3.      | Siebtyp .....                                                                                                       | 82        |
| 4.5.4.      | Abnutzungsgrad des Siebs .....                                                                                      | 84        |
| 4.5.5.      | Vorbrecher .....                                                                                                    | 88        |
| 4.5.5.1.    | Einfluss auf Signalhöhe in ccw-Drehrichtung .....                                                                   | 88        |

|             |                                                      |            |
|-------------|------------------------------------------------------|------------|
| 4.5.5.2.    | Einfluss verschiedener Vorbrecherpositionen .....    | 90         |
| 4.5.5.3.    | Einfluss auf Zerkleinerung.....                      | 92         |
| 4.5.6.      | Drehwinkel .....                                     | 93         |
| 4.5.7.      | Drehgeschwindigkeit .....                            | 95         |
| 4.5.8.      | Signalunterschiede der Drehrichtungen .....          | 97         |
| 4.5.9.      | Zusammenfassung.....                                 | 99         |
| <b>5.</b>   | <b>ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK .....</b>            | <b>103</b> |
| <b>6.</b>   | <b>ANHANG.....</b>                                   | <b>107</b> |
| <b>6.1.</b> | <b>Verwendete Geräte.....</b>                        | <b>107</b> |
| <b>6.2.</b> | <b>Verwendete Substanzen .....</b>                   | <b>107</b> |
| <b>6.3.</b> | <b>Pyknometrisch ermittelte Partikeldichte .....</b> | <b>108</b> |
| <b>7.</b>   | <b>LITERATURVERZEICHNIS .....</b>                    | <b>109</b> |
| <b>8.</b>   | <b>ABKÜRZUNGSVERZEICHNIS.....</b>                    | <b>117</b> |
|             | <b>Lebenslauf.....</b>                               | <b>120</b> |



## 1. Einleitung und Zielsetzung

Granulationsprozesse finden in allen Bereichen der Schüttgüterindustrie statt. Sei es in der chemischen, der pharmazeutischen oder in der Lebensmittelindustrie, die Granulierung von pulverförmigen Schüttgütern soll eine Verbesserung diverser Eigenschaften bewirken:

Durch den Prozess der Kornvergrößerung werden die Fließeigenschaften eines Pulvers enorm verbessert, was die Handhabung im anschließenden Verarbeitungsprozess erleichtert. Mischungen aus Pulvern unterschiedlicher Bulkichte und Partikelgröße weisen eine hohe Entmischungstendenz auf. Durch einen Granulierschritt werden gleiche Bulkichten erhalten und die resultierende Partikelgröße kann gesteuert werden. Somit werden Gewichts- und Doseinheitlichkeit verbessert. Ein weiterer wichtiger Punkt ist die Minimierung von Stäuben, welche bei feinem oder mikronisiertem Material die Gefahr von Staubexplosionen bergen, als auch zur Gesundheitsschädigung beim Einatmen führen können. Nicht zu vergessen ist der Fakt, dass granuliertes Material Flüssigkeiten leichter aufnehmen kann. Dies führt zu schnellerer und verbesserter Auflösung und Dispergierung [1].

Im Prozess der Herstellung pharmazeutischer Darreichungsformen stellt das Granulat zumeist ein Zwischenprodukt in der Tablettierung oder der Kapselfertigung dar, kann jedoch auch ein Fertigprodukt sein. Im letzt genannten Fall wird das Granulat entweder vor Einnahme in einer Flüssigkeit dispergiert oder direkt eingenommen.

Die Walzenkompaktierung, ein Verfahren der Trockengranulierung, ist eine Technik zur kontinuierlichen Produktion von Granulaten.

Generell sollen kontinuierliche Prozesse dahingehend entwickelt werden, dass ein stabiler Zustand erreicht und aufrechterhalten wird. Über die langen Prozesszeiten kann es jedoch durch Abweichungen kritischer Prozessparameter zu temporären Schwankungen kommen. Daher kommen der Überwachung und der Prozesssteuerung eine elementare Bedeutung zu, um vorab festgelegte Produktspezifikationen einhalten zu können. Während eines Produktionsprozesses werden hierzu Daten aufgenommen, die Steuerungsgrößen für diesen Prozess repräsentieren. Hierbei kann es sich um Prozessparameter handeln oder um

Produkteigenschaften. Die Erfassung erfolgt hierbei bevorzugt in Form von Echtzeitdaten bzw. zeitnahen Daten on-line, in-line oder at-line. Eine on-line Messung bedeutet, dass die zu analysierende Probe vom Prozess abgezweigt und nach der Analyse gegebenenfalls zurückgeführt wird. Bei einer at-line Analyse wird die Probe aus dem Prozess isoliert und in der Prozessumgebung analysiert. Allein bei der in-line Messung erfolgt die Analyse der betreffenden Probe während des laufenden Prozesses. [2] Solche prozessanalytischen Werkzeuge werden im GMP-Umfeld (Good Manufacturing Practice) gemeinhin als Instrumente der Process Analytical Technology (PAT) angesehen. PAT ist im Allgemeinen ein System zum Design, zur Analyse und zur Steuerung der Herstellung, indem kritische Qualitäts- und Leistungsmerkmale von Ausgangsstoffen, Zwischenprodukten und Prozessen zeitnah (z.B. während der Herstellung) gemessen werden, mit dem Ziel die Qualität des Endprodukts zu sichern. Der Fokus der PAT liegt auf dem Verständnis und der Kontrolle des Herstellungsprozesses [3].

Beim Prozess der Walzenkompaktierung beziehen sich die Produkteigenschaften als Steuerungsgrößen zum einen auf das Endprodukt, also das Granulat, oder auf das Zwischenprodukt, nämlich die Schülpen. Wesentliche Eigenschaften des Granulats, die von Interesse sind, sind die Porosität und die Partikelgrößenverteilung. Die Granulateigenschaften werden in der Regel at-line oder nach Prozessende geprüft. Untersuchungen in der Literatur zur in-line Bestimmung der Granulartpartikelgröße mittels einer FBRM-Sonde (Focused Beam Reflectance Measurement) sowie einer Sonde basierend auf einem faseroptischen Ortsfilterverfahren haben keine zufriedenstellenden Ergebnisse erzielt [4]. Porosität, Dichte sowie die Festigkeit sind die zentralen Eigenschaften der Schülpen und beeinflussen die Eigenschaften des durch Zerkleinerung erhaltenen Granulats. Eine Prüfung kann zum einen at-line stattfinden, indem durch einen Probenzug einzelne Schülpen entnommen werden und mittels verschiedener Methoden, wie z.B. NIR, Quecksilberporosimetrie etc. geprüft werden. In-line kann über eine Bestimmung des (Granulat-) Durchsatzes mittels einer Waage unterhalb des Granulatauslasses die sogenannte „at gap“-Dichte ermittelt werden. Prozessparameter, die zur Kontrolle der Schülpeneigenschaften dienen, sind v.a. die spezifische Kompaktierkraft, Spaltbreite (bzw. Schneckengeschwindigkeit) und Rollendrehzahl.

Um auf eventuelle Schwankungen im Prozess frühzeitig reagieren zu können, sind in-line Messsysteme zur Prozesskontrolle und -steuerung zu bevorzugen.

In der vorliegenden Arbeit ist das Ziel, eine in-line Messmethode der Schülpenfestigkeit auf Basis einer Drehmomenterfassung am Zerkleinerungsrotor der Granuliereinheit zu evaluieren. Es soll geprüft werden, ob sich anhand von Änderungen des Drehmoments Schwankungen in der Schülpenfestigkeit während des Kompaktierprozesses detektieren lassen, um in Folge gegebenenfalls nachregulieren zu können. Die Erfassung des Rotor-Drehmoments stellt eine zusätzliche Option der Prozesskontrolle bezüglich der Schülpeneigenschaften dar und trägt zudem zum weiteren Verständnis der Zerkleinerungsvorgänge bei der Walzenkompaktierung bei.

Nach einem Überblick über mögliche Einflussfaktoren auf das Drehmoment werden diese systematisch geprüft und ihr Einfluss auch auf statistische Signifikanz bewertet. Zunächst wird der Kernparameter, die Schülpenfestigkeit, näher untersucht. Durch Drehmomentaufnahme bei verschiedenen spezifischen Kompaktierkräften erfolgt eine Bewertung des Einflusses unterschiedlicher Schülpenfestigkeiten auf das Rotor-Drehmoment. Hierzu werden zudem experimentell ermittelte Schülpenfestigkeiten mit dem Drehmoment in Bezug gesetzt.

Darüber hinaus wird der Effekt der Masse an Schülpen auf das Rotor-Drehmoment analysiert, wobei zwischen einer Veränderung des Schülpendurchsatzes und des Füllgrads in der Zerkleinerungseinheit unterschieden wird. Verschiedene Parameter, die an der Zerkleinerungseinheit selbst variiert werden können, wie beispielsweise die Maschenweite, der Mahlpalt, der Siebtyp, der Drehwinkel und die Drehgeschwindigkeit, werden zusätzlich auf ihre Rolle bei einer Drehmomentänderung geprüft.

Die Kenntnis der verschiedenen beeinflussenden Faktoren soll einen Hinweis darauf geben, ob und inwieweit diese bei Einsatz der Drehmomenterfassung berücksichtigt werden müssen, um gegebenenfalls durch Erstellung neuer Kalibrierwerte Fehlinterpretationen bezüglich der Schülpenfestigkeit zu vermeiden.

## 2. Theoretische Grundlagen

### 2.1. Trockengranulieren

Die Trockengranulierung gehört zu den Verfahren der Abbaugranulierung [5]. Im Gegensatz zu den Prozessen der Feuchtgranulierung (Wirbelschicht- und Mischgranulierung) werden bei der Trockengranulierung weder Flüssigkeiten noch Wärme eingesetzt. Die Pulverpartikel werden unter hohen Drücken (typischerweise 30-70 bar) zu Presslingen verdichtet [6] und in einem anschließenden Zerkleinerungsschritt in geeigneten Mühlen oder Siebmaschinen zu Granulatkörnern desaggregiert.

Die Anwendung von Verfahren der Trockengranulierung begann in den späten 1940er Jahren. In den letzten 15-20 Jahren hat die Popularität dieser Granulierteknik allerdings stark zugenommen, parallel mit der verstärkten Forschung nach neuen Wirkstoffen in der pharmazeutischen Industrie. Viele dieser neuen wirksamen Substanzen sind feuchtigkeitssensitiv und/oder thermolabil, so dass Feuchtgranulierung und Trocknungsschritte problematisch sind und sich eine Notwendigkeit für den Einsatz von Prozessen zur Trockengranulierung ergibt [6].

Die Trockengranulierung kann nach unterschiedlichen Verfahren erfolgen: Wird das Pulver zunächst auf Exzenter- oder Rundläuferpressen zu Tabletten verpresst, spricht man von „slugging“, übernommen aus dem englischen Sprachgebrauch. Hier werden möglichst große Stempel (>20mm) eingesetzt, um auch bei schlecht fließendem Pulver eine möglichst gleichmäßige Befüllung der Matrize zu gewährleisten und einen möglichst hohen Materialdurchsatz zu erzielen [7]. Bei der Walzenkompaktierung hingegen wird das Pulver zwischen zwei gegenläufigen Walzen zu bandförmigen Komprimaten [8], den Schülpen, verdichtet.

Die Haftkräfte, die bei diesen Prozessen eine Rolle spielen, sind hauptsächlich molekulare Wechselwirkungen. Die Verdichtung wird durch hohen äußeren Druck erreicht, wobei sich die Einzelpartikel stark einander annähern. Es kann nötig sein, die Bindungskräfte durch den Einsatz von Trockenbindemitteln (z.B. PVP, MCC) zu erhöhen. Die Bindemittelpartikel befinden sich dann zwischen den anderen Feststoffpartikeln und bei hohen Bindemittelkonzentrationen können sie ein zusammenhängendes Netzwerk bilden [8].

Großer Vorteil der Trocken- gegenüber der Feuchtgranulierung ist neben der schonenden Verarbeitung von feuchte- und hitzeempfindlichen Substanzen auch der geringere Energieverbrauch und die Zeitersparnis durch den fehlenden

Trocknungsschritt. Somit ist die Trockengranulierung die ökonomischste Form der Granulierung [9].

Nachteilig anzusehen ist, dass bei der Zerkleinerung der intermediär gebildeten Komprimata ein hoher Feinanteil entsteht. Während die erneute Rückführung dieses Feinanteils in den Kompaktierprozess in manchen Industriezweigen gängige Praxis ist, kann dies in der pharmazeutischen Herstellung nicht immer angewandt werden, da es zu inhomogenen Produkten führen kann [10], [11].

Dadurch, dass die Trockengranulierung meist einer Tablettierung vorangeht, sind die Auswirkungen des Granulierprozesses auf die Tabletteneigenschaften von Bedeutung: Tabletten hergestellt aus Trockengranulaten weisen oft geringere Bruchfestigkeiten auf, als Tabletten aus Direkttablettierung [12-14]. Diese verringerte Wiederverpressbarkeit von Trockengranulaten wird in der Literatur unterschiedlich erklärt. Zum einen wird postuliert, dass bei der Kompaktierung bereits Bindungsstellen verbraucht werden und das Trockengranulat einer Druckverfestigung („work hardening“) unterliegt. Daher kann es beim anschließenden Tablettieren nicht mehr so stark deformiert werden [15]. Andere Arbeitsgruppen führen die verminderte Kompaktierbarkeit auf die vergrößerte Partikelgröße des Granulates zurück, was verminderte Bindungsflächen zwischen den Partikeln bedeutet [16]. Doch treten diese Effekte nicht bei allen Substanzen auf. Sprödebrüchige Materialien beispielsweise sind weniger empfindlich und auch bestimmte Arzneistoffgruppen besitzen diesen Effekt nicht bzw. zeigen sogar ein gegenteiliges Verhalten [17], [18].

## **2.2. Walzenkompaktierung**

Gegenüber dem „slugging“ hat die Walzenkompaktierung den Vorteil, dass durch die kontinuierliche Fahrweise große Durchsatzmengen erzielt werden. Zudem bieten sich bessere Kontrollmöglichkeiten wichtiger Parameter wie Kompaktierkraft und Druckhaltezeit (Verdichtungsgeschwindigkeit) und die Zugabe von Schmiermitteln zur Pulvermischung kann minimiert oder es kann ganz darauf verzichtet werden [19].

### **2.2.1. Aufbau und Funktionsprinzip**

Das Funktionsprinzip der Walzenkompaktierung ist ungeachtet der unterschiedlichen existierenden Maschinenformen immer gleich:

Pulver oder Pulvermischungen werden zwischen zwei gegenläufig rotierenden Kompaktierwalzen/-rollen gleicher Größe verdichtet. Je nachdem, ob die Walze nun glatt oder profiliert ist, erhält man ein Komprimat als Zwischenprodukt, was bei glatten Walzen als Schülpe und bei profilierten Walzen als Brikett bezeichnet wird. Der beschriebene Verdichtungsprozess läuft in der sogenannten Kompaktiereinheit des Walzenkompaktors ab.

Dieser Einheit vorgeschaltet ist die *Dosiereinheit*. Das zu verarbeitende Pulver muss möglichst gleichmäßig zwischen die beiden Walzen transportiert werden. Da viele Pulver jedoch ungenügende Fließeigenschaften aufweisen, geschieht dies oft über eine Schneckenförderung. Die Schnecken, die sich in Geometrie und Position von Hersteller zu Hersteller unterscheiden können, haben zusätzlich noch die Funktion der Pulverentlüftung als auch der Vorverdichtung [20].

Auch die *Kompaktiereinheit* ist bei den verschiedenen Herstellern unterschiedlich konstruiert. Die Walzen können horizontal (z.B. Hosokawa Bepex GmbH, Leingarten), vertikal (z.B. Alexanderwerk AG, Remscheid) oder auch schräg (Gerteis Maschinen + Processengineering AG, Jona, Schweiz) angeordnet sein [9]. Der Spalt zwischen den Rollen ist bei manchen Maschinen aufgrund zweier feststehender Pressrollen konstant. Gängiger ist jedoch, dass eine Rolle hydraulisch gelagert ist. Dadurch kann der Pressdruck auf das Pulver gesteuert werden und durch die Beweglichkeit ist zudem der Spalt variabel. Hierbei ist zu unterscheiden, ob der variable Spalt zusätzlich geregelt werden kann oder nicht.

Die *Zerkleinerungseinheit* ist der Kompaktiereinheit direkt nachgeschaltet und besteht aus einem rotierenden oder oszillierenden Mahlwerkzeug, welches die intermediären Komprimata (Schülpfen, Briketts) bricht und durch ein Sieb drückt.

### 2.2.2. Modell zur Pulververdichtung

Zur Beschreibung der Abläufe in der Kompaktierzone während des Verdichtungsprozesses existieren diverse Modellvorstellungen. In der gängigen Literatur werden zwischen den Presswalzen drei Bereiche unterschieden, die mitunter unterschiedlich benannt werden [21-23]. In der *Gleitzone* wird nur wenig Druck auf die Pulverpartikel ausgeübt und eine Verdichtung findet durch Partikelumlagerung statt. Die Geschwindigkeit der Walzen ist höher als die des dazwischen befindlichen Materials. Sobald zwischen Produkt und Walzenoberfläche die Relativgeschwindigkeit gegen

Null geht, beginnt mit der *Einzugszone* die eigentliche Presszone [24]. Ab dem Einzugswinkel  $\alpha$  wirken dann die Kompaktierkräfte auf das Material und die Partikel werden plastisch verformt und/oder brechen. Je nach Material variiert dieser Winkel  $\alpha$ : Bei Verarbeitung leicht komprimierbarer Pulver nimmt der Winkel einen größeren Wert an, als bei Kompaktierung von Material mit schlechter Kompressibilität [25]. Nach dem engsten Punkt zwischen den Walzen folgt die *Austrittszone*. Aufgrund elastischer Deformation kann die Schülpendicke wieder zunehmen und somit größer sein, als der eingestellte Spalt.

Um die Kräfte, die im Walzenspalt auftreten, besser erklären zu können, kann man sich nach [26] das Pulver über dem Walzenspalt als eine Summe unendlich vieler dünner Pulverschichten mit gleichen Ausmaßen vorstellen. Annahme ist nun, dass die Höhe  $h$  und die Tiefe  $t$  (entspricht der Walzenbreite) jeder einzelnen Pulverschicht während des Verdichtungsprozesses konstant bleiben. Werden die Pulverschichten immer weiter in Richtung Spalt eingezogen, nimmt die Länge  $l$  dieser Schichten mit kleiner werdendem Spalt ab und somit auch deren Volumen (Abb. 2.1.). Da die Pulvermenge dabei konstant bleibt, nimmt die Dichte jeder Pulverschicht zu.

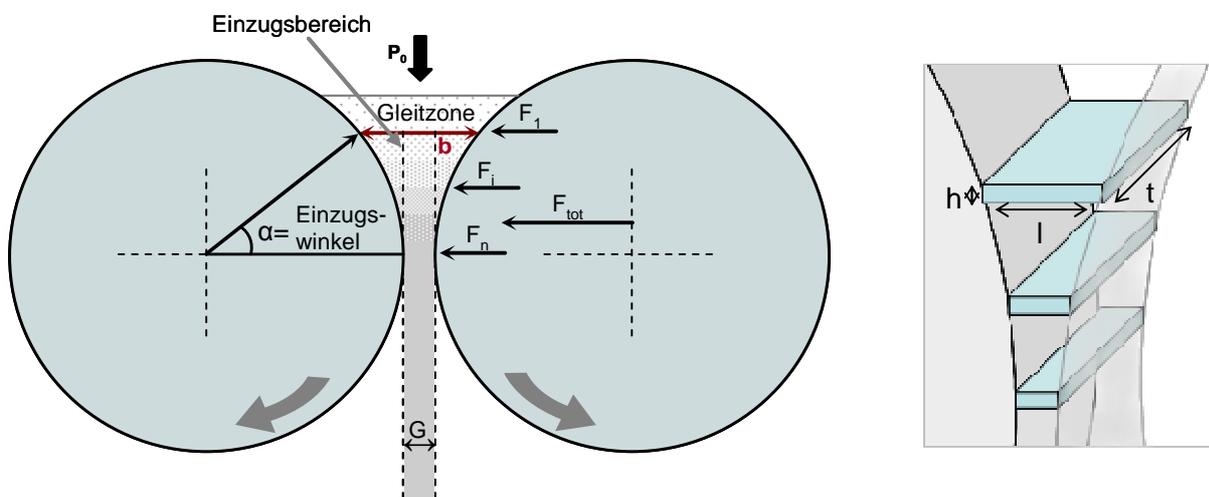


Abb. 2.1. Schichtenmodell zur Pulververdichtung (nach [26])

Mit steigender Dichte üben die Pulverschichten auch mehr Kraft auf die Pressrollen aus, die wiederum im gleichen Maß von der Hydraulik aufgebracht wird. Summiert man die Kräfte der einzelnen Schichten, erhält man die Gesamtkraft  $F_{tot}$ , die beim Verdichtungsprozess aufgewendet wird (Gl. 2.1.):

$$\sum F_i = F_{tot} = F_{Hydraulik} \quad (\text{Gl. 2.1.})$$

Das beschriebene Pulverschichtmodell kann auf Grundlage von Tablettierversuchen mit der zu kompaktierenden Pulvermischung auch zur Vorhersage der Walzenkompaktierkraft für eine bestimmte Schülpendichte oder auch umgekehrt angewandt werden [27], [28].

### 2.2.3. Prozessvariablen, Haupteinflussfaktoren

Die Prozessparameter, die einen wesentlichen Einfluss auf das Zwischenprodukt Schülpe und somit letztendlich auch auf die Granulateigenschaften haben, beeinflussen den Grad der Verdichtung (Tab. 2.1.).

| Einflussfaktor              | Prozessvariable                                                       |
|-----------------------------|-----------------------------------------------------------------------|
| Verdichtungsgrad            | Kompaktierkraft<br>Spaltbreite<br>Geschwindigkeit der Förderschnecken |
| Verdichtungsgeschwindigkeit | Rollendrehzahl                                                        |
| Zerkleinerung               | Siebmaschenweite<br>Siebtyp<br>Mahlspace<br>Granulatortyp             |

Tab. 2.1. Einflussfaktoren auf die Granulateigenschaften, nach [7]

#### **Kompaktierkraft**

Den größten Einfluss auf das Ausmaß der Verdichtung hat die spezifische Kompaktierkraft, welche der auf die Rollenbreite normierten Druckkraft entspricht und meist in Kraft pro cm Walzenbreite (kN/cm) angegeben wird [1], [29].

Mit zunehmender Kompaktierkraft erhöht sich die Dichte der Schülpen und somit die Granulatdichte sowie die mittlere Granulartypgröße [30], [31].

#### **Spaltbreite**

Eine Änderung des Spalts zwischen den Walzenrollen hat einen vergleichbaren Effekt. Bei kleinerem Spalt und konstanter Kraft wird weniger Material durch die gleich gebliebene mechanische Energie beeinflusst, was eine Zunahme der Verdichtung bedeutet [8]. Die Schülpendichte nimmt also bei Abnahme der Spaltbreite zu. Um Spalt- und somit Dichteschwankungen zu vermeiden, gibt es bei

einigen Kompaktortypen eine Spaltregelung, bei der über die Anpassung der Schneckendrehzahlen und somit der geförderten Pulvermenge ein gleichbleibender Spalt gewährleistet wird. Eine höhere Kompaktierkraft oder höhere Rollendrehzahlen bewirken dann eine erhöhte Schneckengeschwindigkeit, um den Spalt konstant zu halten [32].

### **Geschwindigkeit der Förderschnecken**

Bei Maschinen mit variablem Spalt, aber ohne Regelung der Spaltbreite, ist die Drehgeschwindigkeit der Dosierschnecken anstatt des Spaltes zu regulieren [8]. Bei beispielsweise erhöhter Schneckendrehzahl gelangt mehr Material in den Spalt, der sich dadurch öffnet. Der Verdichtungseffekt ist dann bei konstanter Kraft geringer.

Bei Walzenkompaktoren mit einer festen Spaltbreite sollte die Produktzufuhr durch die Schnecken möglichst konstant sein, da durch eine erhöhte Pulvermenge im konstanten Spalt, die Kraft, die auf das Pulver ausgeübt wird, als auch die Dichte zunimmt.

### **Rollendrehzahl**

Durch Variation der Rollendrehzahl verändert man die Druckhaltezeit auf das Pulver. Eine Erhöhung der Rollendrehzahl führt durch eine geringere Komprimierdauer zu einer geringeren Dichte, wobei der Einfluss im Vergleich zu Kompaktierkraft und Spaltweite je nach eingesetztem Material deutlich geringer oder auch nicht relevant ist [4].

### **Zerkleinerung**

Neben den Parametern, die einen Einfluss auf die Schülpendichte haben, spielt die Zerkleinerung an sich auch eine große Rolle für die Granulateigenschaften, insbesondere der Partikelgrößenverteilung [1]. Durch Wahl bestimmter Parameter, wie

- größere Siebmaschenweite,
- größerer Sieb-Rotor-Abstand,
- geeigneter Siebtyp (z.B. Conidurablech anstatt Vierkantdrahtsieb)
- Granulatortyp (z.B. Sternrotor anstatt Taschenmuldenrotor)

lässt sich die Partikelgrößenverteilung in Richtung gröbere Partikel und weniger Feinanteil verschieben [33].

## 2.2.4. Schülpeneigenschaften

Bei konstanten Zerkleinerungsbedingungen hängen Granulateigenschaften, wie Partikelgrößenverteilung und Festigkeit, von der Dichte(verteilung) und der Festigkeit der intermediär gebildeten Schülpfen ab [34], [35]. Daher kann man die Schülpeneigenschaften zur Bewertung der Produktqualität (Granulate, Tabletten) heranziehen.

Ein häufig bestimmter Schülpfenparameter ist die relative Dichte:

$$\rho_r = \rho / \rho_0 \quad (\text{Gl. 2.2.})$$

Die relative Dichte  $\rho_r$  berechnet sich aus der scheinbaren Dichte  $\rho$ , die den Quotient aus Masse und Volumen des Probenkörpers darstellt, sowie aus der wahren Dichte  $\rho_0$ , auch Pulverdichte oder Heliumdichte genannt.

Oftmals wird auch die Porosität  $\varepsilon$  angegeben, die wie folgt mit scheinbarer Dichte  $\rho$  und Partikeldichte  $\rho_0$  in Zusammenhang steht:

$$\varepsilon = 1 - \rho / \rho_0 \quad (\text{Gl. 2.3.})$$

Die relative Dichte ist eine wichtige Produkteigenschaft, die direkt mit den mechanischen Materialeigenschaften verknüpft ist [36-38]. Zur quantitativen Bestimmung werden in der gängigen Literatur verschiedenste Methoden aufgeführt: Neben Pulverpyknometrie [37], [39] und Quecksilberporosimetrie [39] wurden auch oft sog. geometrische Methoden angewandt. Dabei wird ein geometrisch definierter Probenkörper aus der Schülpe mit einem Skalpell ausgeschnitten oder mit einem Stanzmesser ausgestochen (Stanzmethode). Durch Messung der geometrischen Ausmaße und Bestimmung der Partikeldichte  $\rho_0$  lässt sich die relative Dichte  $\rho_r$  berechnen [39-42]. Eine weitere Möglichkeit der Dichtebestimmung besteht unter Ausnutzung des Archimedischen Prinzips bei der sog. Auftriebsmethode [40], [43]. Aber auch moderne PAT-Tools wie NIR-Spektroskopie [40], [44-47] und weitere Analysetechniken, wie Röntgen-Mikro-Computertomographie und Kernspintomographie (NMRI) [47] wurden bereits zu diesem Zweck eingesetzt.

Eine andere Art der Dichtebestimmung bezieht sich auf die Dichte, die die Schülpe im Kompaktierspalt besitzt. Diese sogenannte „at gap“-Dichte wird durch Auffangen und Auswiegen des Schülpfenmaterials über einen festgelegten Zeitraum bestimmt [4], [41] (siehe Kapitel 3.4.2.3.).

Neben der Dichte wurden in zahlreichen Veröffentlichungen auch die mechanischen Eigenschaften der Schülpfen untersucht. Bei Indenterversuchen, die oftmals dem Bereich der Werkstoffkunde entlehnt sind, wird durch Eindringen sog. Indenter

unterschiedlicher Form (z.B. kugelförmig, pyramidenförmig) die Härte der Schülpe bestimmt [34], [40], [48]. Eine weitere mechanische Eigenschaft ist die Bruchfestigkeit, die mittels 3-Punkt-Biege-Versuch an einem umgerüsteten Bruchfestigkeitstester für Tabletten oder einem Texture Analyzer geprüft werden kann [36], [39], [44-46], [49]. Zur Ermittlung der Schülpenfestigkeit wird in der Literatur die Bohrkraft herangezogen, die ein Bohrer aufwendet, um sich in die Schülpe hineinzubohren [27], [29], [50] (vgl. Kapitel 3.4.2.2.).

Die Untersuchungen zu relativer Dichte und mechanischen Eigenschaften zeigen zudem, dass Schülpen nicht homogen sind und je nach Abdichtungssystem der Pressrollen eine unterschiedliche Verteilung aufweisen: Bei verwendeter Kragenabdichtung ist die Dichte/Festigkeit an den Rändern der Schülpe höher, während sich bei z. B. einer Seitenplattenabdichtung die höhere Dichte/Festigkeit im Schülpenzentrum befindet [27].

### **2.3. Grundlagen der Zerkleinerung**

Aufgrund des erheblichen Einflusses des Zerkleinerungsvorgangs auf die Granulatoreigenschaften, nimmt die Zerkleinerung die Position einer kritischen Grundoperation in der Herstellung fester oraler Darreichungsformen ein [51], [52]. Definitionsgemäß ist darunter die Zerteilung von Feststoffen unter der Einwirkung mechanischer Kräfte zu verstehen, wobei es sich in den meisten Fällen um Kombinationen der folgenden mechanischen Belastungen handelt: Reib- oder Scherbeanspruchungen durch Druck oder Schub zwischen zwei Flächen, Prall- oder Schlagbeanspruchung gegen eine Fläche sowie Schneidwirkungen sind hier von Bedeutung. Doch nicht nur die unterschiedlichen Krafteinwirkungen durch die Zerkleinerungsgeräte spielen eine Rolle, auch Materialeigenschaften, wie Festigkeit, Härte, Zähigkeit, Elastizität und Sprödigkeit beeinflussen den Zerkleinerungsvorgang [53]. In der pharmazeutischen Literatur lassen sich nur wenige Informationen über die Mechanismen und Faktoren des Zerkleinerungsvorgangs finden [54], [55].

Geeignete Mühlen zur Zerkleinerung von Schülpen oder Briketts sind oszillierende Siebe und Raspeln oder auch konische Mühlen. Zerkleinerungsprinzipien, die hier zum Tragen kommen, sind Schneidwirkungen sowie Druckanwendung. Gemäß der Einteilungssystematik nach Rumpf [56], werden sie zur Beanspruchungsart I, der Beanspruchung zwischen zwei oder mehr Werkzeugflächen, gezählt.

## 2.4. Drehmoment als Regelparameter

Das Drehmoment ist diejenige physikalische Größe, die bei Beeinflussung von drehbaren Körpern wirkt und hat die gleiche Bedeutung, wie die Kraft bei geradliniger Bewegung [57]. Die Messung von Drehmomenten wird bei einigen Prozessen der pharmazeutischen Entwicklung und Produktion zur Kontrolle und Steuerung eingesetzt. Oftmals liefert die Belastung eines rotierenden Maschinenteils einen Hinweis auf eine bestimmte Produkteigenschaft. So kann beispielsweise bei der Mischergranulierung über die Drehmomentmessung des Rührerschafts der Granulierungsprozess beobachtet und der Endpunkt bestimmt werden. Zu Beginn ist nur ein geringer Widerstand der trockenen Pulvermischung gegen die Drehbewegung des Rührers zu verzeichnen. Mit Zugabe der Granulierflüssigkeit nimmt allerdings die Konsistenz der Pulvermischung zu und es kommt zu Agglomeration. Das Drehmoment steigt in gleichem Maße und zeigt dann bei einer Überfeuchtung der Masse zunächst schwankende Werte aufgrund der Bildung einer bereits pastenartigen Masse an. Bei weiterer Zugabe von Granulierflüssigkeit geht die zu granulierende Masse in eine Suspension über, was anhand eines rapiden Abfalls des Drehmoments zu verzeichnen ist [58]. Ein weiteres Beispiel für den Einsatz der Drehmomentmessung sind Extrusionsprozesse. Hier wird das Drehmoment der Schnecken erfasst, um auf die Konsistenz des geförderten Produktes rückschließen zu können. Bei der Feuchtextrusion als ein Part der Pelletherstellung konnte beispielsweise auch ein linearer Zusammenhang zwischen dem Schneckendrehmoment und dem Wassergehalt im Prozess beobachtet werden. Zudem hat das Drehmoment einen Einfluss auf die Pelletform [59]. Die Bestimmung der Viskosität von flüssigen und halbfesten Formen kann auch über das Drehmoment erfolgen. Bei der Emulsionsherstellung in einem Homogenisiermischer kann über die Drehmomentaufnahme des Mischarms das rheologische Verhalten der Emulsion überwacht werden, so dass gezielt in den Herstellprozess eingegriffen werden kann, um beispielsweise die Produktviskosität einzustellen [60]. Auch beim Walzenkompaktierprozess wird eine Drehmomentmessung zum Teil schon genutzt: In der Dosiereinheit kann die Drehmomentkontrolle der Dosierschnecke dazu verwendet werden, um zum Beispiel bei brückenbildenden Materialien einen konstanten Produktfluss und somit eine homogene Befüllung der Stopfschnecke zu gewährleisten [61].

### **3. Material und Methoden**

#### **3.1. Verwendete Hilfsstoffe**

##### **3.1.1. Mikrokristalline Cellulose**

Als Modell-Hilfsstoff kommt in dieser Arbeit Mikrokristalline Cellulose (MCC) zum Einsatz. Bei MCC handelt es sich um gereinigte, partiell depolymerisierte Cellulose. Die Herstellung erfolgt durch Säurehydrolyse von  $\alpha$ -Cellulose, die durch Aufschlussverfahren und weitere Behandlung mit Lauge aus Holzcellulose gewonnen wird [62]. Im Anschluss an einen Filtrationsschritt folgt die Sprühtrocknung, um ein rieselfähiges Produkt aus trockenen, porösen Partikeln zu erhalten. Das Endprodukt, das als weißes, feines oder körniges Pulver in Erscheinung tritt, ist in unterschiedlichen Qualitäten erhältlich, die sich beispielsweise in der Partikelgröße und dem Feuchtegehalt unterscheiden. Typische Teilchengrößen sind hier 20-200  $\mu\text{m}$  [63].

MCC wird nach Umfragen in der Formulierungsentwicklung als nützlichster Füllstoff (filler-binder) in der Direktverpressung angesehen [64]. Dies ist auf die Eigenschaften und vielfältigen Einsatzmöglichkeiten zurückzuführen. Neben der Verwendung als Füllmittel für Tabletten und Kapseln, wird sie als Trockenbindemittel sowie als Zerfallsmittel eingesetzt. Darüber hinaus wird sie auch oft als Hilfsstoff in der Feuchtgranulation eingesetzt. Aufgrund der guten plastischen Verformbarkeit von MCC werden auch bei geringen Pressdrücken hohe Komprimathärten erhalten [65], was u.a. ausschlaggebend für die Wahl dieses Hilfsstoffes für die Versuche der vorliegenden Arbeit war. Zur Anwendung kam Microcel 101 (Blanver Farmoquimica Ltda., Taboão da Serra - São Paulo, Brasilien) mit einer durchschnittlichen Partikelgröße von 50  $\mu\text{m}$ .

##### **3.1.2. Magnesiumstearat**

Nach Europäischem Arzneibuch (Ph.Eur.) besteht Magnesiumstearat aus einer Mischung von Magnesiumsalzen und verschiedener Fettsäuren, in der Hauptsache Stearin- und Palmitinsäure [66]. In der Herstellung von Tabletten und Kapseln ist es das heute wohl meistgebrauchte Gleit- und Schmiermittel. Die Schmiermittelwirkung soll durch die Ausbildung eines Oberflächenfilms während der Kompression

zustande kommen. Andere Theorien führen sie allerdings auf ein Abgleiten von Schichten innerhalb der Kristalle zurück [7]. Üblicherweise wird Magnesiumstearat in einem Konzentrationsbereich von 0,25%-5% eingesetzt, wobei so wenig wie möglich verwendet werden sollte, da es aufgrund seiner Hydrophobizität die Wirkstofffreisetzung verzögern kann [63]. Weiterhin ist beim Einsatz von Magnesiumstearat zu beachten, dass die Mischdauer zusammen mit Magnesiumstearat einen erheblichen Einfluss auf die Tabletteneigenschaften hat. So bewirkt eine Verlängerung der Mischzeit eine Abnahme der Tablettenhärte sowie einen erhöhten Tablettenabrieb. Das ist darauf zurückzuführen, dass durch das verlängerte Mischen mehr freie Schmiermittelpartikel in den Oberflächenfilm transferiert werden, der die Partikelbindung behindert [67], [68]. Im Rahmen dieser Arbeit kam PharmaVeg (Baerlocher GmbH, Unterschleissheim) zur Anwendung.

### **3.2. Mischen**

Die mikrokristalline Cellulose (MCC) wurde bei den meisten Versuchen ohne vorherige Verarbeitung oder Zusetzen weiterer Hilfsstoffe verarbeitet. Mischungen von MCC mit Magnesiumstearat wurden in einem Rhönradmischer (Typ RRM100/1.4541, J. Engelsmann AG, Ludwigshafen) mit einem Fassungsvermögen von 20 l bei einer Umdrehungsgeschwindigkeit von 20 UpM hergestellt. Der Rhönradmischer gehört zur Klasse der Taumelmischer. Der Füllbehälter steht hier schräg zur Rotationsachse des Rhönrads, wodurch ein Mischeffekt entsteht, der auf einer Kombination der Massen- und Reibungskräfte beruht [69]. Die Befüllung des Mixers erfolgte durch Vorlage eines Teils der MCC, gefolgt von der Einwaage der benötigten Menge Magnesiumstearat und schließlich der Zugabe des restlichen Anteils der MCC, wobei eine maximale Befüllung von 60% des Fassungsvermögens nicht überschritten wurde. Die Mischdauer ist bei der Beschreibung der jeweiligen Versuche angegeben.

### **3.3. Pulverdichtebestimmung**

Die Pulverdichte wurde in dieser Arbeit mit dem Heliumpyknometer AccuPyc 1330 (Micromeritics Instruments Inc., Norcross, USA) bestimmt. Als Messgas wird Helium

verwendet, weil es in feinste Kapillaren und Poren eindringen kann und kaum sorbiert wird. Somit kann die wahre Dichte  $\rho_0$  bestimmt werden [70].

Das Messprinzip beruht auf dem Gesetz von Boyle-Marriott:

$$p_1 \cdot V_1 = p_2 \cdot V_2 = \text{const}, \text{ bei } T=\text{const} \quad (\text{Gl. 3.1.})$$

Das Gerät besteht aus einer Probenzelle und einer Expansionszelle. Nachdem die Probenkammer mit der Probe beschickt wurde, wird das Verbindungsventil zur Expansionskammer geschlossen und das Gas wird unter einem bestimmten Druck eingebracht. Wird das Ventil wieder geöffnet, kann aus der Druckänderung des Gases beim Expandieren vom Proben- in den Expansionsraum unter Anwendung von Gl. 3.1. das Volumen der Probe bestimmt werden. Die beiden Kammervolumina werden durch eine vorherige Kalibrierung ermittelt. Durch Eingabe der vorher durch Wägung ermittelten Probenmasse berechnet das Gerät die Feststoffdichte.

### 3.4. Walzenkompaktierung

#### 3.4.1. Macropactor

Der in dieser Arbeit verwendete Walzenkompaktor ist ein Macropactor vom Typ GMP Polygran 250/100/3 (Gerteis Maschinen + Processengineering AG, Jona, Schweiz). Mit einem Durchsatz von 100 g pro Versuch bis zu 400 kg/h bei kontinuierlicher Fahrweise ist der Macropactor für den Einsatz in Entwicklung, Pilot-Projekten und für die Herstellung von Produktionschargen geeignet [71].

Der Macropactor ist folgendermaßen aufgebaut (Abb. 3.1.):

Die Dosiereinheit setzt sich aus einem Vorratsbehälter (1) sowie drei Förderschnecken (eine Dosier- und zwei Stopfschnecken) zusammen. Ein Auflockerer (2), der wiederum im Vorratsbehälter integriert ist, soll Pulverbrücken zerstören, um einen konstanten Pulverfluss in die Dosierschnecke (3) sicherzustellen. Diese führt das zu kompaktierende Pulver den Stopfschnecken (4) zu, welche für eine konstante Produktzufuhr in die Kompaktiereinheit sorgen. Um auch geringe Mengen verarbeiten zu können, besteht die Möglichkeit Material über einen Kleinstmengentrichter (5) zuzugeben. An diesem Zugang zum System besteht auch die Möglichkeit eines Vakuumschlusses, um die Entlüftungseffizienz zu steigern.

Die Kompaktiereinheit besteht aus zwei Presswalzen (Breite: 100 mm, Durchmesser: 250 mm), die um 30° gewinkelt angeordnet sind. Hierbei unterscheidet man die feststehende Master-Rolle auf der linken Seite (6), die mit einer Kragenabdichtung ausgestattet ist, und die bewegliche Slave-Rolle auf der rechten Seite (7), die Spaltveränderungen während der Kompaktierung ermöglicht. Der Spalt ist somit variabel und kann über eine Spaltregelung auf die eingestellte Spaltbreite konstant gehalten werden. Neben den in dieser Arbeit verwendeten glatten Rollen, kann man zur Verbesserung der Einzugsbedingungen durch erhöhte Reibung auch andere Presswalzenoberflächen einsetzen, wie z.B. randrierte Walzen. Der Bereich der einstellbaren Kompaktierkräfte liegt bei 1-20 kN/cm.

Um das verdichtete Material - Schülpen und -bruchstücke - von den Presswalzen zu lösen, sind auf beiden Seiten Abstreifer (8) montiert.

Die Zerkleinerungseinheit des Kompaktors ist direkt unterhalb positioniert und setzt sich aus einem Rotor (9) sowie einem Siebkorb (10) zusammen. Durch die Möglichkeit Rotorarten als auch Siebarten, Siebmaschenweiten sowie den Abstand zwischen Sieb und Rotor zu variieren, kann das Zerkleinerungsergebnis beeinflusst werden.

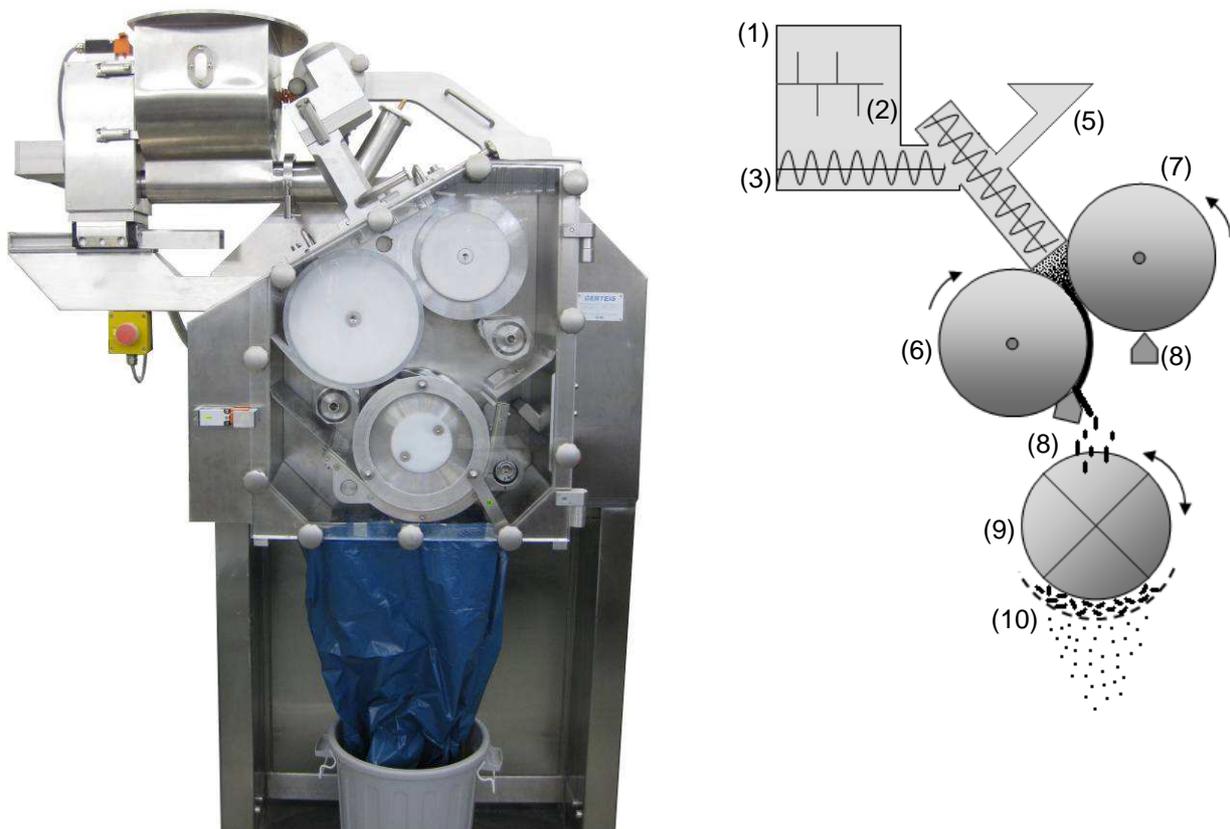


Abb. 3.1. Macropactor, Foto (Auslass nicht montiert) und schematischer Aufbau

Die Standard-Kompaktiereinstellungen für alle Versuche sind folgend aufgeführt. Bei Abweichung von diesen Einstellungen ist dies bei den jeweiligen Versuchen angegeben.

| <b>Parameter</b>                                 | <b>gewählte Settings</b> |
|--------------------------------------------------|--------------------------|
| <i>Kompaktierkräfte</i>                          | 4, 7, 10, 15 kN/cm       |
| <i>Spaltbreite</i>                               | 3 mm                     |
| <i>Walzendrehzahl</i>                            | 3 UpM                    |
| <i>Verhältnis <math>S_{Stopf}/S_{Dos}</math></i> | 250 %                    |
| <i>Rotortyp</i>                                  | Taschenmuldenrotor       |
| <i>Drehzahl Rotor</i>                            | 60 / 40 UpM (cw/ccw)     |
| <i>Drehwinkel Rotor</i>                          | 320 / 280° (cw/ccw)      |
| <i>Sieb</i>                                      | Vierkantdrahtsieb        |
| <i>Maschenweite</i>                              | 1,25 mm                  |

Tab. 3.1. Standard Kompaktiereinstellungen

### 3.4.2. Bestimmung von Schülpeigenschaften

#### 3.4.2.1. Schülpeparierung

Im normalen Kompaktierbetrieb werden vom Abstreifer meist Schülpenbruchstücke von der Masterrolle abgebrochen, die nicht über die komplette Walzenbreite intakt sind und daher für die meisten Prüfungen ungeeignet sind. Daher ist es nötig zunächst intakte Schülpen (-bänder) aus dem System zu separieren, um diese über die gesamte Breite prüfen zu können. Nach Erreichen der „steady state“ Bedingungen, d.h. konstante Werte für Spaltweite, Kraft und Rollendrehzahlen, wird der Prozess etwa eine weitere Walzenumdrehung laufen gelassen und dann gestoppt. Somit kann gewährleistet werden, dass die Dichte als auch die Festigkeit der Schülpe im Bereich zwischen dem Abstreifer und dem Spalt gleichmäßig ist. Um die Schülpe als Ganzes von der Pressrolle ablösen zu können, muss der vordere Kragen der Master-Rolle entfernt werden. Die Schülpe kann dann vorsichtig von der Rolle gelöst werden. Man erhält so ein langes Schülpenband, welches entsprechend der Rollenkrümmung gewölbt ist. Nach einer Ruhezeit von mindestens 24 h können die Schülpenproben für ihre Prüfung vorbereitet werden: Dazu werden jeweils drei rechteckige Stücke von 2,5 x 10 cm aus dem Schülpenband ausgeschnitten. Die Schülpe wird hierzu jeweils im oberen und im unteren Drittel als auch in der Mitte mit

einem scharfen Cuttermesser angeschnitten, um dann jeweils das Stück vorsichtig an einer scharfen Kante abbrechen zu können.

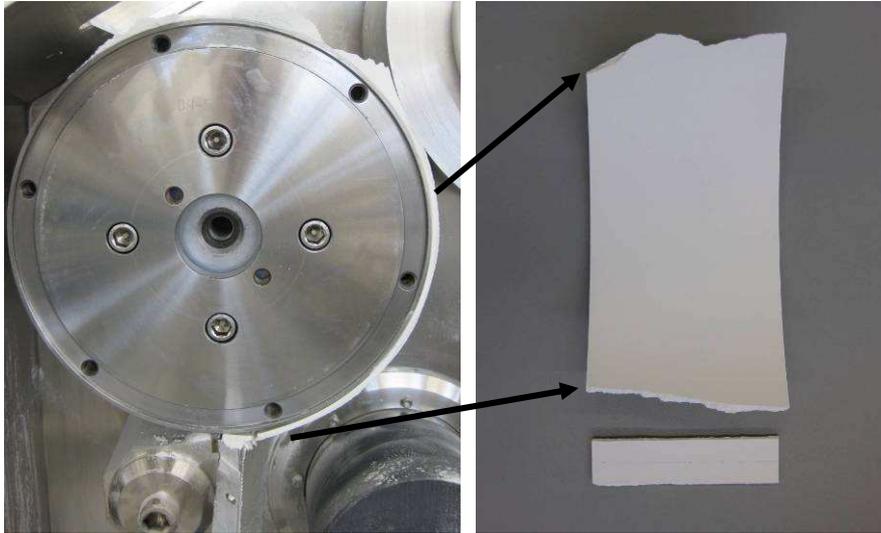


Abb. 3.3. Schülpe vor und nach dem Ablösen und ausgeschnittenes Stück

### 3.4.2.2. Schülpenfestigkeit

Zur Bestimmung der Schülpenfestigkeit wurde in dieser Arbeit ein sog. Tablettenbohrer (Tablet Hardness Distribution Tester Type TH-3, Bayer, Leverkusen) verwendet (Abb. 3.4.). Bei dieser Messmethode wird die mittlere Bohrkraft [N] bestimmt, die eine Langlochfräse (Durchmesser 2 mm, 500 UpM) aufwenden muss, um sich in den Probenkörper zu bohren. Der Probenkörper, in diesem Fall das ausgeschnittene Schülpenstück, wird auf einem Bohrtisch fixiert und mit einer Geschwindigkeit von 1 mm/min in Richtung Fräse bewegt. Eine Kraftmesszelle, die sich in der Halterung des Bohrtisches befindet, wandelt die aufgewendete Kraft in ein vom Rechner verarbeitbares elektrisches Signal um, das mithilfe einer mit Labview (National Instruments, Austin, USA) programmierten Messsoftware aufgezeichnet und visualisiert wird. Bei der Festigkeitsprüfung der Schülpen wird das Signal bis zum Erreichen der Schülpenmitte aufgezeichnet.

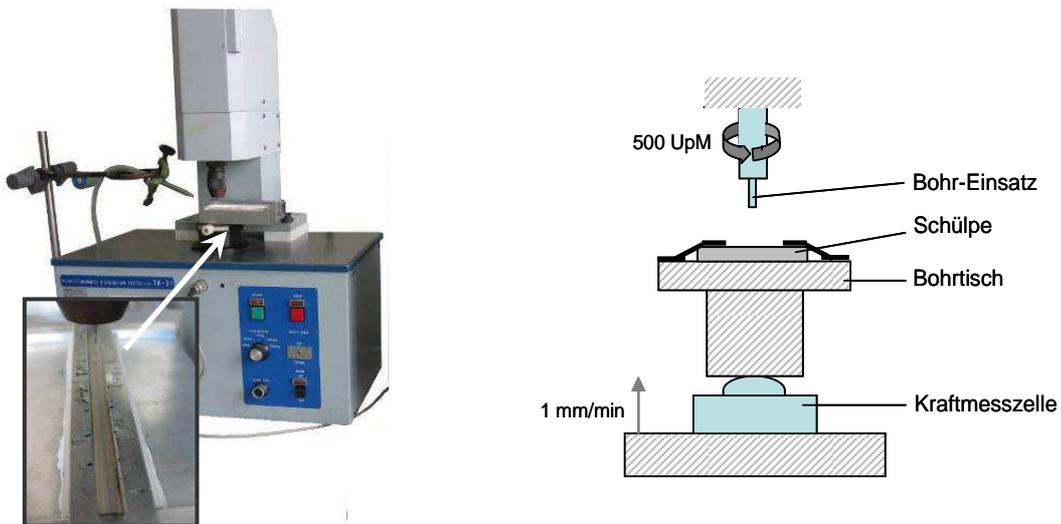


Abb. 3.4. Tablettenbohrer, Foto und schematischer Aufbau (nach [27])

Über die Breite der Schülpe wurde an 10 Messpunkten mit jeweils 1 cm Abstand zueinander und 0,5 cm zu beiden Rändern der Schülpe die Bohrfestigkeit ermittelt (Abb. 3.5.). Es wurden jeweils drei Schülpenstücke untersucht und das arithmetische Mittel der gemessenen Bohrkräfte gebildet.

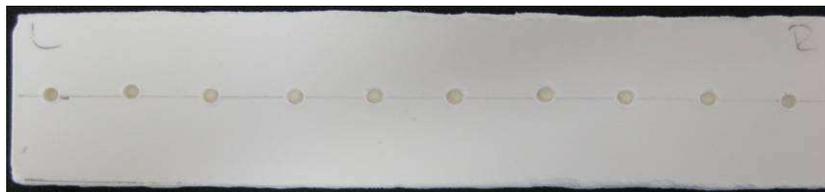


Abb. 3.5. angebohrtes Schülpenstück

### 3.4.2.3. Bestimmung der "at gap"-Dichte

Die Dichte der Schülpen wurde durch Auffangen der Schülpen über einen bestimmten Zeitraum und anschließendem Auswiegen des Materials (m/t) bestimmt. Um möglichst wenig Material zu verlieren und die Koordination von Materialauffang und Zeitmessung zu vereinfachen, wurde die Masterrolle (links) durch Markierungen in äquidistante Teilabschnitte eingeteilt. So kann eine Startzeit definiert werden, an dem eine bestimmte Markierung einen Startpunkt passiert, ab der die Schülpen aufgefangen werden. Nach 1-2 Rollenumdrehungen wird der Kompaktor gestoppt,

sobald die gleiche Markierung wieder am Startpunkt ist (Abb. 3.7.). Durch Kenntnis der eingestellten Rollendrehzahl (UpM) kann die ausgewogene Menge auf eine Minute (m/t) berechnet werden. Das Volumen, welches für die Dichteberechnung benötigt wird (Gl. 3.2.), lässt sich nach Gl. 3.3. berechnen, wobei die Schülpe im Prinzip als Quader angesehen wird. Das Volumen ist das Produkt aus der Länge, die bei der Schülpe eine Resultierende aus Walzenumfang und Rollendrehzahl darstellt (Gl. 3.3., 3.4.), aus der Breite, hier die Walzenbreite, und der Höhe, definiert als eingestellte Spaltbreite  $g$ . Dadurch, dass die Spaltbreite als Parameter für die Höhe dient und nicht eine experimentell ermittelte Höhe im Anschluss an den Kompaktierprozess, wird eine elastische Rückdehnung des Komprimats nach Verlassen des Spaltes nicht berücksichtigt. Durch Dividieren der so erhaltenen scheinbaren „at gap“-Dichte  $\rho_t$  durch die experimentell bestimmte Pulverdichte  $\rho_0$ , erhält man die relative „at gap“-Dichte  $\rho_r$  (Gl. 3.5.).

$$\rho_t = \frac{m/t}{V/t} \quad (\text{Gl. 3.2.})$$

$$V/t = v_{\text{circ}} \cdot w \cdot g \quad (\text{Gl. 3.3.})$$

$$v_{\text{circ}} = v_{\text{roll}} \cdot 2 \cdot \pi \cdot r \quad (\text{Gl. 3.4.})$$

$$\rho_r = \rho_t / \rho_0 \quad (\text{Gl. 3.5.})$$

$m/t$ = Masse pro Zeit (Durchsatz) [g]

$w$ = Walzenbreite [cm]

$V/t$ = Volumen pro Zeit [ml]

$g$ = Spaltbreite [cm]

$v_{\text{circ}}$ = Umdrehungsgeschwindigkeit

$v_{\text{roll}}$ = Rollendrehzahl [UpM]

Durch Erhöhung der Rollendrehzahlen rieselt vermehrt unkompaktiertes Pulver zwischen der Kragenabdichtung der Masterwalze und der Slavewalze hindurch [4]. Um diesen Feinanteil nicht fälschlicherweise bei der Durchsatzbestimmung mit zu berücksichtigen, wurde zusätzlich eine Vorrichtung angebracht, um das unkompaktierte Pulver abzufangen (Abb. 3.7.).

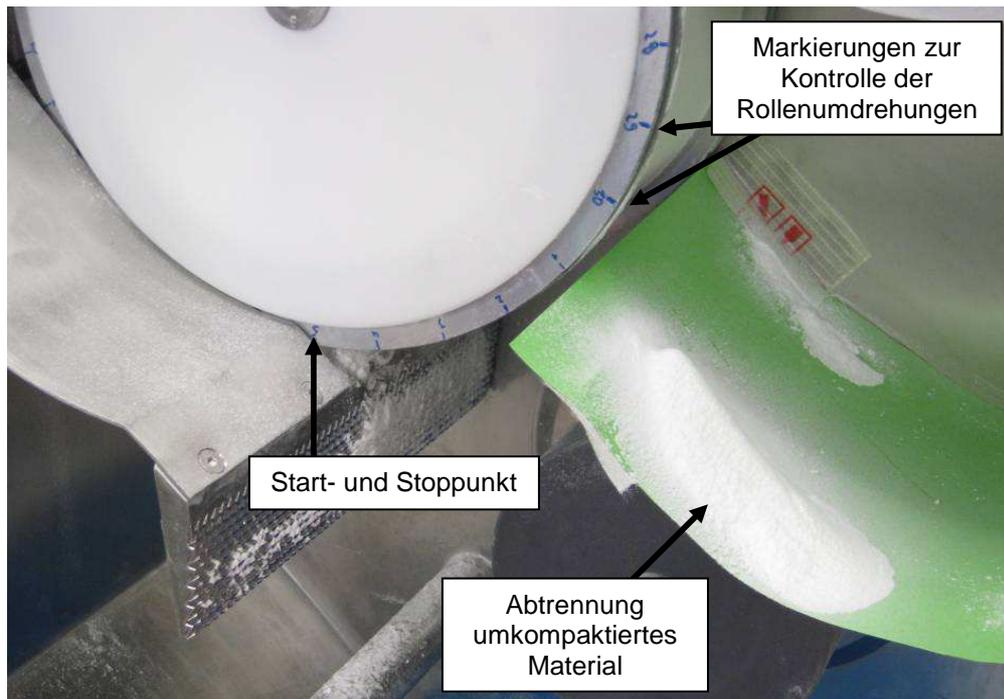


Abb. 3.7. Veränderungen an der Kompaktiereinheit zur Durchsatzbestimmung

### 3.4.3. Herstellung von Schülpenmaterial für Füllgradversuche

Zur Untersuchung unterschiedlich hoher Füllgrade des Siebkorbs wurde zunächst ein erhöhter Materialaufbau durch bestimmte Granulatoreinstellungen des Granulators forciert. Hierzu wurde eine Kombination aus Drehwinkel und Drehgeschwindigkeit gewählt, die einen minimalen Granulatdurchsatz zur Folge hat (cw: 10 UpM, 20°; ccw: 40 UpM, 280°). Durch unterschiedlich lange Prozesszeiten vor dem jeweiligen Versuch wurden somit unterschiedliche Siebkorbbefüllungen erreicht (Kap. 4.4.3.1.). Schülpenbruchstücke, die von oben in den Siebkorb gefüllt werden sollten, wurden auf zwei Arten hergestellt (Kap. 4.4.3.2.): Bei Methode (A) wurde ähnlich wie beschrieben verfahren. Zunächst wurde der Kompaktierprozess bei besagter Drehwinkel- und Drehgeschwindigkeitseinstellung für eine Zeit von 2 min gefahren und im Anschluss die entstandenen Schülpenbruchstücke nach Ausbau des Siebkorbs gesammelt. Dieser Vorgang wurde so lange wiederholt, bis genügend Material für den Versuch zur Verfügung stand. Aufgrund des hohen Zeitaufwands wurde für weitere Versuche eine modifizierte Methode angewandt: Bei Methode (B) wurden zunächst Schülpen bei ausgebautem Rotor aufgefangen, um mit ihnen im Anschluss den Siebkorb zu beschicken, der anstatt eines Siebs mit einem glatten Aluminiumblech versehen wurde. Bei größtmöglichem Abstand zwischen Blech und

Rotor wurde der Granulator dann jeweils für 30 s laufen gelassen. Die entstandenen Bruchstücke wurden nach Ausbau des Siebkorbs gesammelt und der Vorgang erneut so lange wiederholt, bis ausreichend Material vorlag.

### **3.5. Probenteilung**

Zur weiterführenden Analyse von Schüttgütern, wie z.B. Partikelgrößenanalyse oder Abriebsuntersuchungen, ist es bei großen Probenmengen notwendig, diese vorher in Teilproben zu teilen, die repräsentativ für das Ausgangsmaterial sind. Besonders gut geeignet für eine solche Probenvorbereitung sind Rotationsprobenteiler [72]. Ein solches Gerät wurde auch im Rahmen dieser Arbeit eingesetzt (Probenteiler PT 100, Retsch GmbH, Haan). Das Prinzip besteht darin, dass die zu teilende Probe über eine Vibrationsrinne einer sich gleichmäßig drehenden Teilkrone (110 UpM) zugeführt wird. Von dieser Teilkrone gehen acht Teilausgänge ab, in die das Probengut dann aufgeteilt wird. Der Probenzulaufstrom wird somit pro Minute in 880 Einzelproben geteilt. Nach der Teilung können mehrere Teilproben zusammengefasst oder eine Teilprobe weiter geteilt werden, bis die gewünschte Einzelmenge zur weiteren Analyse vorliegt.

### **3.6. Partikelgrößenanalyse**

Zur Partikelgrößenbestimmung von Granulaten als auch von Schülpenbruchstücken wurde in dieser Arbeit die Siebanalyse verwendet. Beginnend mit einem abgeschlossenen Siebboden werden Prüfsiebe mit aufsteigender Maschenweite übereinander angeordnet, wobei eine definierte Menge (ca. 100 g bei Granulat, ca. 200 g bei Schülpenbruchstücken) der zu prüfenden Probe auf das oberste Sieb mit der größten Maschenweite aufgegeben wird. Die Auftrennung in Kornklassen wird dadurch erleichtert, dass die gesamte Siebmaschine (Siebmaschine Vibro, Retsch GmbH, Haan) vibriert, wobei die Frequenz regulierbar ist. Durch Wägung wird schließlich festgestellt, wie viel Prozent der ursprünglich aufgegebenen Menge jeweils auf den einzelnen Prüfsieben verblieben ist. Zur Messung der Partikelgrößenverteilung von Granulaten wurde eine Schwingungshöhe von 40 %, eine Siebdauer von 2 min und folgende Analysensiebe verwendet: 0,08; 0,15; 0,25; 0,4; 0,56; 0,71 und 1,0 mm.

Für die Analyse von Schülpenbruchstücken kamen folgende Analysensiebe zum Einsatz: 0,08; 0,25; 0,4; 0,71; 1,4; 2,0; 3,15; 4,5; 5,6; 6,7; 8,0; 9,0 und 12,5 mm. Um ein relativ breites Verteilungsspektrum zu erhalten, wurde zunächst eine Siebanalyse mit den Grobsieben von 12,5 bis 4,5 mm durchgeführt, um das Material aus dieser Analyse nochmals mit den feineren Sieben von 3,15 bis 0,08 mm zu prüfen.

### **3.7. Tablettieren**

#### **3.7.1. Pneumohydraulische Tablettenpresse**

Zur Herstellung von Tabletten wurde eine pneumohydraulische Einhubtablettenspresse verwendet (Flexitab Prototyp, Röntgen GmbH & Co. KG, Solingen), die in der galenischen Entwicklung und der Kleinstserienfertigung eingesetzt wird [73]. Bei niedrigen Presskräften (bis ca. 7kN) arbeitet die Flexitab mit pneumatischem Antrieb, höhere Kräfte bis zu 100 kN werden über hydraulischen Druck reguliert. Die Kraftaufnahme erfolgt über mit Dehnungsmessstreifen instrumentierte Stempel und die Datenerfassungssoftware DAQ4 (Hucke Software, Solingen), die die Visualisierung als auch Speicherung der Presskraftdaten ermöglicht. Die Presskraft ist im Gegensatz zu Exzenterpressen unabhängig von der Füllhöhe der Matrize.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden Stempeldurchmesser von 13 mm als auch von 22 mm verwendet. Falls nicht anders angegeben, wurde der Mikrokristallinen Cellulose kein Schmiermittel beigemischt, sondern Stempel und Matrize extern mit einem Applikator mit Magnesiumstearat geschmiert. Die Tablettierung erfolgte im Automatikmodus.



Abb. 3.6. pneumohydraulische Tablettenpresse Flexitab

### 3.7.1. Tensile strength

Beim Bruchfestigkeitstest wird in der Regel die Widerstandsfähigkeit gegen eine diametral einwirkende Kraft im Zeitpunkt des Zerbrechens der Tablette gemessen [53].

Die Prüfung erfolgte in dieser Arbeit nach einer Wartezeit von mindestens 24 h nach der Tablettierung mittels eines Bruchfestigkeitstesters (TBH 125 Erweka, Heusenstamm). Dabei wird die Tablette horizontal zwischen zwei Bruchbacken positioniert, wobei die rechte Bruchbacke mit einer konstanten Vorschubgeschwindigkeit von 2,3 mm/s bis zum Bruch gegen die Tablette gefahren wird. Die Bruchkraft wird in [N] angegeben.

Um Tabletten unterschiedlicher geometrischer Ausmaße miteinander vergleichen zu können, werden die Bruchfestigkeitswerte auf den Durchmesser und die Steghöhe bezogen, wobei man die Zugfestigkeit, meist tensile strength genannt, erhält [74]:

$$\text{tensile strength [N/mm}^2\text{]} \quad \sigma_0 = \frac{2F}{\pi Dh} \quad (\text{Gl. 3.6.})$$

$F =$  aufgewendete Bruchkraft [N]

$D =$  Durchmesser der Tablette [mm]

$h =$  Steghöhe der Tablette [mm]

Die Messung von Steghöhe und Durchmesser erfolgte händisch mit einer digitalen Bügelmessschraube (Steinmeyer Feinmess Suhl GmbH, Suhl).

### 3.8. Datenerfassung und Datenverarbeitung

Um das Drehmoment bei der Zerkleinerung der Schülpen zu erfassen, wird an der Baugruppe des Granulatomotors ein Spannungssignal gemessen, das direkt proportional zum elektrischen Strom ist, der von diesem Antrieb aufgenommen wird. Aufgezeichnet wird dieses Spannungssignal von einem A/D-Wandler (NI USB-6009 Mess- und Steuermodul, National Instruments), der an einen Rechner angeschlossen ist. Die analogen Signale können so mit einer Abtastrate von bis zu 48.000 Samples pro Sekunde und mit einer Auflösung von 14 bit erfasst werden. Mithilfe einer für diesen Zweck mit Labview 8.6 (National Instruments, Austin, USA) programmierten Messsoftware können die Drehmomentsignale aufgezeichnet und visualisiert werden. Die Abtastrate kann innerhalb dieser Software reguliert werden und wurde nach Vorversuchen für alle Versuche auf 100 Hz, d.h. 100 Werte pro Sekunde, eingestellt. Man erhält somit ein Rohsignal, welches im Anschluss zur besseren Beurteilung der Versuchsergebnisse noch weiterverarbeitet werden muss.

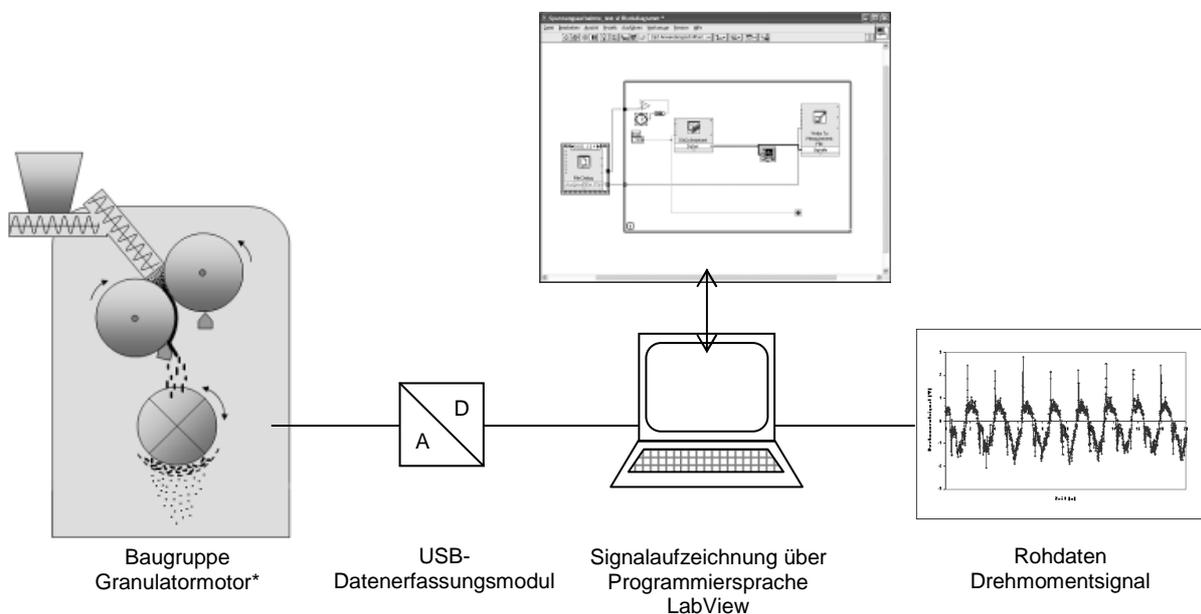


Abb. 3.2. schematische Übersicht zur Datenerfassung

\* AC-Servomotor 1FT5074-AF71, Siemens

### 3.8.1. Rohdatenaufbereitung und Darstellung der Daten

Im Rohsignal des Drehmoments sind die Drehrichtungen clockwise (cw) und counter clockwise (ccw) optisch dadurch zu unterscheiden, dass das cw-Signal positive Werte generiert und das Signal der ccw-Drehrichtung im negativen Wertebereich liegt (Abb. 3.3.a). Die Spitzen im aufgezeichneten Signal sind auf die Beschleunigung und das Abbremsen des Rotors bei Richtungsänderung zurückzuführen. Durch Vorversuche konnte festgestellt werden, dass diese Signalspitzen nicht auf Produktänderungen (z.B. durch veränderte Kompaktierkräfte) reagieren, so dass man diese zur Bewertung einer reinen Signaländerung aus dem Rohsignal entfernen kann. Mittels Erfassung eines zweiten Signals, nämlich des Stellsignals, kann man die Signale der Drehrichtungen trennen (Abb. 3.3.a). Anhand des Stellsignals ist ersichtlich, wann die Rotorgeschwindigkeit konstant ist, so dass lediglich die Drehmomentwerte erfasst werden können, die nicht in Zusammenhang mit der Richtungsänderung stehen. Um für eine einzelne Umdrehung jeweils nur einen Wert zum Vergleichen zu haben, wird jeweils mittels der Trapezregel die Fläche unter der betreffenden Kurve berechnet (Abb. 3.3.b). Zum direkten Vergleich der Werte der cw-Drehrichtung und ccw-Drehrichtung (aufgrund unterschiedlich gewählter Drehwinkel sind die Umdrehungszeiten nicht gleich lang), wird das Flächensignal durch die Zeitdauer des jeweiligen Signals dividiert. Die errechneten und durch die Zeit dividierten Flächen werden als Einzelsignale angesehen (Spannungssignal<sub>AUC</sub>) und als Funktion der Zeit dargestellt (Abb. 3.3.c). Werden die Einzelsignale zur besseren Vergleichbarkeit über die Dauer der Drehmomentaufnahme gemittelt, wird im Folgenden von einem „mittleren Spannungssignal“ bzw. nach Umrechnung von einem „mittleren Drehmoment“ gesprochen.

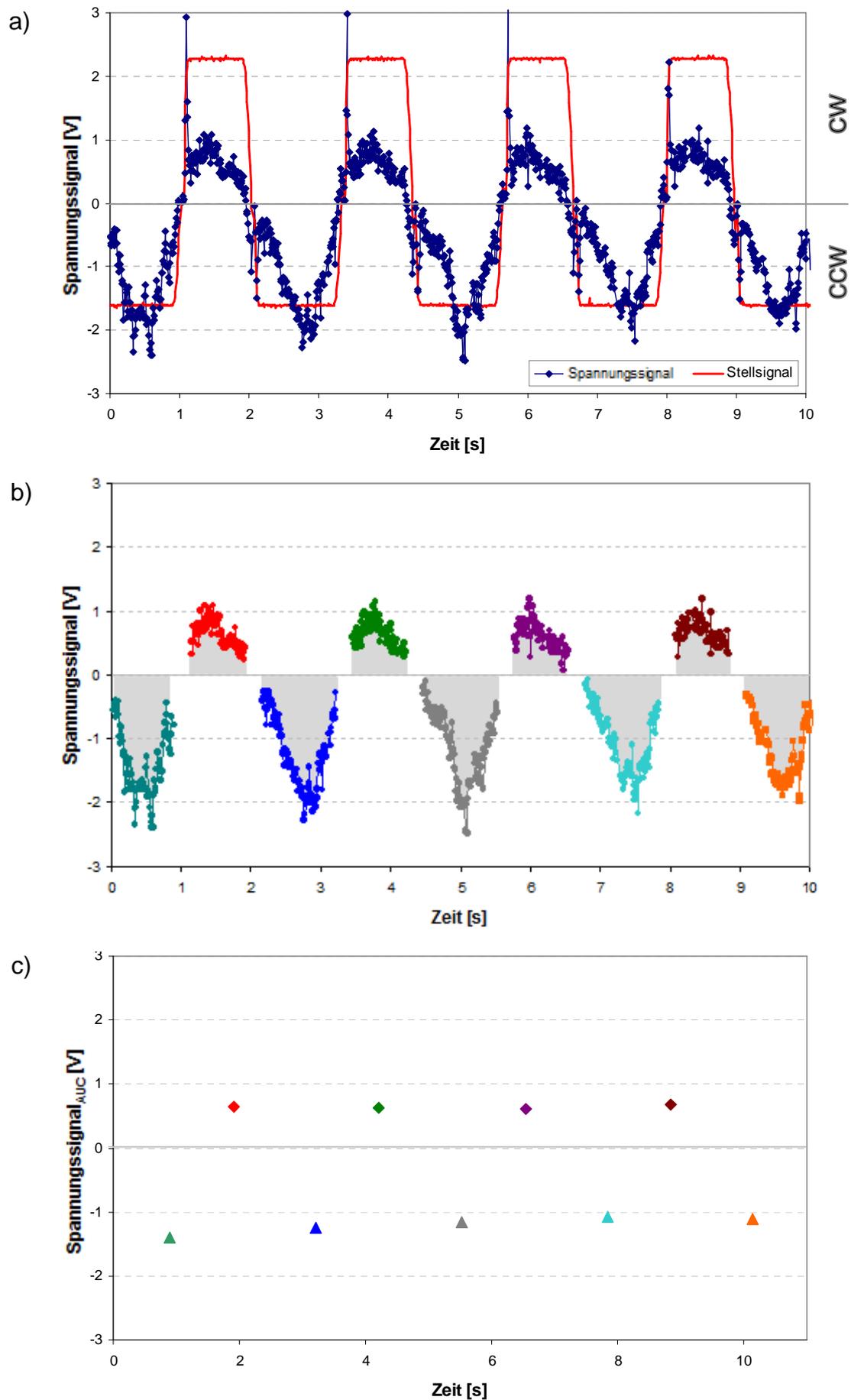


Abb. 3.3. Aufbereitung der Rohdaten (zum elektrischen Strom proportionales Spannungssignal)

Drehmomentaufnahmen bei laufendem Rotor ohne Materialzufuhr zeigen, dass das Leerlaufdrehmoment nicht bei Null liegt. Darüber hinaus hat die Maschinenlaufzeit einen Einfluss auf die Höhe des Drehmoments im Leerlauf. Im Vergleich zum Betrieb nach „Kaltstart“ der Maschine, nimmt das Leerlaufdrehmoment mit der Betriebsdauer ab. Vorversuche haben gezeigt, dass das Leerlaufdrehmoment nach einer Maschinenlaufzeit von etwa einer halben Stunde derart konstant ist, dass darauffolgende Änderungen nicht mehr relevant sind. Nach Anschalten der Maschine wurde im Mittel ein Spannungssignal von 0,271 V (cw) bzw. -0,190 V (ccw) gemessen, was einem Drehmoment von 16,44 Nm (cw) bzw. -11,95 Nm (ccw) entspricht. Nach einer Rotorlaufzeit von 30 min war eine Abnahme auf 0,252 V (cw) bzw. -0,177 V (ccw) zu verzeichnen. Umgerechnet entspricht das 15,29 Nm (cw) bzw. 11,12 Nm. Nach einer weiteren Laufzeit von 30 min betrug die Abnahme des Drehmoments lediglich noch 0,09 Nm (cw) bzw. 0,06 Nm (ccw). Daher wurden im Rahmen dieser Arbeit Drehmomentmessungen nur nach einer entsprechenden Aufwärmphase durchgeführt und zusätzlich am Anfang und am Ende der Messungen ein Leerlaufdrehmoment aufgenommen, welches gemittelt wurde, falls dies aufgrund einer Differenz zwischen beiden Werten notwendig war. Die Messwerte wurden anschließend um diesen Leerlaufwert korrigiert. Somit konnte gewährleistet werden, dass allein die Signaländerung aufgrund der Produktinteraktion erfasst wurde.

### 3.8.2. Korrelation des Spannungssignals mit dem Drehmoment-signal

Anhand der technischen Daten des Rotormotors, kann das gemessene Spannungssignal [V] in das proportionale Drehmoment [Nm] umgerechnet werden.

Die Korrelation zwischen gemessenem Spannungssignal ( $U_{mess}$ ) und Nennstrom (Effektivwert des Motorstroms,  $I_N$ ) kann folgendermaßen beschrieben werden:

$$10V = 384,62 \% I_N \quad (\text{Gl. 3.7.})$$

$$I_N = \frac{U_{mess}}{0,38462} \quad (\text{Gl. 3.8.})$$

Die Berechnung des Drehmoments ( $M$ ) kann mittels des Nennstroms und der Drehmomentkonstante  $k_T$  erfolgen, wobei  $k_T$  eine konstruktive Größe des Motors ist, die

dem Motordatenblatt [75] entnommen werden kann. Bezogen auf den Nennstrom lautet die Berechnungsformel wie folgt:

$$I_N = \frac{M}{k_T} \quad (\text{Gl. 3.9.})$$

Aus Gl. 3.8. und Gl. 3.9. ergeben sich demnach folgende Zusammenhänge:

$$\frac{U_{\text{mess}}}{0,38462} = \frac{M}{k_T} \quad (\text{Gl. 3.10.})$$

$$M = \frac{U_{\text{mess}} \cdot k_T}{0,38462} \quad (\text{Gl. 3.11.})$$

Aufgrund des Zusammenhangs zwischen Drehmoment und Drehzahl muss für jede Drehrichtung der oszillierenden Rotorbewegung ein Faktor  $f_n$  mit berechnet werden, der dem Quotienten aus dem Drehmoment bei Arbeitsdrehzahl  $M_n$  und dem Drehmoment bei Nenndrehzahl  $M_N$  entspricht (Gl. 3.12.).  $M_n$  und  $M_N$  lassen sich mithilfe eines Drehmoment-Drehzahl-Diagramms des Motors bestimmen (Abb. 3.4.).

$$f_n = \frac{M_n}{M_N} \quad (\text{Gl. 3.12.})$$

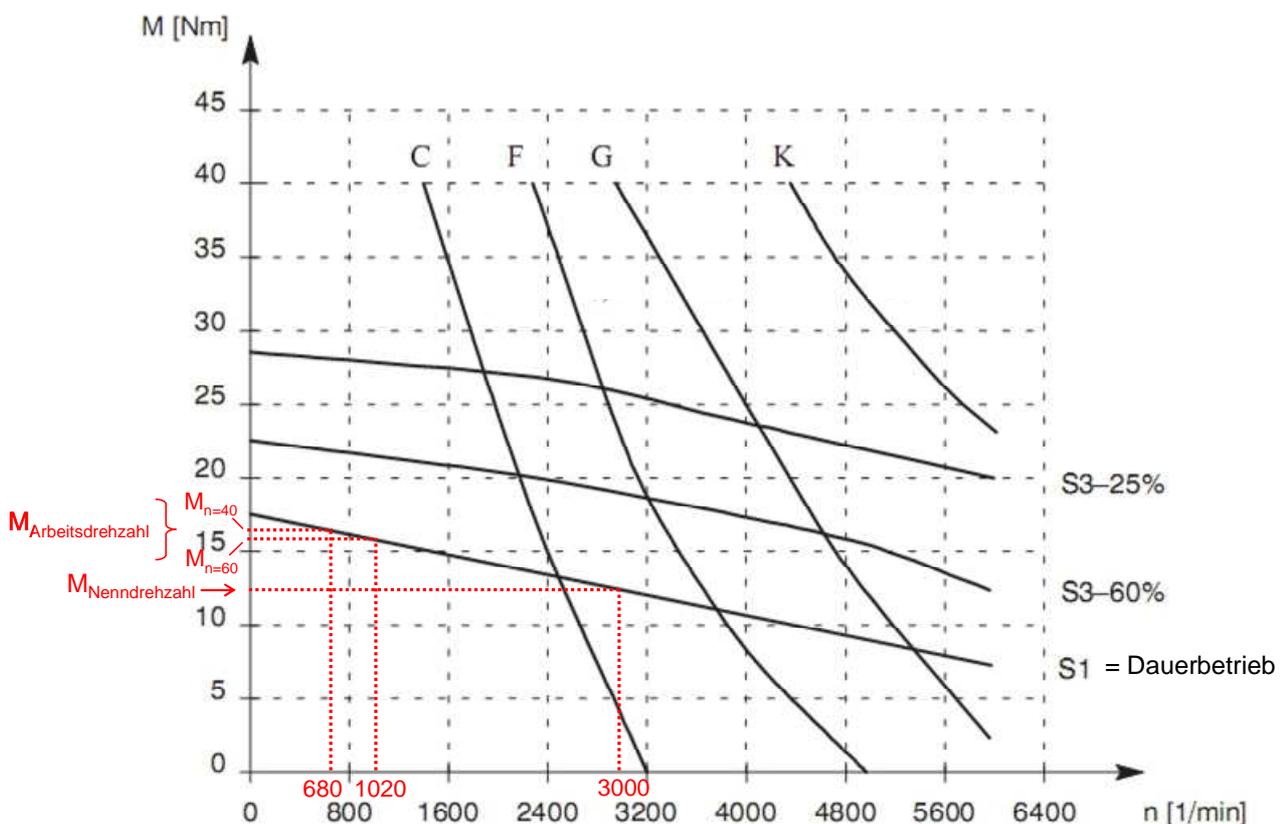


Abb. 3.4. Drehmoment-Drehzahl-Diagramm des Rotormotors [75]

Darüber hinaus muss bei der Bestimmung dieser Kennzahlen, als auch bei der Berechnung des tatsächlichen Drehmoments der Übersetzungsfaktor  $i$  des Getriebes ( $i = 17$ ) mit einbezogen werden. Das Drehmoment am Rotor ist um den Übersetzungsfaktor  $i$  größer, als das momentane Moment, das der Motor abgibt. Somit ergibt sich folgendes für die Berechnung des Rotor-Drehmoments aus den aufgezeichneten Spannungswerten:

$$M_R = \frac{U_{mess} \cdot k_T \cdot f_n \cdot i}{0,38462} \quad (\text{Gl. 3.13.})$$

|              |                                                                                                                                        |
|--------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| $I_N =$      | <i>Nennstrom</i>                                                                                                                       |
| $U_{mess} =$ | <i>gemessenes Spannungssignal</i>                                                                                                      |
| $k_T =$      | <i>Drehmomentkonstante (<math>k_T = 1,08</math>)</i>                                                                                   |
| $M =$        | <i>Drehmoment</i>                                                                                                                      |
| $f_n =$      | <i>Faktor der Drehzahl-Drehmoment-Beziehung;<br/><math>n =</math> Arbeitsdrehzahl <math>n=60</math> (cw), <math>n=40</math> (ccw),</i> |
| $M_n =$      | <i>Drehmoment bei Arbeitsdrehzahl</i>                                                                                                  |
| $M_N =$      | <i>Drehmoment bei Nenndrehzahl</i>                                                                                                     |
| $i =$        | <i>Übersetzungsfaktor Getriebe (<math>i=17</math>)</i>                                                                                 |
| $M_R =$      | <i>Rotordrehmoment</i>                                                                                                                 |

Mittels der Berechnung nach Gl. 3.13. ergibt sich folgende Korrelation von Spannungssignal zu Rotordrehmoment:

cw-Drehrichtung:  $1 \text{ V} \triangleq 60,62 \text{ Nm}$

ccw-Drehrichtung:  $1 \text{ V} \triangleq 62,92 \text{ Nm}$

### 3.9. Statistische Auswertung

Die Daten aus den Drehmomentaufnahmen wurden mit dem Statistikprogramm R 2.11.1 (The R Foundation for Statistical Computing) und dem Add-on R Commander 1.6-0 [76] statistisch ausgewertet.

Voraussetzung für die meisten statistischen Tests ist, dass die Daten normalverteilt sind. Auf Normalverteilung wurde mit dem Shapiro-Wilk-Test (Signifikanzniveau von  $\alpha = 0,05$ ) geprüft. Dieser Test hat im Vergleich zu anderen Testverfahren eine

insgesamt hohe Teststärke. Die Nullhypothese  $H_0$  des Tests besagt, dass die Beobachtungen einer Zufallsstichprobe normalverteilt sind [77].

Schließlich wurden die Daten aus den Versuchen bezüglich des Einflusses verschiedener Faktoren einer einfaktoriellen Varianzanalyse (ANOVA) unterzogen. Mittels dieser Analyse ist es möglich, Unterschiede in den Erwartungswerten der Zufallsvariable in mehreren Gruppen zu beurteilen. Es wird getestet, ob die Varianz zwischen den Gruppen größer ist, als die Varianz innerhalb der Gruppen. Dadurch kann eine Entscheidung darüber gefällt werden, ob sich die Gruppen statistisch signifikant unterscheiden oder nicht [78]. Die letztendliche Signifikanzprüfung erfolgt über einen F-Test. Die Nullhypothese  $H_0$  besagt, dass zwischen den Mittelwerten der Gruppen kein Unterschied besteht. Trifft die Alternativhypothese  $H_1$  hingegen zu, besteht zwischen mindestens zwei Mittelwerten ein Unterschied. Auf der Basis des vorher festgelegten Signifikanzniveaus, wird die Nullhypothese  $H_0$  abgelehnt, wenn der p-Wert (Signifikanzwert) kleiner ist, als diese Grenze (hier:  $< 0,05$ ) [79].

Um nicht nur zeigen zu können, dass Unterschiede zwischen den verschiedenen untersuchten Effekten vorliegen, sondern auch genauer zu analysieren, welche Gruppen sich jeweils unterscheiden, wird ein multipler paarweiser Mittelwertvergleich mit dem Tukey-Test durchgeführt [77]. Die Ergebnisse dieser paarweisen Vergleiche werden mithilfe sog. Buchstabenanzeigen (*letter displays*) bewertet. Werden Gruppen mit gleichen Buchstaben angegeben, bestehen keine signifikanten Unterschiede zwischen den Mittelwerten; unterschiedliche Buchstaben bedeuten statistisch signifikante Unterschiede [80].

## **4. Ergebnisse und Diskussion**

Im Ergebnisteil dieser Arbeit werden zunächst mögliche Einflussfaktoren auf das Drehmoment des Granulatorrotors aufgezeigt und besprochen, um im Anschluss daran, anhand der erhaltenen Daten, näher auf diese einzelnen Faktoren einzugehen.

### **4.1. Einflussfaktoren auf das Rotor-Drehmoment**

Zahlreiche Parameter können einen Effekt auf das Rotor-Drehmoment ausüben. Betrachtet man die unterschiedlichen Funktionseinheiten des Walzenkompaktors, so werden in der Kompaktiereinheit diejenigen Parameter variiert, die bestimmte Charakteristika der Schülpen beeinflussen. Eine wesentliche Eigenschaft, die im Rahmen dieser Arbeit im Fokus steht, ist die Schülpenfestigkeit, die hauptsächlich durch die einzustellende Kompaktierkraft verändert werden kann. Bedingt durch festes Material, wird dem Rotor bei den Zerkleinerungsvorgängen, wie dem Brechen der Schülpenstücke, ein höherer Widerstand entgegengesetzt. Ein weiterer Aspekt hinsichtlich der Schülpen, der sich auf die Arbeit des Rotors auswirken kann, ist die Schülpenmenge, die zerkleinert werden soll. Hier sind zu unterscheiden: Zum einen der Schülpendurchsatz, also die Materialmenge, die der Zerkleinerungseinheit pro Zeiteinheit zugeführt wird. Zum anderen die Schülpen- bzw. Schülpenbruchstückmenge im Siebkorb der Zerkleinerungseinheit.

Innerhalb der Zerkleinerungseinheit ist es möglich, mehrere Parameter zu modifizieren, um z.B. auf die mittlere Granulatpartikelgröße oder den Granulatdurchsatz einen Einfluss zu nehmen. Da diese Einflussfaktoren somit in den Zerkleinerungsprozess involviert sind, können sie auch das Rotor-Drehmoment beeinflussen.

In den folgenden Kapiteln wird näher auf die genannten Faktoren eingegangen, wobei zunächst diejenigen betrachtet werden, die der Kompaktiereinheit zugeordnet werden können. Die Untersuchung des Zusammenhangs von Schülpenfestigkeit und Rotordrehmoment steht hier zunächst im Vordergrund, um eine Aussage über den generell möglichen Einsatz des Drehmoments zur Kontrolle der Schülpenfestigkeit treffen zu können.

Nach Untersuchungen zur Schülpenmenge wird schließlich der Fokus auf die Zerkleinerungseinheit gelegt, um allgemeine Hinweise zu den einzelnen Faktoren im Hinblick auf den Einsatz der Drehmomentmessung als in-line Messmethode erarbeiten zu können.

Abb. 4.1. zeigt einen Überblick der Parameter und welche im Einzelnen im Rahmen dieser Arbeit auf ihren Einfluss auf das Drehmoment geprüft und bewertet wurden.

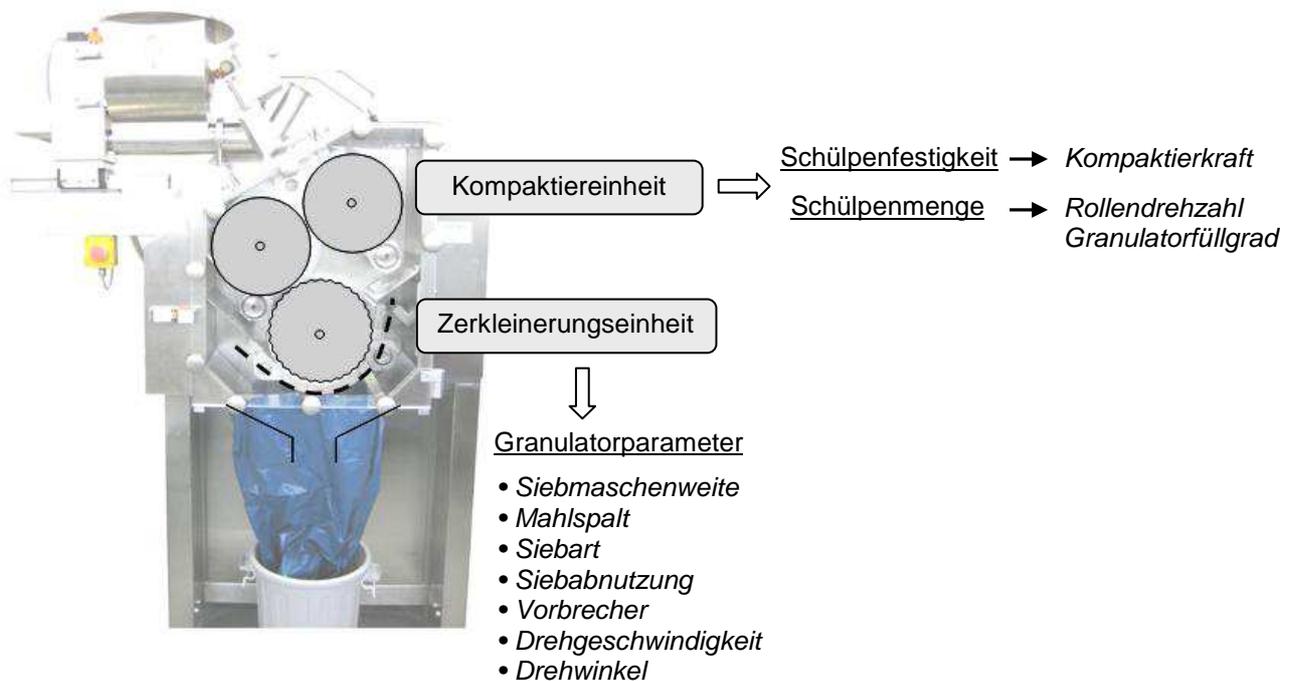


Abb. 4.1. Überblick der untersuchten Einflussfaktoren

## 4.2. Allgemeiner Versuchsablauf

Unabhängig davon, welcher Einflussfaktor variiert wurde, gestaltete sich die Durchführung der folgenden Versuche nach einem einheitlichen Muster:

Nach dem Erreichen stationärer Bedingungen („steady state“), d.h. konstante Werte für Spaltbreite, Kraft und Rollendrehzahlen, wurde der Prozess etwa eine weitere Walzenumdrehung laufen gelassen, bevor die Aufzeichnung des Drehmomentsignals gestartet wurde. Dies diente dazu, sicher zu gehen, dass die Schülpen, die in den Siebkorb fallen, die gleiche konstante Festigkeit besitzen. Das Drehmomentsignal wurde über einen Zeitraum von 2 Minuten ausgelesen und aufgezeichnet. Abweichungen von genannter Durchführung werden explizit noch einmal bei den betreffenden Kapiteln erwähnt.

### **4.3. Schülpenfestigkeit**

Die Festigkeit der Schülpen und ihr Einfluss auf das Rotor-Drehmoment stehen im Mittelpunkt dieser Arbeit.

Durch zunehmende Festigkeit des Schülpenmaterials muss der Rotor der Zerkleinerungseinheit mehr Arbeit leisten, was anhand des Drehmomentsignals erkennbar sein müsste. Es wird in diesem Kapitel unter anderem dargestellt, ob man mittels des Drehmomentsignals unterschiedliche Krafteinstellungen differenzieren kann und wie man die Schülpenfestigkeit, die als Bezugswert aus Bohrversuchen bestimmt wurde, mit dem Drehmomentsignal in Bezug setzen kann. Es wird eine Abgrenzung zwischen dem Einfluss der Schülpenfestigkeit und dem der Schülpendichte aufgezeigt, sowie die Möglichkeit betrachtet, das Drehmoment zur Untersuchung der batch-to-batch-Konformität heranzuziehen.

#### **4.3.1. Kompaktierkraft**

Die Kompaktierkraft kann beim Macropactor in einem Bereich von 1 bis 20 kN/cm variiert werden. Da sie den größten Einfluss auf die Schülpendichte und somit auch auf die Schülpenfestigkeit hat, wird im Folgenden der Einfluss von unterschiedlichen Kompaktierkräften auf das Rotor-Drehmoment untersucht. Die Kompaktierung der mikrokristallinen Cellulose erfolgte unter Anwendung der Standard-Kompaktiereinstellungen (siehe Kap. 3.4.1.), wobei die Kompaktierkraft in vier Schritten erhöht wurde (4, 7, 10, 15 kN/cm).

In Abb. 4.2. sind die Drehmomenteinzelsignale dargestellt, die über die Aufnahmedauer aufgezeichnet wurden. Wie bereits in Kap. 3.8.1. erwähnt, sind die Werte der cw-Drehrichtung im positiven Bereich und die Drehmomente der ccw-Drehung im negativen Wertebereich zu sehen. In beiden Richtungen haben die gewählten Kompaktierkräfte unterschiedlich hohe Drehmomentwerte hervorgerufen.

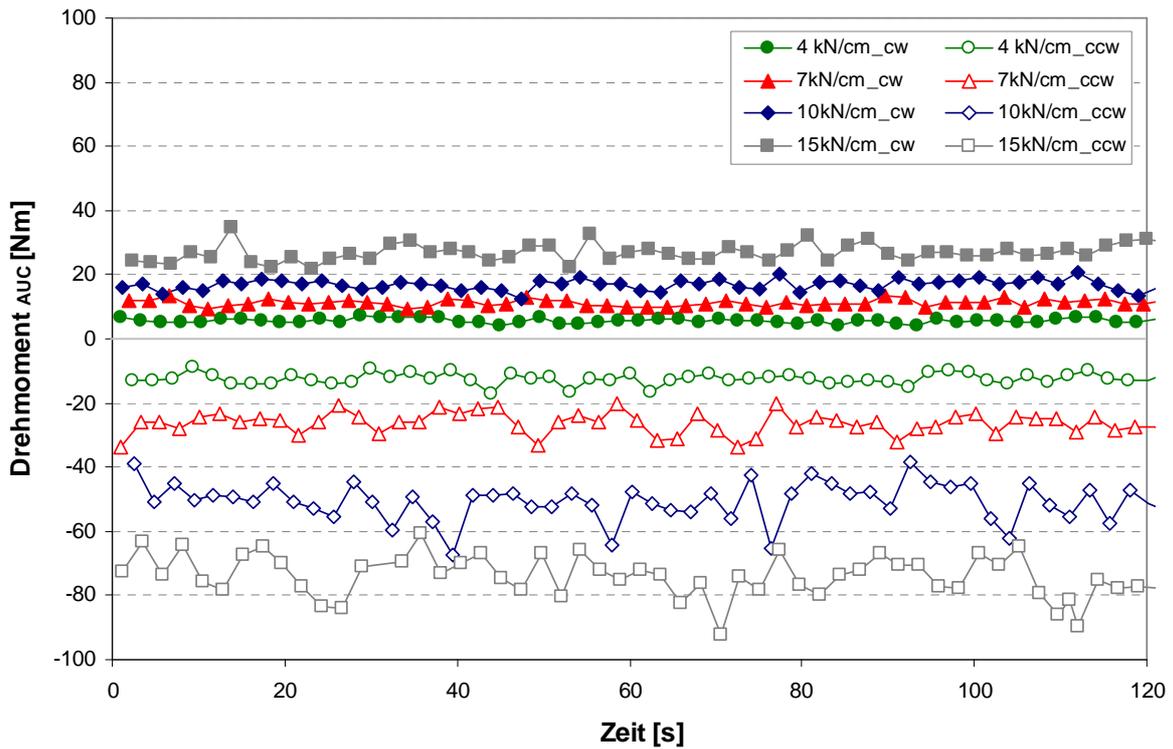


Abb. 4.2. Einzelsignale aufgenommen bei unterschiedlichen Kompaktierkräften

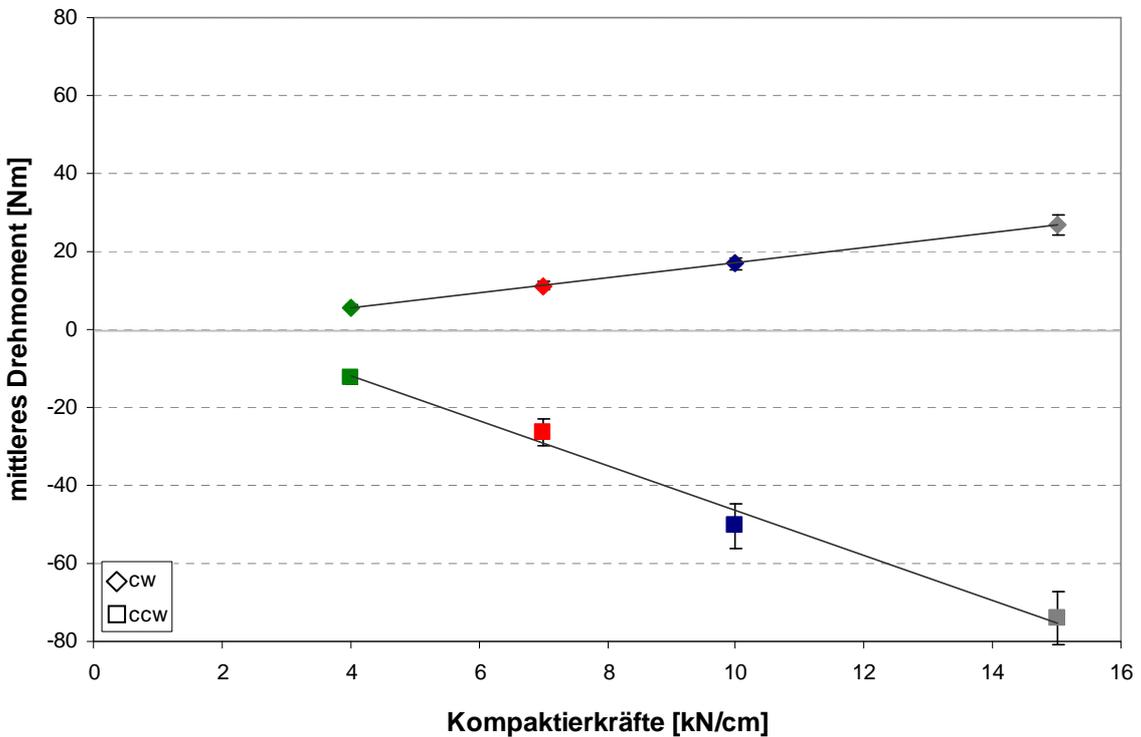


Abb. 4.3. Zunahme des mittleren Drehmoments mit steigenden Kompaktierkräften

Zur übersichtlicheren Darstellung der Korrelation von gemessenem Drehmoment und eingestellter Kompaktierkraft, sind in Abb. 4.3. die über die Messdauer gemittelten

Drehmomente gegen die Kräfte aufgetragen. Dieses Diagramm zeigt deutlich, dass das Drehmoment mit zunehmender Kompaktierkraft linear ansteigt. Zudem belegen die Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse (Tab. 4.1.), dass sich die Drehmomentsignale, die bei den verschiedenen Kompaktierkräften aufgenommen wurden, statistisch signifikant unterscheiden lassen (Erläuterung des „letter displays“ siehe Kap. 3.9.). Besonders auffällig ist darüber hinaus, dass die Drehmomentzunahme in ccw-Drehrichtung stärker ausgeprägt ist, als in der Gegenrichtung.

Tab. 4.1. *Ergebnisse der Prüfung auf Normalverteilung und der einfaktoriellen Varianzanalyse (ANOVA) der Drehmomentsignale, aufgenommen bei verschiedenen Kompaktierkräften*

| Kompaktierkraft [kN/cm] | Drehrichtung | Normalverteilung (p-Wert) | Drehmoment MW $\pm$ SD | letter display |
|-------------------------|--------------|---------------------------|------------------------|----------------|
| 4                       | cw           | 0,2649                    | 5,65 $\pm$ 0,75        | a              |
| 7                       |              | 0,7005                    | 11,21 $\pm$ 1,04       | b              |
| 10                      |              | 0,8210                    | 16,86 $\pm$ 1,65       | c              |
| 15                      |              | 0,3592                    | 26,83 $\pm$ 2,74       | d              |
| 4                       | ccw          | 0,1096                    | -12,43 $\pm$ 1,72      | e              |
| 7                       |              | 0,1917                    | -26,49 $\pm$ 3,38      | f              |
| 10                      |              | 0,1313                    | -50,26 $\pm$ 5,75      | g              |
| 15                      |              | 0,6956                    | -74,04 $\pm$ 6,69      | h              |

### 4.3.2. Bestimmung der Schülpenfestigkeit

#### 4.3.2.1. Prüfung der Schülpen mit dem Tablettenbohrer

Die primäre Fragestellung dieser Arbeit ist, ob und inwieweit das Rotor-Drehmoment Aufschluss über die Schülpenfestigkeit während des Kompaktierprozesses gibt. Daher sollte diese Schülpenfestigkeit ermittelt werden und sowohl mit den entsprechenden Kompaktierkräften, als auch mit dem aufgenommenen Drehmomentsignal in Bezug gesetzt werden. Dazu wurden bei den Kompaktierkräften 4, 7, 10 und 15 kN/cm Schülpen separiert (siehe Kap. 3.4.2.1.) und mit dem Tablettenbohrer (siehe Kap. 3.4.2.2.) geprüft.

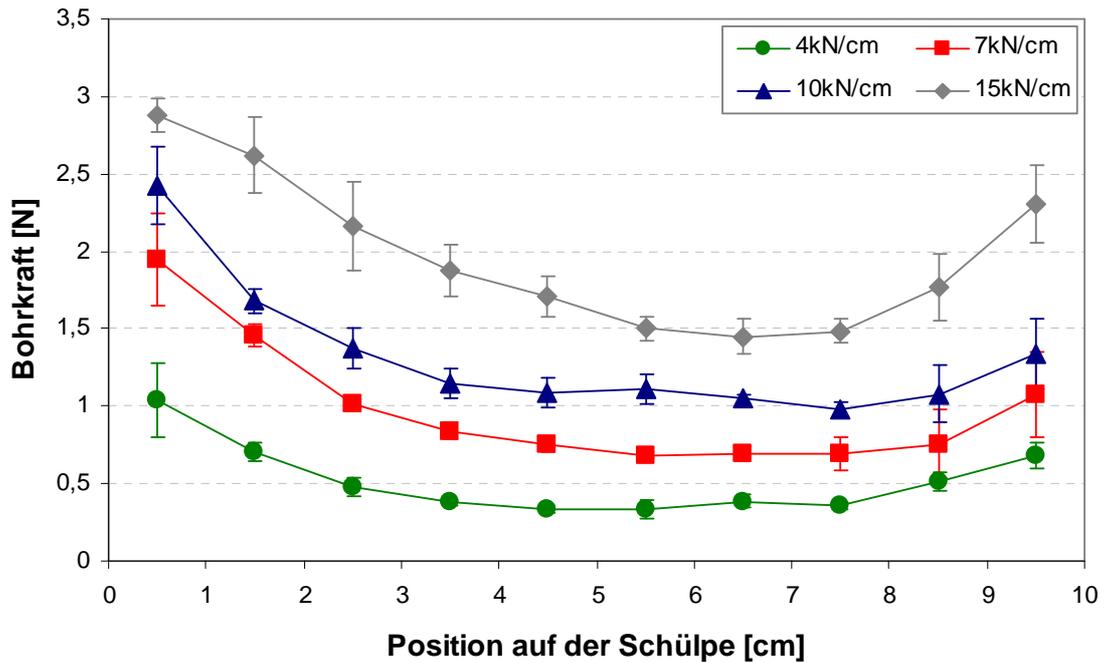


Abb. 4.4. ermittelte Bohrkraft über die Breite der Schülpfen

In Abb. 4.4 sind die ermittelten Bohrkräfte der einzelnen Bohrpositionen entlang der Schülpfenbreite dargestellt (vgl. Abb. 3.5., Kap. 3.4.2.2). Gut zu erkennen ist die typische Dichteverteilung bei Kragenschülpfen. An den Rändern ist die Schülpfendichte/-festigkeit höher als im Zentrum der Schülpe (vgl. [27]). Die Schülpfen, hergestellt bei unterschiedlichen Kompaktierkräften, lassen sich anhand der Bohrkraft signifikant voneinander unterscheiden. Durch die ermittelte Bohrkraft kann auf die Festigkeit der Schülpe geschlossen werden. In den nachfolgenden Betrachtungen wird zu Vergleichen stets die über die gesamte Breite der Schülpe gemittelte Festigkeit betrachtet. In Abb. 4.5. dargestellt sind die mittleren Bohrkräfte der jeweils drei geprüften Schülpfenstücke gegen die Kompaktierkräfte.

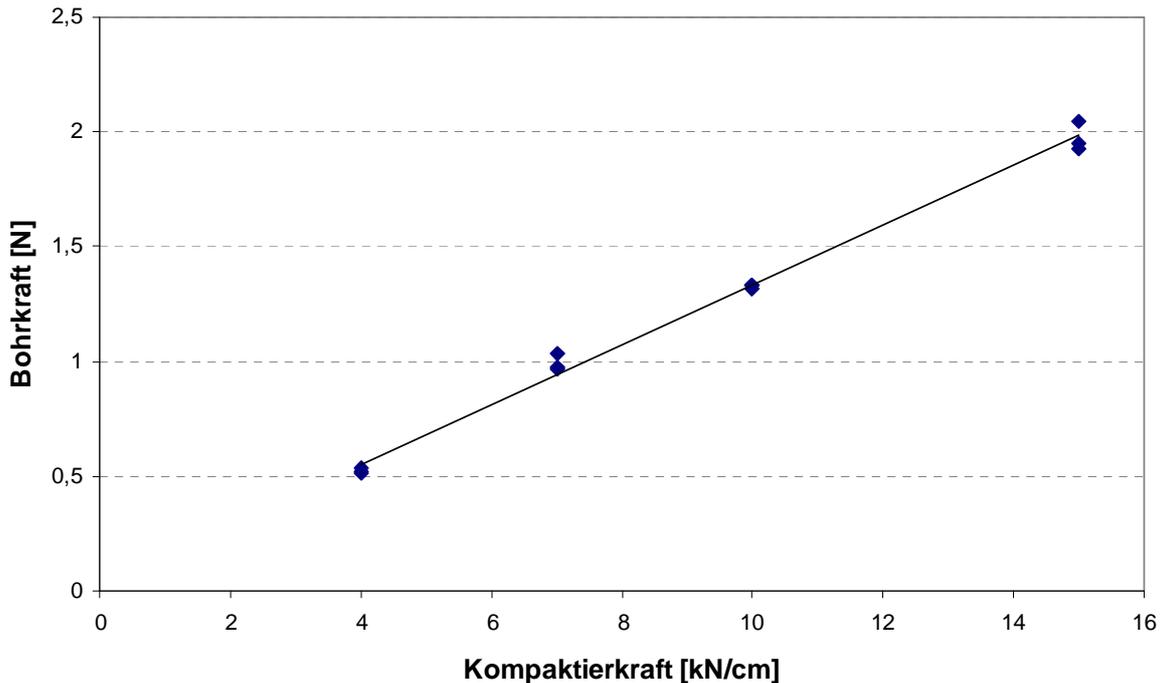


Abb. 4.5. mit der Kompaktierkraft zunehmende mittlere Bohrkraft

Um die Größenordnungen der gemessenen Bohrkraften einschätzen zu können, kann ein Vergleich mit der Zugfestigkeit (tensile strength) von Tabletten herangezogen werden. Dafür wurden für eine erneute Prüfung mittels Tablettenbohrer und zusätzlicher Zugfestigkeitsbestimmung (vgl. Kap. 3.7.1.) Referenztabletten hergestellt. Dies ist im anschließenden Abschnitt dargestellt.

#### 4.3.2.2. Korrelation Bohrkraft mit Zugfestigkeit



Abb. 4.6.  
Bohrpositionen der Referenztabletten

Um eine den geprüften Schülpen entsprechende Festigkeit zu erhalten, erfolgte die Tablettierung mit der pneumohydraulischen Tablettenpresse Flexitab (siehe Kap. 3.8.1.) in einem Pressdruckbereich von 32-262 MPa (Durchmesser: 22 mm, Steghöhe 2,5 mm). Je Pressdruck wurden drei Tabletten nach einer Lagerung von 24 h, analog der Festigkeitsprüfung der Schülpen, mit dem Tablettenbohrer analysiert (Abb. 4.6.). Von jeweils sieben weiteren Tabletten wurden die geometrischen Ausmaße erfasst, um sie dann einem diametralen Bruchtest zu unterziehen und die tensile strength berechnen zu können (siehe Kap. 3.8.2.).

In Abb. 4.7. ist die ermittelte tensile strength der Referenztabletten gegen die verwendeten Pressdrücke dargestellt. Bis zu einem Pressdruck von 211 MPa ist ein linearer Anstieg der tensile strength zu verzeichnen. Mit weiter ansteigenden Pressdrücken nimmt die Zugfestigkeit der Tabletten nicht mehr signifikant zu.

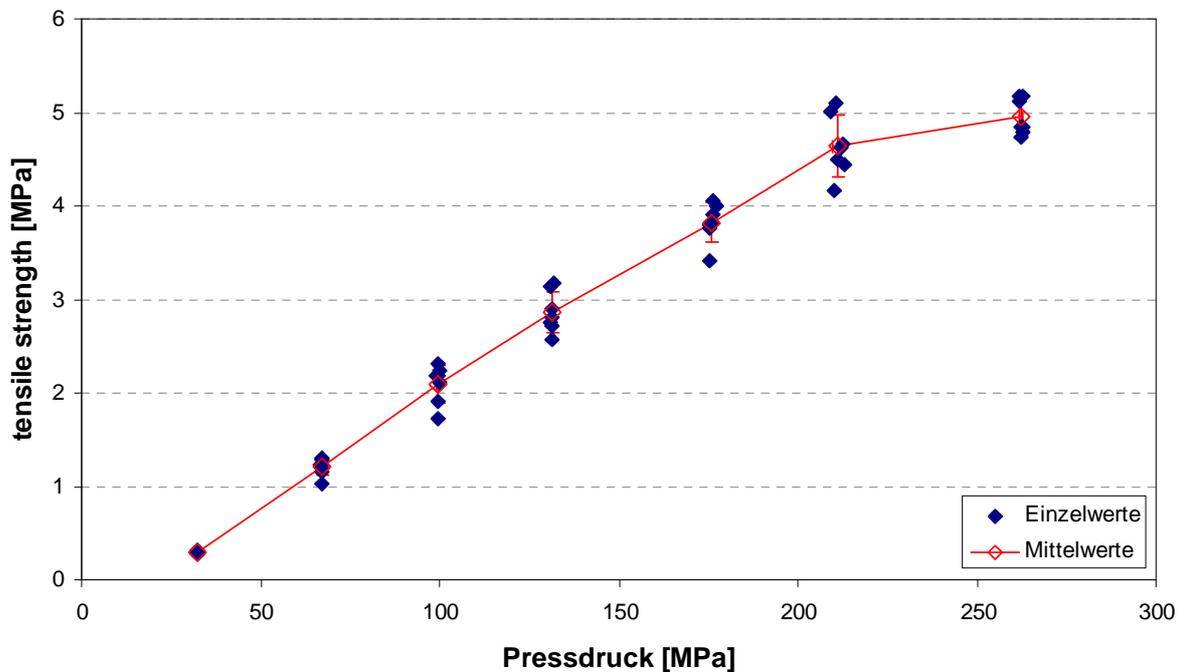


Abb. 4.7. Pressdruck-Zugfestigkeits-Profil der Referenztabletten (compactability plot)

Die scheinbare Dichte der hergestellten Tabletten lag in einem Bereich von 0,75 bis 1,35 g/cm<sup>3</sup> (Abb. 4.8.).

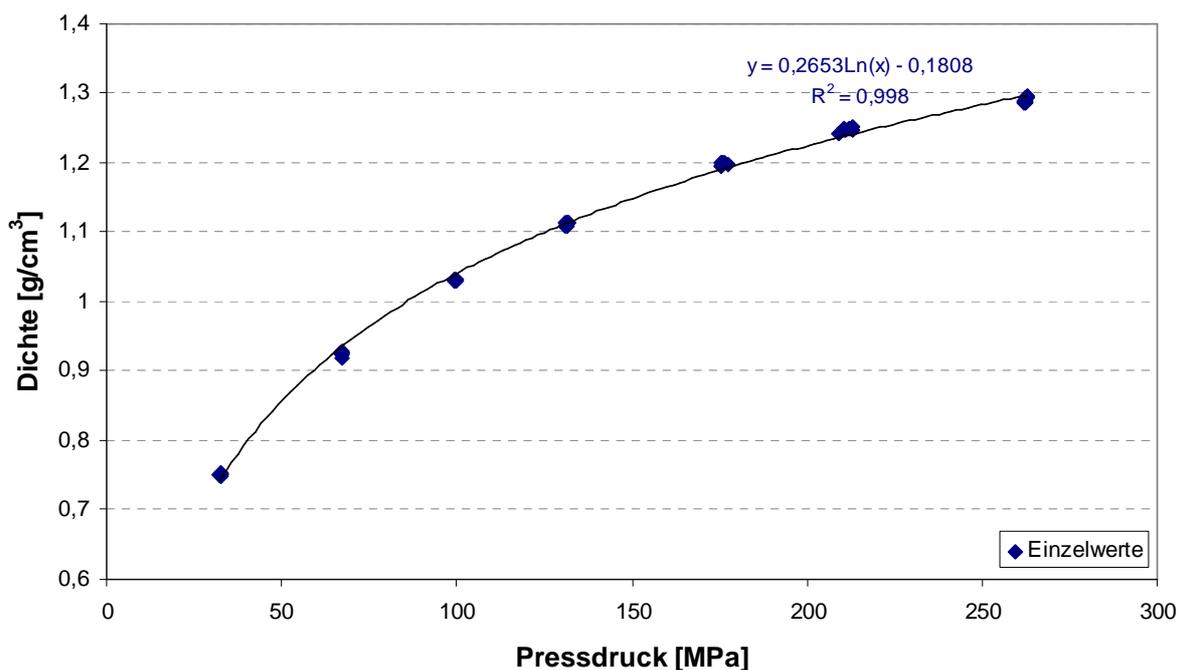


Abb. 4.8. Pressdruck-Dichte-Profil der Referenztabletten (compressibility plot)

Da es sich bei der Ermittlung der Bohrkraft mittels Tablettenbohrer um eine zerstörerische Prüfung handelt, kann von den Tabletten aus dieser Prüfung die tensile strength nicht gemessen werden. Daher wird aus den Daten der sieben weiteren Tabletten ein tensile strength-Dichte-Profil erstellt (Abb. 4.9.), um anhand dieser Daten und der scheinbaren Dichten der Tabletten aus der Bohrkraftbestimmung diese tensile strength-Werte berechnen zu können.

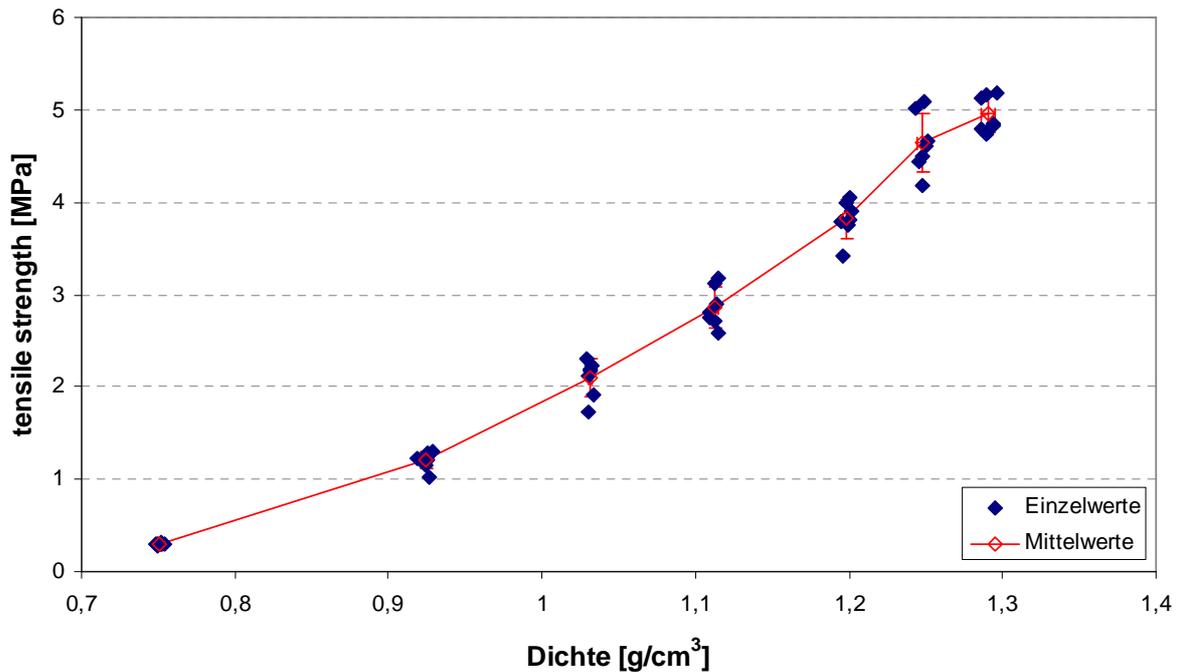


Abb. 4.9. Dichte-Festigkeit-Profil der Referenztabletten

Anhand der Bohrergebnisse und der errechneten tensile strength-Werte lässt sich ein Festigkeit-Bohrkraft-Profil erstellen (Abb. 4.10.), welches den linearen Zusammenhang der beiden Größen zeigt. Mittels dieser Korrelation lassen sich die Bohrkraftwerte der Schülpfen aus Kap. 4.3.2.1. in eine Schülpfenfestigkeit in MPa umrechnen. Wie im letzten Kapitel bereits erwähnt, wird im weiteren Verlauf lediglich die mittlere Schülpfenfestigkeit betrachtet. In Abb. 4.11. ist die berechnete Schülpfenfestigkeit in Korrelation zur eingesetzten Kompaktierkraft dargestellt. Die mittlere Festigkeit der Schülpfen bei den in dieser Arbeit verwendeten Kompaktierkräften reicht von 1,1 MPa bei 4 kN/cm bis 4,6 MPa bei 15 kN/cm. Mit Erhöhung der Kraft ist eine lineare Festigkeitszunahme zu verzeichnen.

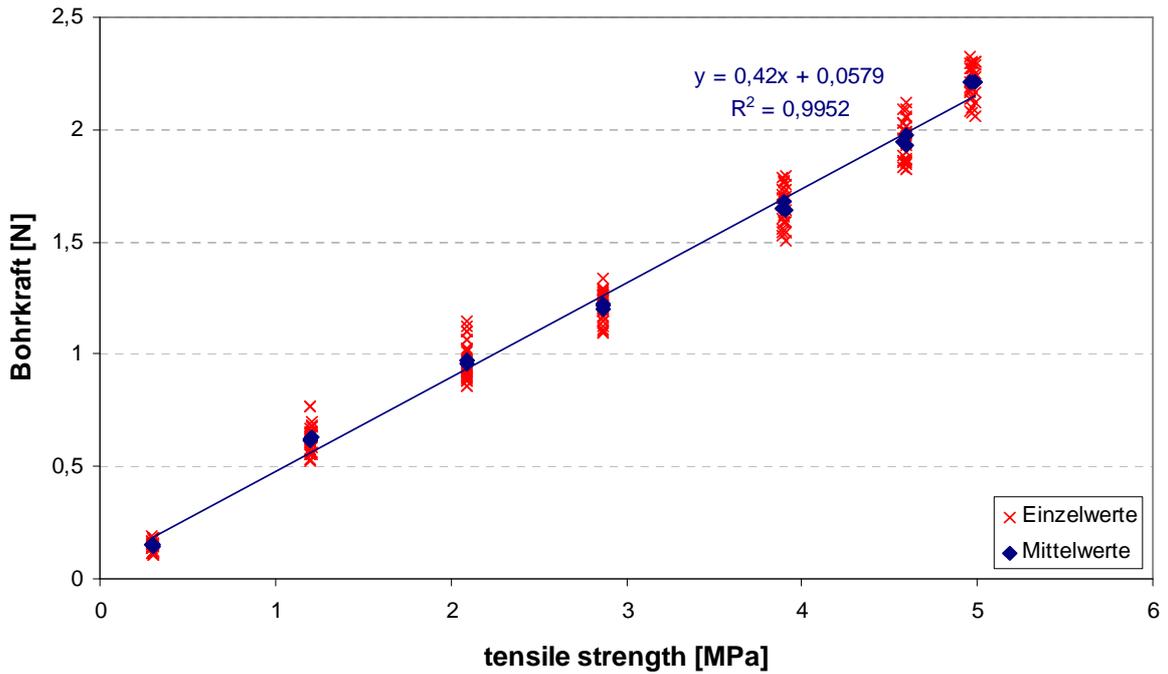


Abb. 4.10. Festigkeit-Bohrkraft-Profil

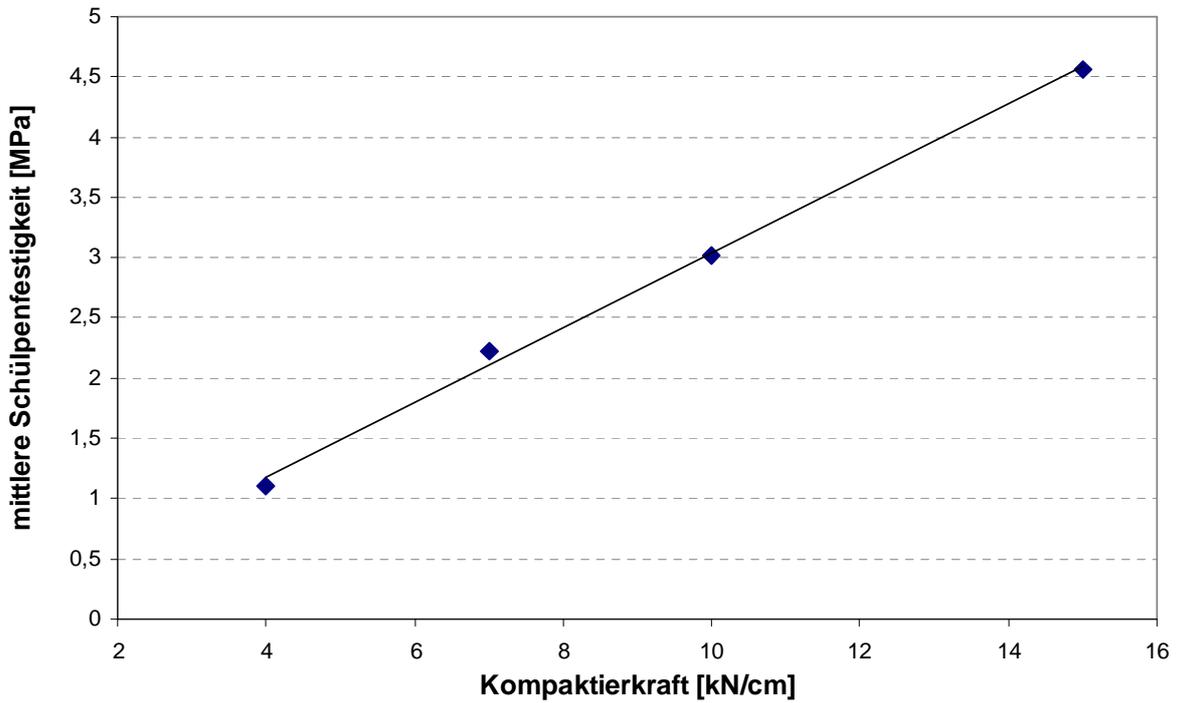


Abb. 4.11. berechnete mittlere Schülpfestigkeiten gegen die Kompaktierkräfte

### 4.3.2.3. Zusammenhang Schülpenfestigkeit - Drehmoment

Aus den vorigen Betrachtungen lassen sich die hier wesentlichen Parameter Schülpenfestigkeit und Drehmoment direkt gegenüberstellen.

Mittels der Korrelation von Schülpenfestigkeit und Kompaktierkraft (Abb. 4.11.) sowie aus der Beziehung von Drehmoment und Kompaktierkraft (Abb. 4.3.), kann der in Abb. 4.12. dargestellte Zusammenhang abgeleitet werden.

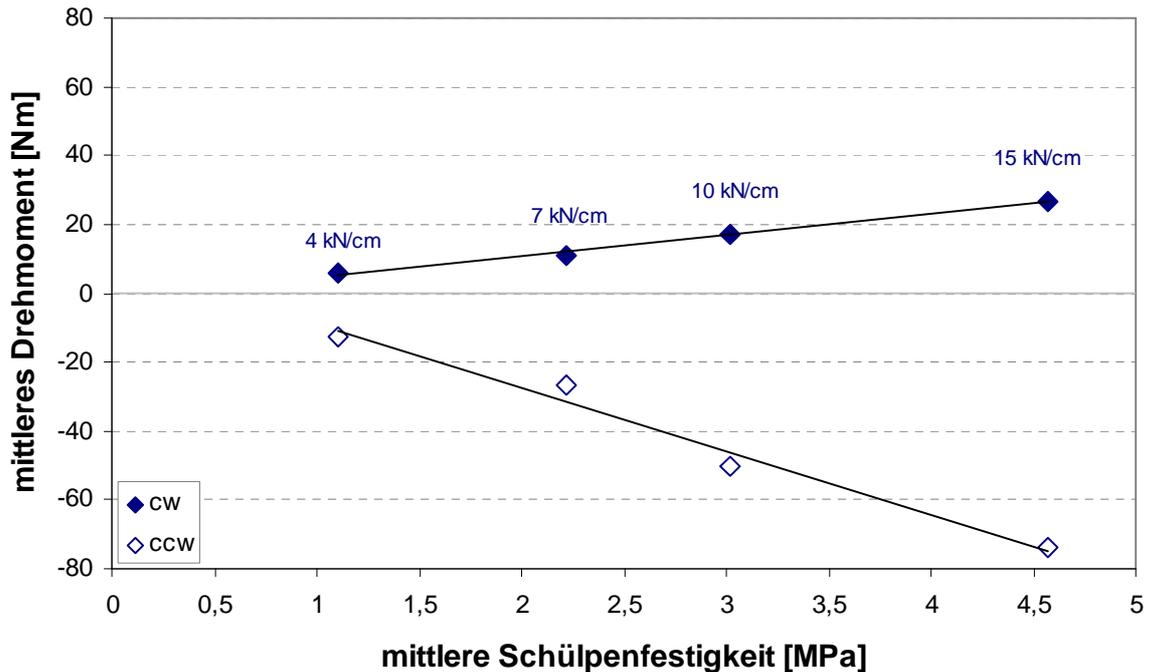


Abb. 4.12. Zusammenhang zwischen Schülpenfestigkeit und Drehmoment

Mit steigender Festigkeit der Schülpen lassen sich zunehmende Drehmomentsignale des Granulatorrotors messen. Da anhand des Drehmoments die eingesetzten spezifischen Kompaktierkräfte statistisch voneinander unterscheidbar sind (siehe Kap. 4.3.1.), können die unterschiedlichen Schülpenfestigkeiten im vorliegenden Bereich mittels Drehmoment erfasst werden.

Berechnet man nun anhand dieser Ergebnisse einmal retrospektiv am Beispiel der Kompaktierkraft 4 kN/cm die Schülpenfestigkeiten aus den aufgenommenen Drehmomenten (Drehmoment<sub>AUC</sub> für cw und ccw), so erhält man folgenden Verlauf (Abb. 4.13.):

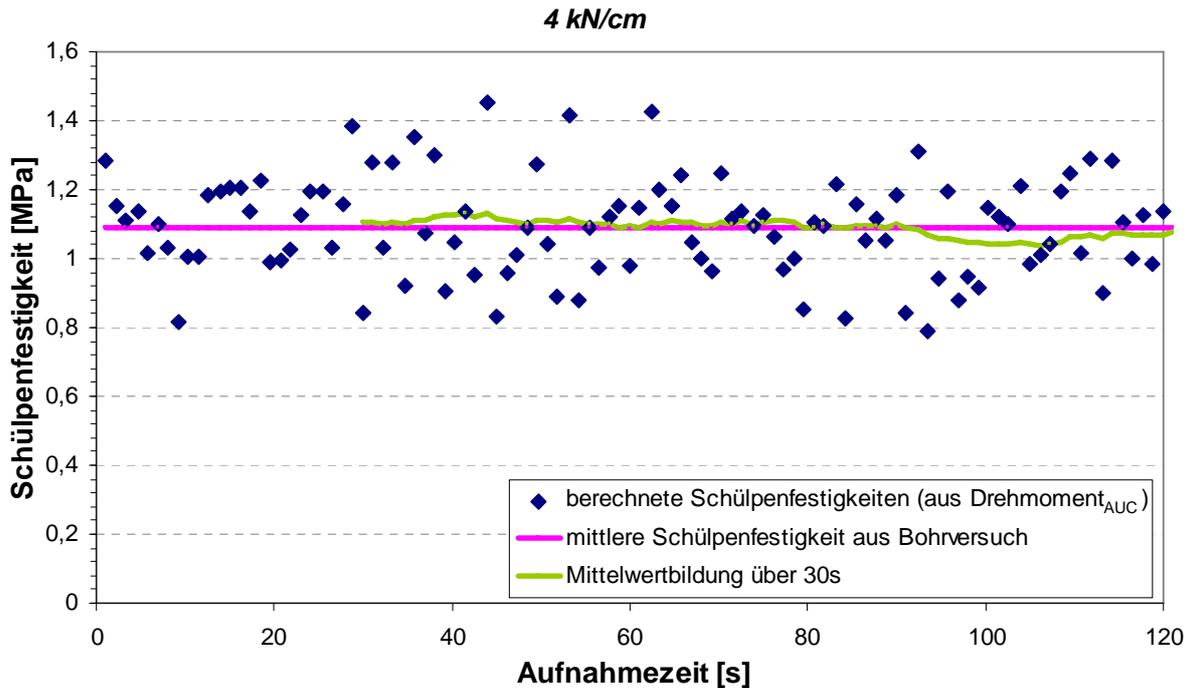


Abb. 4.13. Durch Interpolation aus den Drehmomenteinzelsignalen (Drehmoment<sub>AUC</sub>) erhaltene Schülpenfestigkeiten

In Abb. 4.13. ist neben den interpolierten Schülpenfestigkeiten aus den Drehmomentwerten und der aus dem Bohrversuch ermittelten Schülpenfestigkeit, ein fortlaufender Mittelwert der Festigkeit ab 30 s Laufzeit angegeben. Im Vergleich zur experimentell ermittelten Schülpenfestigkeit, ließe sich demnach anhand eines solchen fortlaufenden Mittelwertes eine relevante Festigkeitsänderung von z.B. > 0,1 MPa detektieren. Bei einer Implementierung der Drehmomenterfassung zur Überwachung der Schülpenfestigkeit während des Produktionsprozesses, würde also die Anzeige eines über einen bestimmten Zeitraum gemittelten Wertes (Drehmoment oder die entsprechende Schülpenfestigkeit) eine ausreichende Kontrolle bieten.

#### 4.3.2.4. Einfluss von Schwankungen der Schülpenfestigkeit auf die Wiederverpressbarkeit

Wie bereits in Kap. 2.1. erwähnt, nimmt die Wiederverpressbarkeit von walzenkompaktierten Granulaten mit Zunahme der spezifischen Kompaktierkraft ab. Je höher die gewählte Kompaktierkraft, desto geringer fällt die tensile strength der aus dem Granulat hergestellten Tabletten aus [12-14]. Da im Rahmen dieser Arbeit keine Daten zur Wiederverpressbarkeit gesammelt wurden, sollen im Folgenden

anhand von Literaturdaten Hinweise darauf erarbeitet werden, inwieweit Abweichungen von der Schülpenfestigkeit die Eigenschaften von im Anschluss hergestellten Tabletten beeinflussen und inwieweit das Rotordrehmoment somit eine Relevanz in diesem Kontext besitzt.

Bei Herting [14] beispielsweise sind tensile strength-Daten von Tabletten aus walzenkompaktierten MCC-Granulaten dargestellt. In dieser Arbeit wurde die mikrokristalline Cellulose Vivapur 101 verwendet, die bei den Kräften 3, 5, 7, 9 und 11 kN/cm auf einem Gerteis Minipactor granuliert wurde (Abb. 4.14.).

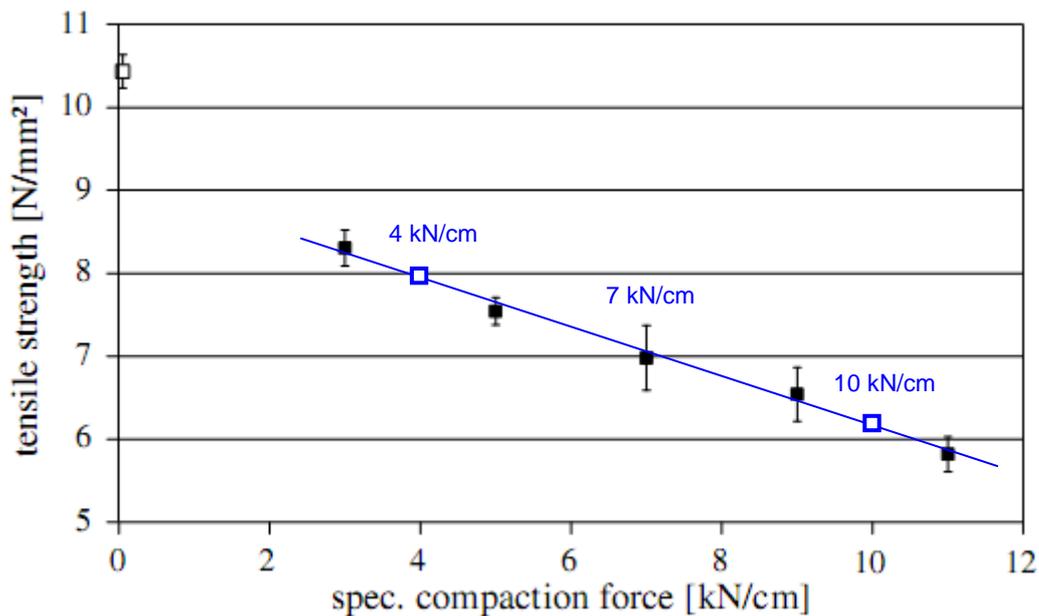


Abb. 4.14. Tensile strength der Tabletten aus walzenkompaktiertem Granulat, das bei verschiedenen Kompaktierkräften hergestellt wurde (MCC= Vivapur 101) [14]

Die tensile strength-Werte der Tabletten aus den verschiedenen Granulaten unterscheiden sich alle signifikant, bis auf diejenigen aus den 7 und 9 kN/cm-Granulaten [14]. Daher kann aus diesen Daten geschlossen werden, dass auf jeden Fall eine Festigkeitsänderung, die durch eine Kraftdifferenz von 2 kN/cm hervorgerufen wird, einen relevanten Einfluss auf die Tablettierbarkeit von MCC hat.

Unter Annahme vergleichbarer Größenverhältnisse wurden aus Abb. 4.14. zusätzlich die tensile strength-Daten zu den im Rahmen der vorliegenden Arbeit verwendeten Standardkompaktierkräften 4 und 10 kN/cm abgeleitet, um sie mit den experimentell bestimmten Schülpenfestigkeiten (Kap. 4.3.3.2.) in Bezug setzen zu können (Abb. 4.15.).

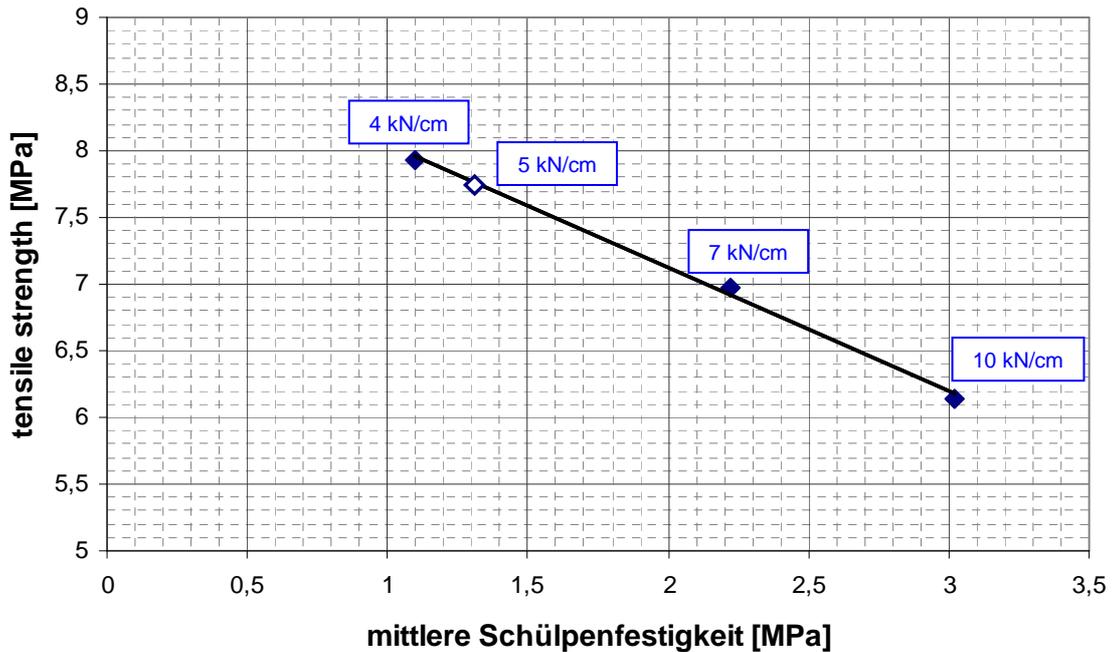


Abb. 4.15. aus Literaturdaten abgeleitete tensile strength-Werte gegen experimentell bestimmte Schülpenfestigkeiten

Um sich auf die vorher angesprochene Kraftdifferenz von 2 kN/cm zu beziehen, wurde exemplarisch die tensile strength der Tabletten aus dem 5 kN/cm-Granulat [14] in das Diagramm eingetragen und die entsprechende Schülpenfestigkeit ermittelt. Somit kann die Differenz der Tablettenzugfestigkeiten aus Granulat, gewonnen bei 5 und 7 kN/cm, auf eine Zunahme der Schülpenfestigkeit von etwa 1,3 MPa auf 2,2 MPa zurückgeführt werden.

Somit geben die aus den Literaturdaten abgeleiteten Betrachtungen einen Hinweis darauf, dass sich bei einer Festigkeitsänderung der Schülpen um etwa 0,9 MPa die Tablettierbarkeit des Granulates deutlich ändert. Da aus den bisherigen Darstellungen der Beziehung von Rotordrehmoment und Schülpenfestigkeit hervorgeht, dass eine Festigkeitsänderung in einem solchen Bereich durch das Drehmoment erkennbar ist, kann davon ausgegangen werden, dass anhand des Drehmoments auch in Bezug auf die Wiederverpressbarkeit des Granulats Hinweise gewonnen werden können.

#### 4.3.3. „Überschmierungsversuch“

Um den Einfluss der Schülpenfestigkeit auf das Drehmomentsignal besser bewerten zu können, wurden im folgenden Versuch zwei Mischungen Microcel 101 mit 1% Magnesiumstearat hergestellt. Die Mischzeit des ersten Ansatzes betrug 5 min

(„normal geschmierte Mischung“), während der zweite Ansatz 20 h gemischt wurde („überschmierte Mischung“). Somit wurden zwei Mischungen erhalten, die sich erheblich in ihrer Kompaktierbarkeit unterscheiden. Aufgrund der langen Mischzeit ist zu erwarten, dass Ansatz 2 eine im Vergleich zu Ansatz 1 erheblich verringerte Kompaktibilität besitzt und bei Kompaktierung sehr geringe Schülpenfestigkeiten resultieren (*siehe* Kap. 3.1.2) [67], [68]. Die Mischungen wurden anschließend bei 4 und 7 kN/cm, einem Spalt von 1,5 mm und einer Rollendrehzahl von 2 UpM kompaktiert. Nach Erreichen von „steady state“-Bedingungen wurde das Drehmoment über eine Dauer von 90 s aufgezeichnet. Zum zusätzlichen Vergleich der beiden Ansätze wurde für beide Kompaktierprozesse die „at gap“-Dichte über den Schülpendurchsatz ermittelt (*vgl.* Kap. 3.4.2.3.). Um den Unterschied der beiden Mischungen in der Kompaktibilität zu verdeutlichen, wurden beide Ansätze unter Verwendung eines 13 mm Stempels auf der Flexitab tablettiert (n=7) und anschließend, anhand der Daten aus Bruchfestigkeitstest und den geometrischen Abmessungen der Tabletten, ein Pressdruck-Festigkeit-Diagramm erstellt (Abb. 4.19.). In Abb. 4.16. und 4.17. sind die gemessenen Drehmomente bei beiden gewählten Kompaktierkräften über die Aufnahmedauer dargestellt.

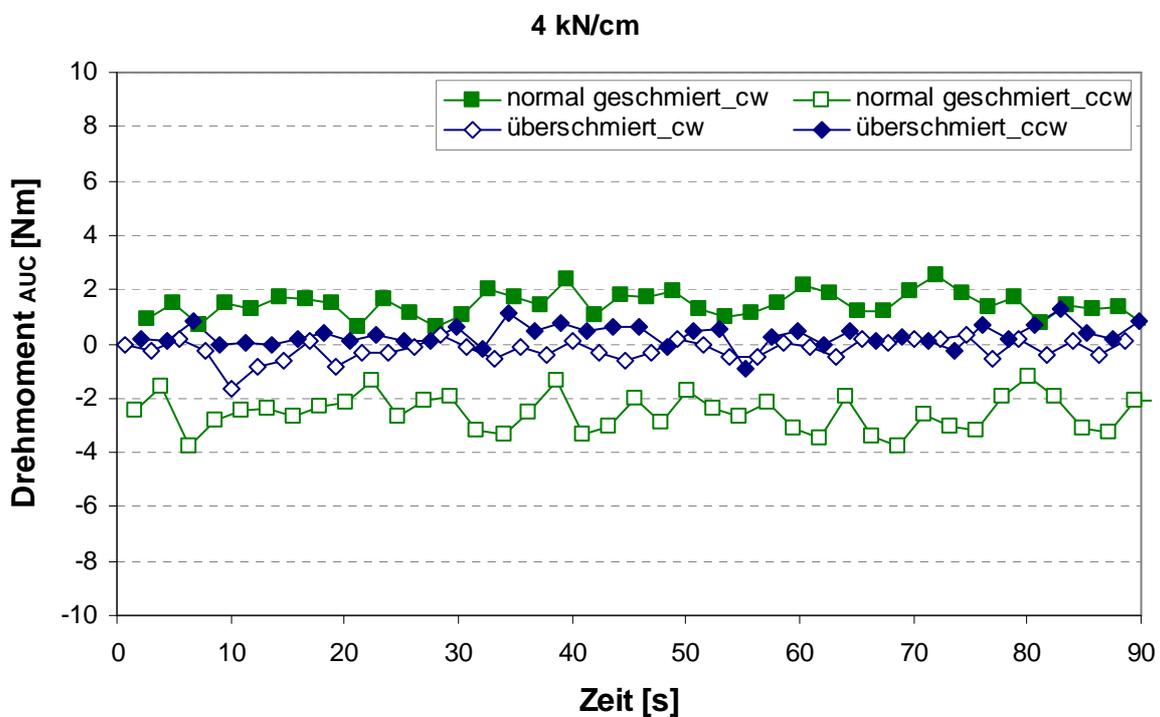


Abb. 4.16. Drehmomenteinzelsignale bei Kompaktierung der normal geschmierten und der überschmierten Mischung bei 4 kN/cm

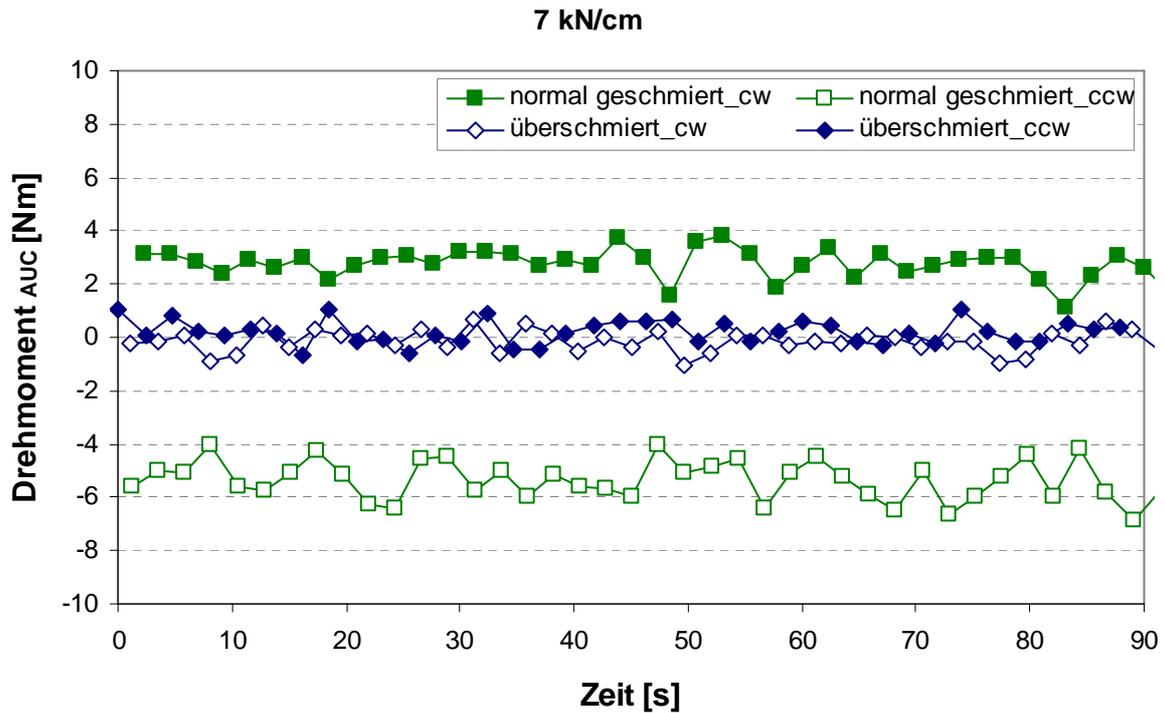


Abb. 4.17. Drehmomenteinzelsignale bei Kompaktierung der normal geschmierten und der überschmierten Mischung bei 7 kN/cm

Bei beiden gewählten Kompaktierkräften gehen die Drehmomentsignale bei der Kompaktierung der überschmierten Mischung gegen Null. Das Drehmomentsignal aus der Verarbeitung der normal geschmierten Mischung liegt deutlich höher, wobei der Unterschied bei 7 kN/cm besser zu erkennen ist, als bei 4 kN/cm.

Die Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse (Tab. 4.2.) zeigen zudem, dass sich die normal geschmierte und die überschmierte Mischung bei beiden Kräften statistisch signifikant unterscheiden. Die Überschmierung bewirkt, dass die Drehmomentmittelwerte der überschmierten Mischung sich nicht unterscheiden, unabhängig davon, welche Kompaktierkraft gewählt wurde.

Tab. 4.2. Ergebnisse der Prüfung auf Normalverteilung und der einfaktoriellen Varianzanalyse (ANOVA) der Drehmomentsignale, aufgenommen bei unterschiedlich geschmierten MCC-Mischungen

| Kompaktierkraft [kN/cm] | Schmierung   | Drehrichtung | Normalverteilung (p-Wert) | Drehmoment MW ± SD | letter display |
|-------------------------|--------------|--------------|---------------------------|--------------------|----------------|
| 4                       | normal       | cw           | 0,8686                    | 1,44 ± 0,47        | a              |
|                         | überschmiert |              | 0,1555                    | -0,18 ± 0,32       | b              |
| 7                       | normal       |              | 0,3339                    | 2,85 ± 0,53        | c              |
|                         | überschmiert |              | 0,7712                    | -0,14 ± 0,43       | bd             |
| 4                       | normal       | ccw          | 0,6145                    | -2,54 ± 0,67       | e              |
|                         | überschmiert |              | 0,3625                    | 0,32 ± 0,41        | f              |
| 7                       | normal       |              | 0,3522                    | -5,38 ± 0,76       | g              |
|                         | überschmiert |              | 0,5523                    | 0,20 ± 0,45        | df             |

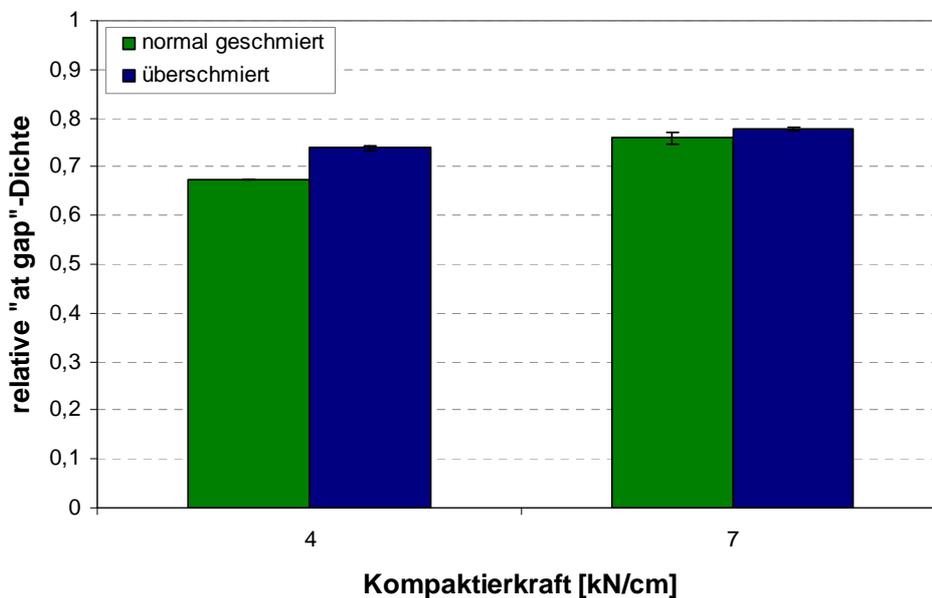


Abb. 4.18. über den Durchsatz bestimmte relative „at gap“-Dichte beider MCC-Mischungen

Über den gemessenen Schülpendurchsatz wurde (wie in Kap. 3.4.2.3. beschrieben) die „at gap“-Dichte der Schülpen aus beiden Mischungen bestimmt (Abb. 4.18.). Aufgrund eines minimal größeren Durchsatzes der überschmierten Mischung bei 4 kN/cm bzw. eines vergleichbaren Durchsatzes beider Mischungen bei 7 kN/cm, weisen diese Schülpen bei 4 kN/cm eine geringfügig höhere Dichte auf bzw. besitzen bei 7 kN/cm eine vergleichbare Dichte, wie diejenigen der normal geschmierten Mischung. Dieses Ergebnis lässt sich in den aufgezeichneten Drehmomentsignalen nicht wiederfinden.

Die Pressdruck-Zugfestigkeits-Daten, gewonnen aus dem Tablettierversuch der beiden Mischungen, zeigen, wie groß der Unterschied in der Verpressbarkeit beider

Mischungen ist (Abb. 4.19.). Die Tabletten der normal geschmierten Mischung besitzen eindeutig eine höhere mechanische Stabilität. Tabletten hingegen aus der überschmierten Mischung, die bei dem geringsten Tablettierdruck hergestellt wurden, wiesen beispielsweise eine so geringe Festigkeit auf, dass sie nicht mit dem Bruchfestigkeitstester erfasst werden konnte. Somit entsprechen diese Ergebnisse den Beobachtungen aus den Drehmomentmessungen.

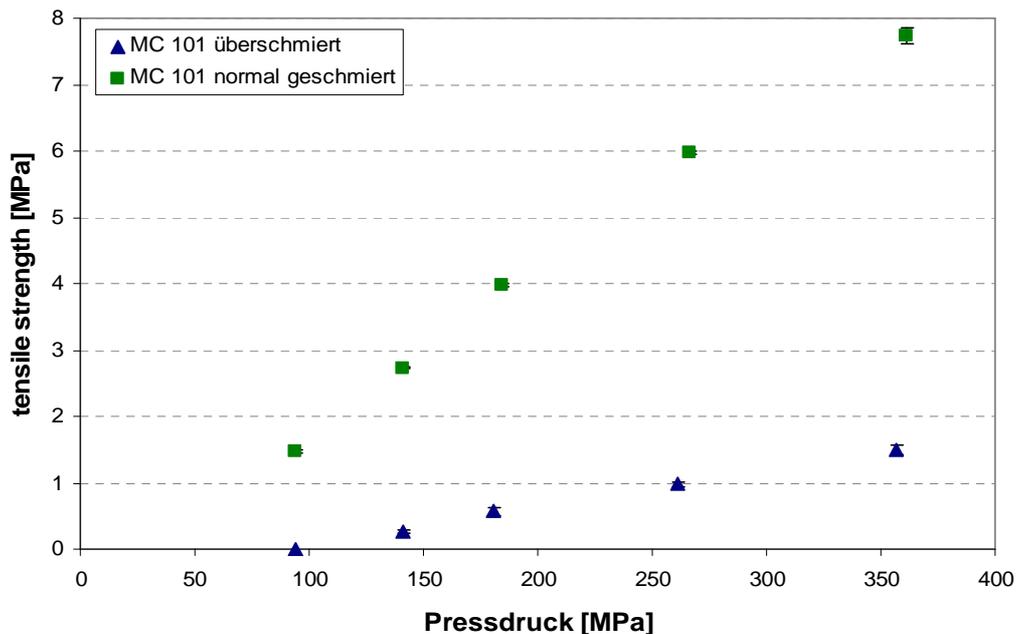


Abb. 4.19. *Pressdruck-Festigkeit-Profil der normal geschmierten und der überschmierten Mischung*

#### 4.3.4. Chargendifferenzierung

Im Rahmen dieser Arbeit kamen zwei verschiedene Chargen Microcel 101 zum Einsatz. Aus der Literatur ist bekannt, dass bei mikrokristalliner Cellulose zwischen verschiedenen Chargen selbst innerhalb eines Herstellers z. B. in Bezug auf das Tablettierverhalten keine Konformität gegeben ist [81]. Im Folgenden sollen beide Chargen durch eine Erhöhung der Kompaktierkraft in vier Stufen (4, 7, 10, 15 kN/cm) mittels des Rotor-Drehmoments miteinander verglichen werden. Zum weiteren Vergleich beider Chargen und um die Ergebnisse aus der Drehmomenterfassung zu überprüfen, wurden beide Chargen tablettiert und die tensile strength ermittelt, um anschließend ein Pressdruck-Festigkeit-Diagramm zu erstellen (Abb. 4.21.).

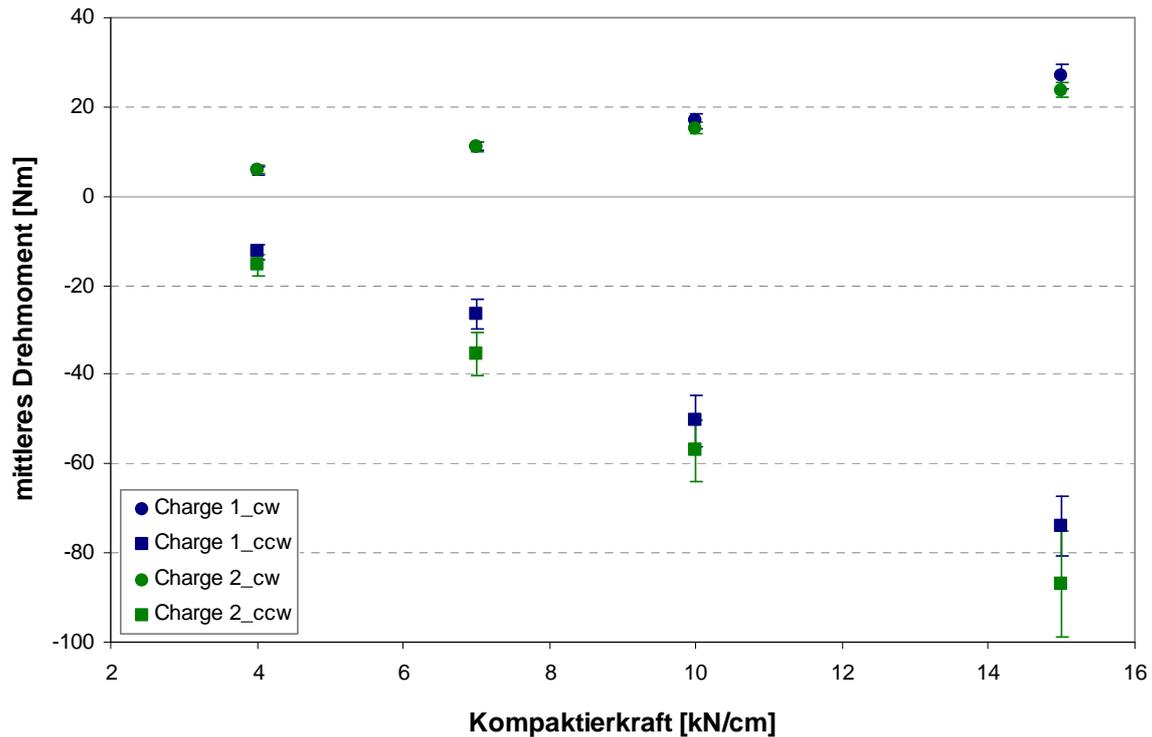


Abb. 4.20. Drehmoment, das bei der Kompaktierung von zwei verschiedenen MCC-Chargen aufgezeichnet wurde

Anhand der gemittelten Signale (Abb. 4.20.) kann man besonders in ccw-Drehrichtung einen Unterschied zwischen den beiden verwendeten Chargen erkennen. Die einfaktorielle Varianzanalyse (Tab. 4.3.) zeigt, dass in cw-Drehrichtung die Chargen bei den geringeren Kompaktierkräften (4 und 7 kN/cm) keinen Unterschied aufweisen. Bei 10 und 15 kN/cm lässt sich allerdings anhand des Drehmoments ein statistisch signifikanter Unterschied erkennen, wobei die Schülpen aus der ersten Microcel-Charge ein geringfügig höheres Drehmoment bewirken. Das Drehmomentsignal der ccw-Drehrichtung lässt etwas abweichende Schlussfolgerungen zu: Zwar können auch hier bei 4 kN/cm die Chargen durch das Drehmoment nicht unterschieden werden, doch ab 7 kN/cm liegen in den aufgenommenen Drehmomentsignalen statistisch signifikante Unterschiede vor. Hier ergibt jeweils die Kompaktierung des Microcels aus Charge 2 ein höheres Drehmoment und die Differenz zwischen den Signalen ist deutlicher, als in cw-Drehrichtung.

Tab. 4.3. Ergebnisse der Prüfung auf Normalverteilung und der einfaktoriellen Varianzanalyse (ANOVA) der Drehmomentensignale, aufgenommen bei unterschiedlichen Chargen MC-101

| Kompaktierkraft [kN/cm] | Charge | Drehrichtung | Normalverteilung (p-Wert) | Drehmoment MW $\pm$ SD | letter display |
|-------------------------|--------|--------------|---------------------------|------------------------|----------------|
| 4                       | 1      | cw           | 0,2649                    | 5,65 $\pm$ 0,75        | <b>a</b>       |
| 4                       | 2      |              | 0,2467                    | 5,90 $\pm$ 0,93        | <b>a</b>       |
| 7                       | 1      |              | 0,7005                    | 11,21 $\pm$ 1,04       | <b>b</b>       |
| 7                       | 2      |              | 0,0975                    | 11,17 $\pm$ 1,15       | <b>b</b>       |
| 10                      | 1      |              | 0,8210                    | 16,85 $\pm$ 1,65       | <b>c</b>       |
| 10                      | 2      |              | 0,3150                    | 15,18 $\pm$ 1,33       | <b>d</b>       |
| 15                      | 1      |              | 0,3592                    | 26,83 $\pm$ 2,74       | <b>e</b>       |
| 15                      | 2      |              | 0,4517                    | 23,79 $\pm$ 1,79       | <b>f</b>       |
| 4                       | 1      | ccw          | 0,1096                    | -12,43 $\pm$ 1,72      | <b>g</b>       |
| 4                       | 2      |              | 0,6331                    | -15,51 $\pm$ 2,26      | <b>g</b>       |
| 7                       | 1      |              | 0,1917                    | -26,49 $\pm$ 3,38      | <b>h</b>       |
| 7                       | 2      |              | 0,8069                    | -35,32 $\pm$ 4,94      | <b>i</b>       |
| 10                      | 1      |              | 0,1313                    | -50,26 $\pm$ 5,75      | <b>j</b>       |
| 10                      | 2      |              | 0,4265                    | -56,96 $\pm$ 6,88      | <b>k</b>       |
| 15                      | 1      |              | 0,6956                    | -74,04 $\pm$ 6,69      | <b>l</b>       |
| 15                      | 2      |              | 0,1141                    | -87,04 $\pm$ 11,89     | <b>m</b>       |

Die Daten aus der Tablettierung beider Chargen und anschließender Prüfung der Tabletten, ergeben ein ähnliches Bild, wie die Drehmomentdaten der ccw-Drehrichtung. Das Pressdruck-Festigkeit-Profil (Abb. 4.21.) zeigt, dass beide Microcel-Chargen bei niedrigen Pressdrücken etwa gleiche tensile strength-Werte ergeben. Im höheren Pressdruckbereich hingegen, sind die Tabletten, die aus Charge 2 des Microcels verpresst wurden, signifikant fester, als diejenigen aus Charge 1.

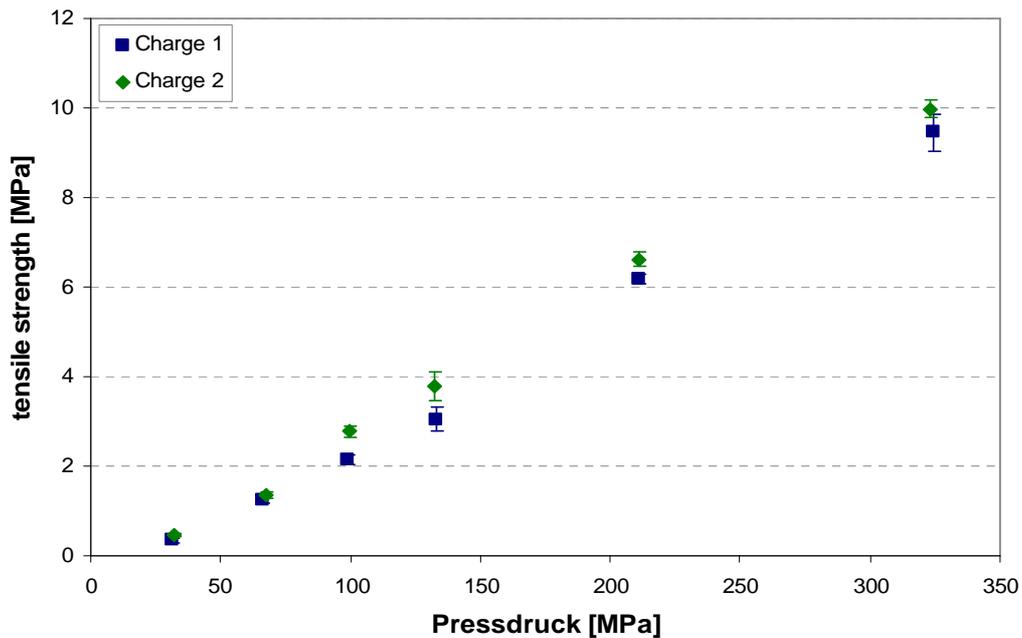


Abb. 4.21. Pressdruck-Festigkeit-Profil beider geprüften MCC-Chargen

#### 4.3.5. Zusammenfassung

Die Ergebnisse aus diesem Abschnitt geben anschaulich wieder, dass das Rotor-Drehmoment durch die Festigkeit der Schülpfen beeinflusst wird. Schülpfen, die bei verschiedenen Kompaktierkräften hergestellt wurden und deren unterschiedliche Festigkeit experimentell nachgewiesen wurde, können anhand des aufgenommenen Drehmoments statistisch signifikant unterschieden werden. Mit ansteigender Kompaktierkraft nimmt bei den MCC-Schülpfen die Festigkeit zu, als auch das Drehmoment, das während der Kompaktierung aufgezeichnet wird. Zwischen dem Drehmoment und der Schülpfenfestigkeit besteht ein linearer Zusammenhang (Abb. 4.3.), was Rückschlüsse auf die Korrelation zwischen hier nicht geprüfter Festigkeiten und dem Drehmomentsignal ermöglicht. Darüber hinaus gibt es Hinweise, dass bei Einsatz der Drehmomentenerfassung als in-line Prozessüberwachung bereits relativ geringe Festigkeitsunterschiede der Schülpfen anhand von Drehmomentschwankungen erkannt werden könnten (Abb. 4.13.). Aufgrund der Detektion von Festigkeitsunterschieden können aus dem Drehmoment auch Hinweise auf die Wiederverpressbarkeit der Granulate erarbeitet werden (*siehe* Kap. 4.3.2.4.). Wichtig ist zudem der durch die Kompaktierung von überschmierter MCC erbrachte Nachweis, dass tatsächlich die Festigkeit die maßgeblich beeinflussende Schülpfeneigenschaft ist (*siehe* Kap. 4.3.3.). Nur bei einer normal

geschmierten Mischung konnte während des Kompaktierprozesses ein Drehmomentsignal größer Null gemessen werden (Abb. 4.17.). Schülpen der überschmierten Mischung wiesen keine ausreichende Festigkeit auf, um dem Taschenmuldenrotor einen messbaren Widerstand entgegen zu setzen. Da beide Mischungen sich im Durchsatz und somit in der „at gap“-Dichte lediglich marginal unterschieden (Abb. 4.18.), kann geschlossen werden, dass die Schülpenfestigkeit und nicht die Dichte der ausschlaggebende Faktor für die Drehmomentänderung ist.

Auch Festigkeitsunterschiede, die beim Einsatz verschiedener Chargen MCC auftreten können, wurden im Rahmen der gemachten Untersuchungen mittels Drehmomentaufnahme detektiert (siehe Kap. 4.3.4.). Die unterschiedliche Verpressbarkeit der verwendeten MCC-Chargen war anhand des Pressdruck-Festigkeit-Diagramms der hergestellten Tabletten erkennbar und konnte auch anhand der Drehmomentdaten, die bei der Kompaktierung bei unterschiedlichen Kräften erhalten wurden, festgestellt werden. Die Ergebnisse der Drehmomentaufnahme in ccw-Drehrichtung sind hier aussagekräftiger, was damit erklärt werden kann, dass das Drehmoment in dieser Drehrichtung generell empfindlicher auf Änderungen reagiert. Demnach lassen sich durch das Rotor-Drehmoment Änderungen zwischen unterschiedlichen Chargen mikrokristalliner Cellulose in Bezug auf das Kompaktierverhalten detektieren. Somit bietet die Drehmomentenerfassung - zumindest bei höheren Kompaktierkräften - prinzipiell die Möglichkeit, die Schülpenfestigkeit nach einem Chargenwechsel, z.B. durch Anpassung der Kompaktierkraft, kontrolliert gemäß der geforderten Spezifikation einzustellen, um ein vergleichbares Zwischenprodukt (Schülpen) und somit auch ein vergleichbares Endprodukt (Granulat) zu erhalten.

## 4.4. Schülpenmenge

Bei einem Mehrangebot an zu zerkleinerndem Material muss der Zerkleinerungsrotor ebenfalls mehr Arbeit leisten. Beim Kompaktierprozess kann sich dieses Mehrangebot zum einen auf unzerkleinertes Material, das in den Siebkorb fällt, also auf den Schülpendurchsatz beziehen. Zum anderen kann ein Mehrangebot durch die Menge an Schülpenbruchstücken im Siebkorb resultieren, sprich durch den Füllgrad des Siebkorbs. Ein erhöhter Schülpendurchsatz wird hauptsächlich durch eine Erhöhung der Rollendrehzahl hervorgerufen. Der Füllgrad des Siebkorbs kann bei ungenügender Zerkleinerungseffizienz ansteigen, d.h. wenn weniger Material das Sieb passiert, als von oben aus dem Kompaktierprozess zugeführt wird.

In diesem Kapitel soll untersucht werden, inwieweit sich eine Erhöhung des Schülpendurchsatzes, als auch des Füllgrads auf das Rotor-Drehmoment auswirkt. Anhand dessen kann beurteilt werden, ob solche Änderungen während des Prozesses, bei einer möglichen Anwendung der Drehmomentaufnahme als in-line Messmethode, mit betrachtet werden müssen oder vernachlässigbar sind.

### 4.4.1. Rollendrehzahl

Die Rollendrehzahl lässt sich beim Macropactor in einem Bereich von 1 bis 30 UpM variieren. Durch eine Erhöhung der Rollendrehzahl lässt sich der Schülpendurchsatz um ein Vielfaches steigern. Zwar nimmt mit Zunahme der Walzengeschwindigkeit die Verdichtungszeit ab, doch sollte dies bei verwendetem Hilfsstoff und bei automatischer Spaltregelung (*siehe* Kapitel 2.2.3.) einen vernachlässigbaren Einfluss auf die Schülpendichte bzw. die Schülpenfestigkeit haben. Um dies zu veranschaulichen wurden Schülpen bei einer Kompaktierkraft von 10 kN/cm bei drei verschiedenen Rollendrehzahlen separiert und ihre Festigkeit, wie in Kap. 4.3.2. beschrieben, bestimmt. In Abb. 4.22. ist die ermittelte Schülpenfestigkeit der einzelnen Bohrpositionen dargestellt. Wie zu erwarten, unterscheiden sich die Festigkeiten, besonders im Zentrum der Schülpen, nicht signifikant. Die Unterschiede an den äußeren Rändern sind auf eine Messungenauigkeit zurückzuführen, die durch eine nicht ausreichend im Tablettenbohrer fixierte Schülpenprobe hervorgerufen wird.

Somit kann durch Rollendrehzahlerhöhung bei gleichen Festigkeiten lediglich der Einfluss der Masse auf das Rotor-Drehmoment ermittelt werden.

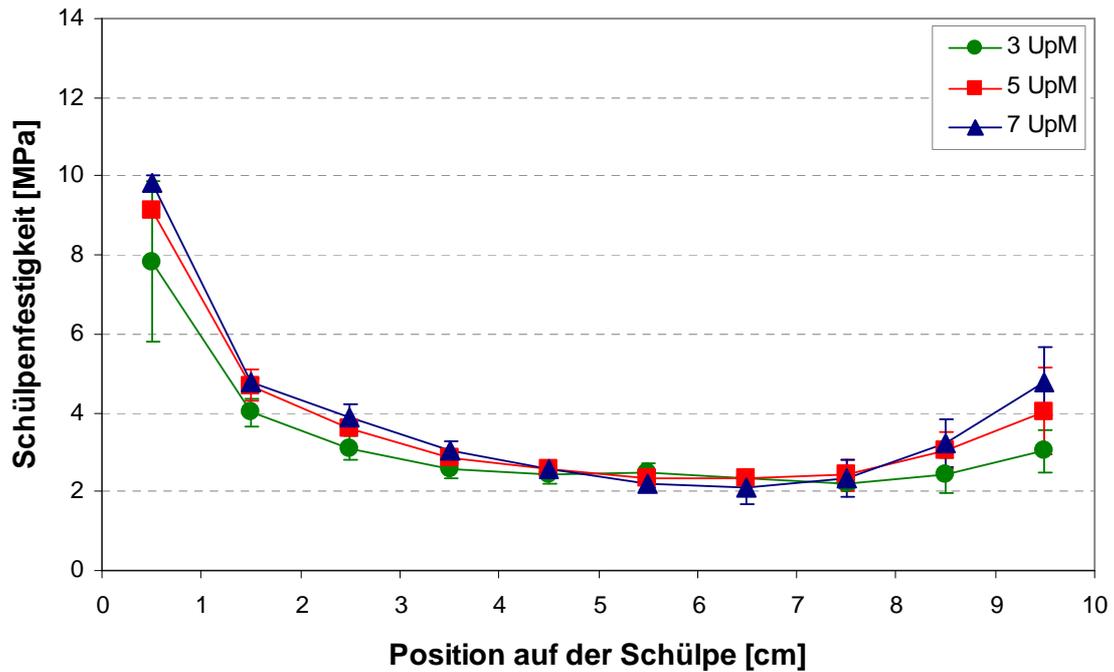
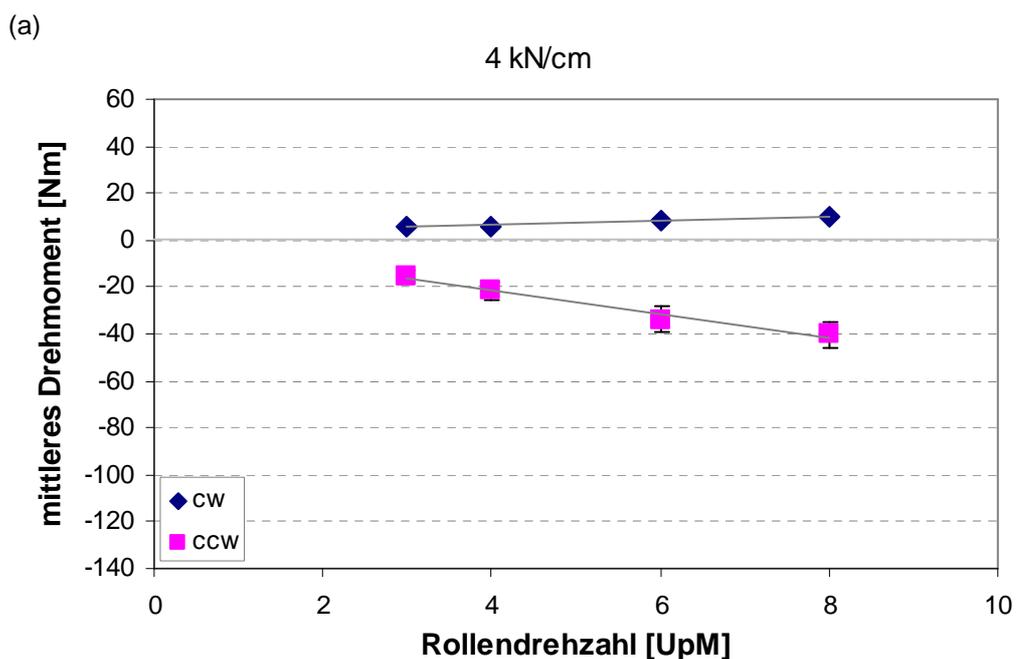


Abb. 4.22. Festigkeitswerte bei Schülpfen hergestellt bei unterschiedlichen Rollendrehzahlen

Im Folgenden wird die Drehmomentaufnahme bei der Kompaktierung von Microcel 101 bei 4 und 10 kN/cm dargestellt. Die Rollendrehzahl wurde hier jeweils in vier Stufen erhöht: Von 3 auf 4 auf 6 und 8 UpM. Um das Mehrangebot an Schülpfen durch die Rollendrehzahlerhöhung quantifizieren zu können, wurde bei jeder Rollendrehzahl der Schülpfendurchsatz bestimmt (vgl. Kap. 3.4.2.3.).



(b)

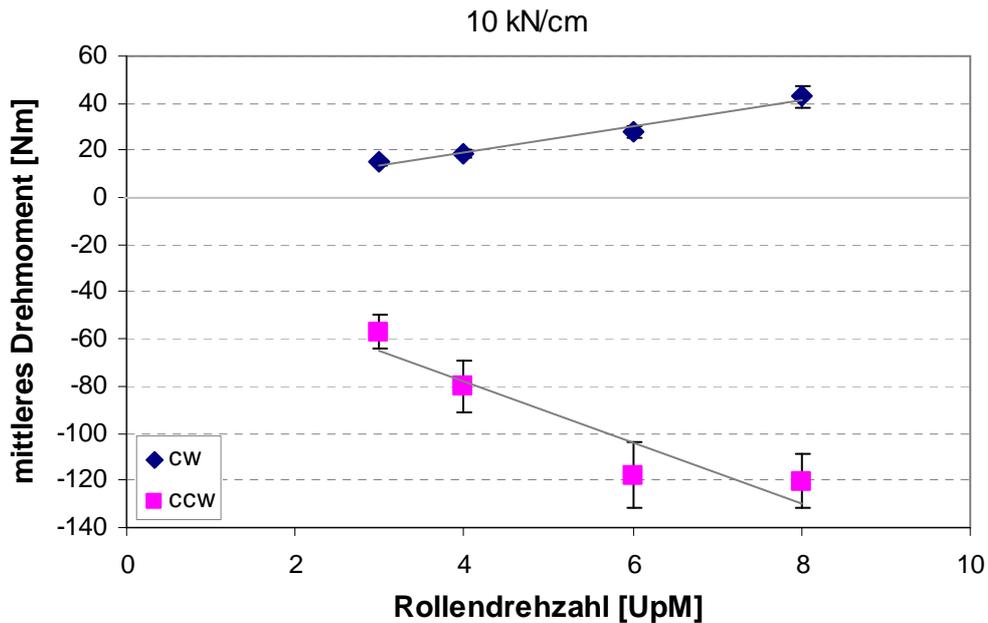


Abb. 4.23. Darstellung der mittleren Drehmomente bei unterschiedlichen Rollendrehzahlen, bei (a) 4 kN/cm und (b) 10 kN/cm

Mit steigender Rollendrehzahl kommt es zu einer Erhöhung des Drehmomentsignals (Abb. 4.23.). Dies ist sowohl bei 4 kN/cm der Fall, als auch bei 10 kN/cm, wobei hier die Zunahme stärker ausgeprägt ist. Die einfaktorielle Varianzanalyse (Tab. 4.4.) zeigt zudem, dass sich die einzelnen Rollengeschwindigkeiten anhand des Drehmoments signifikant unterscheiden lassen. Ausnahmen bilden hier lediglich 3 und 4 UpM in cw-Drehrichtung bei 4 kN/cm, sowie 6 und 8 UpM in ccw-Drehrichtung bei 10 kN/cm. Dass sich die beiden letzten Geschwindigkeiten bei 10 kN/cm in ccw-Drehrichtung nicht signifikant unterscheiden lassen, kann daran liegen, dass bei 6 UpM bereits das Maximum des Drehmoments erreicht ist und jede Geschwindigkeitserhöhung danach keinen weiteren Anstieg des Drehmomentsignals mehr bewirkt.

Tab. 4.4. Ergebnisse der Prüfung auf Normalverteilung und der einfaktoriellen Varianzanalyse (ANOVA) der Drehmomentsignale, aufgenommen bei unterschiedlichen Rollendrehzahlen

|          | Rollendrehzahl [UpM] | Drehrichtung | Normalverteilung (p-Wert) | Drehmoment MW $\pm$ SD | letter display |
|----------|----------------------|--------------|---------------------------|------------------------|----------------|
| 4 kN/cm  | 3                    | cw           | 0,2467                    | 5,90 $\pm$ 0,93        | a              |
|          | 4                    |              | 0,5161                    | 5,72 $\pm$ 0,72        | a              |
|          | 6                    |              | 0,8749                    | 8,13 $\pm$ 0,93        | b              |
|          | 8                    |              | 0,9783                    | 9,75 $\pm$ 0,94        | c              |
|          | 3                    | ccw          | 0,6331                    | -15,51 $\pm$ 2,26      | d              |
|          | 4                    |              | 0,2307                    | -21,57 $\pm$ 3,85      | e              |
|          | 6                    |              | 0,2284                    | -33,65 $\pm$ 5,24      | f              |
|          | 8                    |              | 0,9676                    | -40,21 $\pm$ 5,37      | g              |
| 10 kN/cm | 3                    | cw           | 0,3150                    | 15,18 $\pm$ 1,33       | a              |
|          | 4                    |              | 0,5386                    | 19,01 $\pm$ 1,69       | b              |
|          | 6                    |              | 0,3440                    | 27,94 $\pm$ 2,53       | c              |
|          | 8                    |              | 0,7677                    | 42,73 $\pm$ 4,31       | d              |
|          | 3                    | ccw          | 0,4265                    | -56,96 $\pm$ 6,88      | e              |
|          | 4                    |              | 0,2924                    | -79,87 $\pm$ 11,04     | f              |
|          | 6                    |              | 0,1774                    | -117,68 $\pm$ 13,99    | g              |
|          | 8                    |              | 0,2088                    | -120,49 $\pm$ 11,34    | g              |

Die Erhöhung des Schülpendurchsatzes durch die Rollendrehzahlerhöhung ist in Abb. 4.24. deutlich zu sehen. Von 3 UpM auf letztendlich 8 UpM nahm der Durchsatz um insgesamt 161% bei 4 kN/cm und um 181% bei 10 kN/cm zu.

Zum Vergleich ist im gleichen Diagramm die Durchsaterhöhung bei Zunahme der Kompaktierkraft von 4  $\rightarrow$  7  $\rightarrow$  10  $\rightarrow$  13  $\rightarrow$  15 kN/cm bei einer Walzengeschwindigkeit von 3 UpM aufgetragen. Auch hier ist eine geringe Zunahme zu verzeichnen, die auf den Anstieg der Schülpendichte bei konstant bleibendem Spalt zurückzuführen ist.

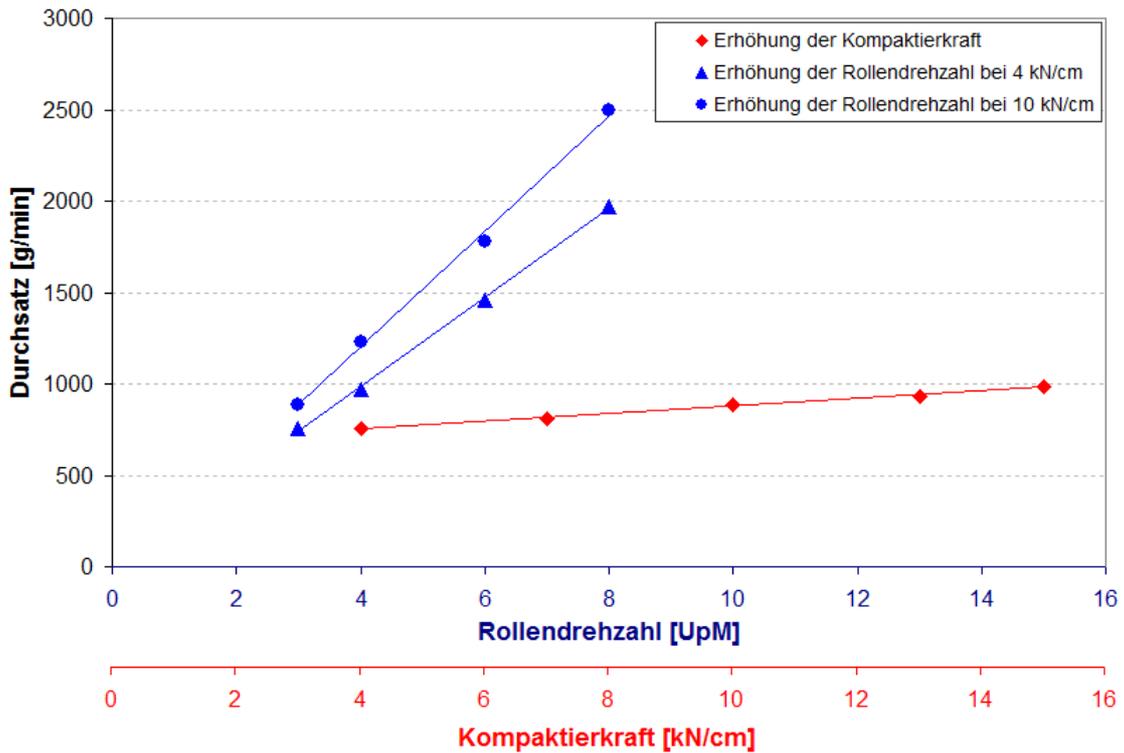
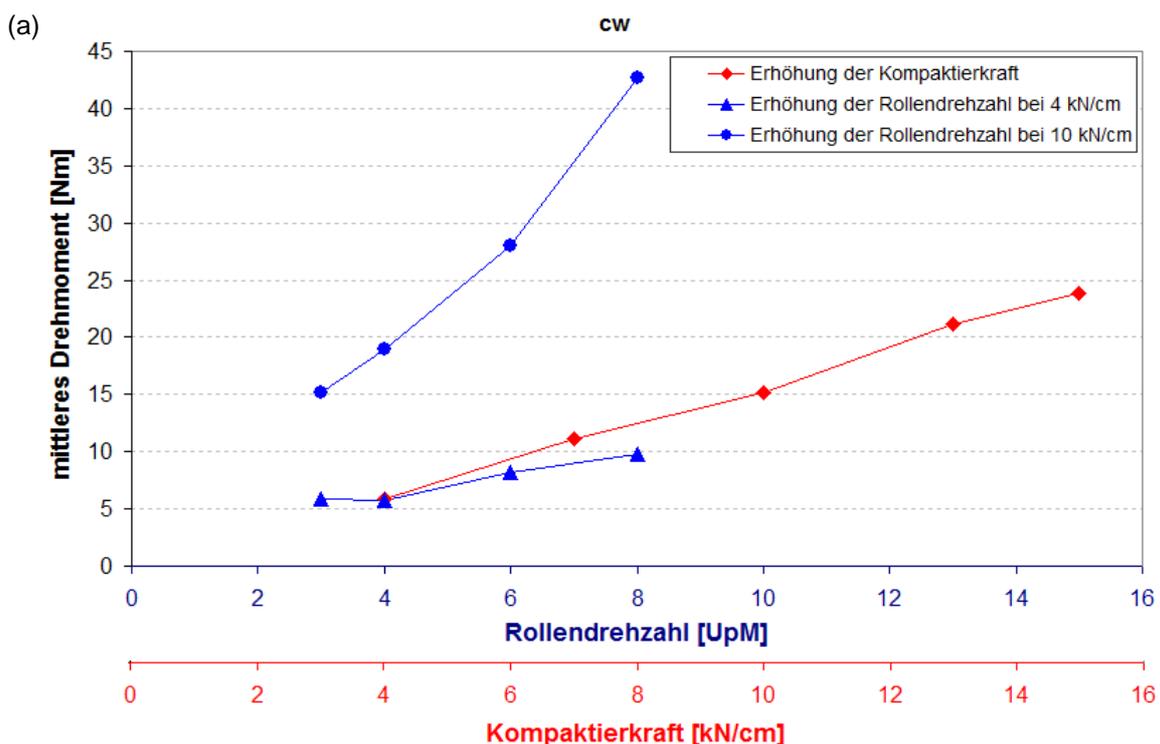


Abb. 4.24. Schülpendurchsatz bei Rollendrehzahl- und Krafterhöhung

Vergleicht man den Anstieg des Drehmoments bei Rollendrehzahlerhöhung mit der Drehmomentänderung bei Erhöhung der Kompaktierkraft (Abb. 4.25.), so ist gut zu erkennen, dass die Durchsatzsteigerung durch die erhöhte Walzengeschwindigkeit (bei 10 kN/cm) einen enormen Drehmomentanstieg bewirkt, der höhere Drehmomentwerte annimmt, als bei der untersuchten Krafterhöhung.



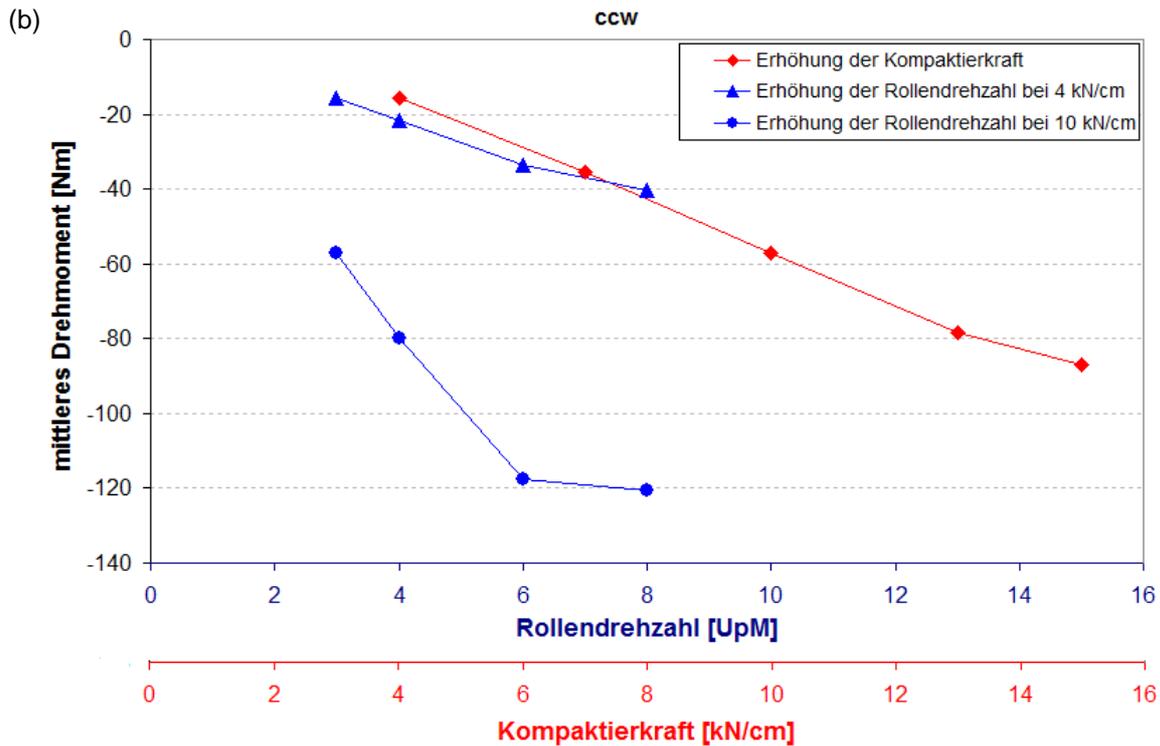


Abb. 4.25. Vergleich der Drehmomentänderung bei Rollendrehzahlerhöhung und bei Kraft-erhöhung, (a) cw-Drehrichtung, (b) ccw-Drehrichtung

Um den Einfluss des Durchsatzes auf den Drehmomentanstieg übersichtlicher darstellen zu können, sind in Abb. 4.26. jeweils die prozentualen Zunahmen von Durchsatz und Drehmoment bei Rollendrehzahlerhöhung direkt gegenübergestellt. Es wird deutlich, dass bei den meisten Erhöhungsschritten die prozentuale Zunahme beider Parameter in einem ähnlichen Größenbereich liegt. Das Drehmoment wird im Fall der Rollendrehzahlerhöhung also tatsächlich allein durch die größer werdende Menge an neuem unzerkleinertem Material beeinflusst.

In Abb. 4.27. ist zum Vergleich die prozentuale Zunahme von Durchsatz und Drehmoment bei Erhöhung der spezifischen Kompaktierkraft dargestellt. Hier liegt die prozentuale Zunahme des Drehmoments in einem sehr viel höheren Bereich, als die prozentuale Zunahme des Durchsatzes. Die Drehmomentänderung wird hauptsächlich durch die größere Festigkeit der Schülpfen hervorgerufen. Der minimale Anstieg des Durchsatzes ist vernachlässigbar.

## Ergebnisse und Diskussion

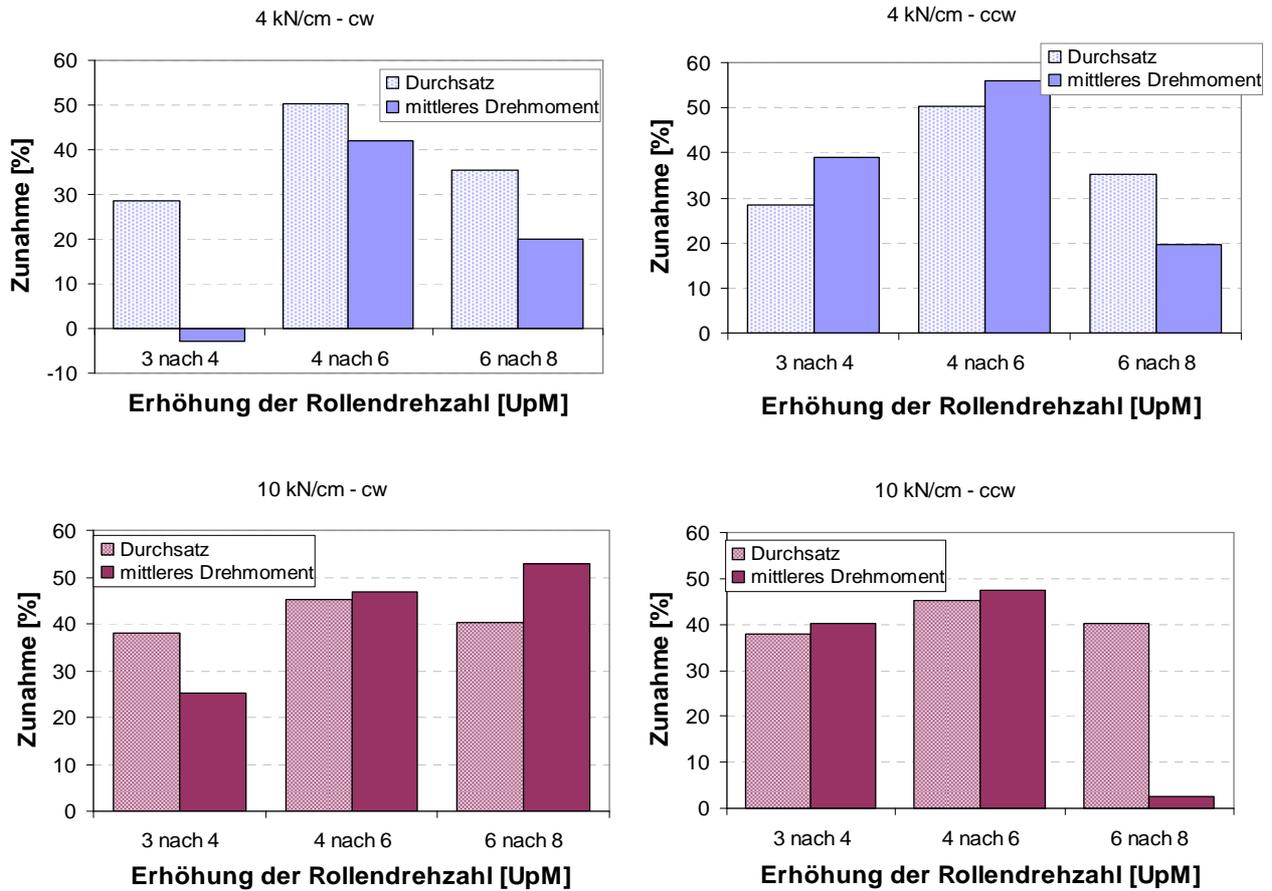


Abb. 4.26. Gegenüberstellung der prozentualen Zunahme von Durchsatz und Drehmoment bei den einzelnen Erhöhungsschritten der Rollendrehzahlen

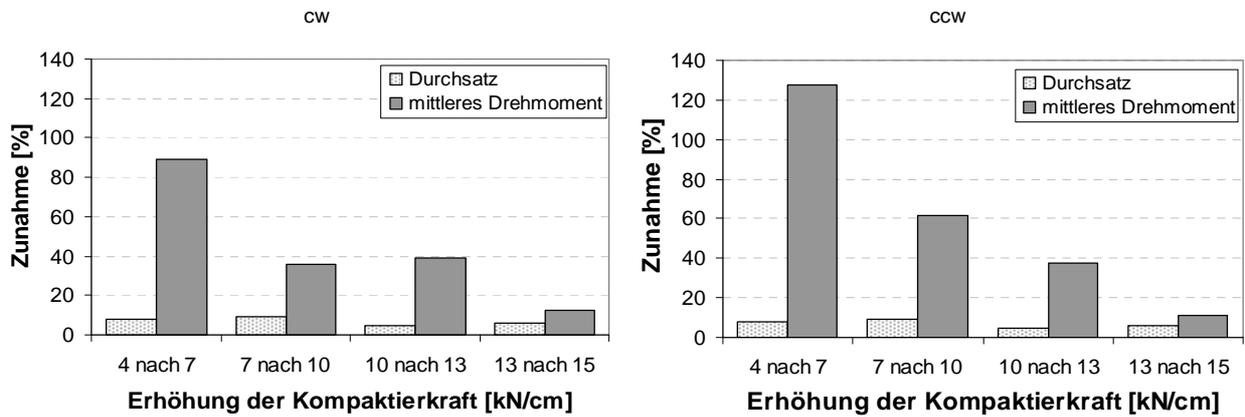


Abb. 4.27. Gegenüberstellung der prozentualen Zunahme von Durchsatz und Drehmoment bei den einzelnen Erhöhungsschritten der Kompaktierkräfte

#### 4.4.1.1. Zusammenfassung Rollendrehzahl

Die Erhöhung der Rollendrehzahl führt erwartungsgemäß zu einer erheblichen Steigerung des Schülpendurchsatzes. Durch die größere Menge an ungebrochenen Schülpen, die pro Zeiteinheit in den Siebkorb gelangt, muss der Rotor mehr Brucharbeit leisten. Diese Zunahme äußert sich als höheres Drehmomentsignal. Das Drehmoment nimmt mit erhöhtem Schülpendurchsatz zu, wobei hier ab einem bestimmten Bereich ein Maximum des Drehmoments erreicht zu sein scheint. Da bei diesem Versuch die Granulatoreinstellungen nicht angepasst wurden, konnte aufgrund der erhöhten Schülpenzufuhr nicht gleich viel Material zerkleinert werden, wie von oben zugeführt wurde. Somit hat die erhöhte Zufuhr an Schülpen einen steigenden Füllgrad im Siebkorb zur Folge. Neben der angesprochenen größeren Brucharbeit, bewegt der Rotor auch eine größere Masse im Siebkorb hin und her. Auch diese Materialanhäufung müsste sich also in Form eines Widerstands, den der Rotor überwinden muss, im Drehmoment bemerkbar machen. Die folgenden Abschnitte beschäftigen sich weiter mit diesem Sachverhalt. Die Zunahme des Durchsatzes bei der Erhöhung der Kompaktierkraft aufgrund des Anstiegs der Schülpendichte hat nur einen vernachlässigbaren Effekt auf das Rotor-Drehmoment. Wie bereits im Versuch mit der überschmierten mikrokristallinen Cellulose gezeigt, ist die Schülpenfestigkeit der Haupteinflussfaktor bei konstanten Bedingungen.

Während eines standardisierten Produktionsprozesses wird die Rollendrehzahl nicht geändert, so dass der Einfluss auf das Drehmoment in diesem Fall nicht von Bedeutung ist. Wird aber der Prozess in Bezug auf die Rollendrehzahl verändert, müssen bei Anwendung der Drehmomenterfassung als in-line Messmethode im Vorfeld neue Referenzwerte für diesen Prozess bestimmt werden.

#### 4.4.2. Stopp der Schülpenzufuhr

Der Einfluss einer erhöhten Schülpenzufuhr auf das Drehmoment des Rotors wurde bereits durch schrittweise Erhöhung der Rollendrehzahl untersucht. Mit dem nachfolgend dargestellten Versuch sollte überprüft werden, ob unzerkleinerte Schülpen aus dem Kompaktierprozess und bereits zerkleinerte Bruchstücke im Siebkorb einen unterschiedlichen Effekt auf das Drehmoment ausüben. Dafür wurde die Drehmomentaufnahme bei einem Kompaktierprozess mit Standardeinstellungen (*siehe* Kap. 3.4.1.) und einer Kraft von 10 kN/cm bei noch leerem Siebkorb gestartet.

Dieses Vorgehen ermöglichte es, den Verlauf der Füllung des Granulators zu beobachten und mit dem aufgezeichneten Drehmoment in Bezug zu setzen. Nach einer Gesamtprozesszeit von 6 Minuten wurde die Schülpenzufuhr quasi gestoppt, indem die Rollendrehzahl auf den minimalen Wert von 0,1 UpM geändert wurde. Ein direkter Stopp der Presswalzen bewirkt einen gleichzeitigen Rotorstopp. Durch die minimale Rollendrehzahl konnte hingegen gewährleistet werden, dass sich in den folgenden Minuten der Signalaufzeichnung der Rotor weiter bewegt, aber keine neuen Schülpfen in den Siebkorb fallen. Das Drehmoment wurde danach weiter über einen Zeitraum von 2 Minuten aufgenommen, bis kaum noch Mahlgeräusche zu hören waren.

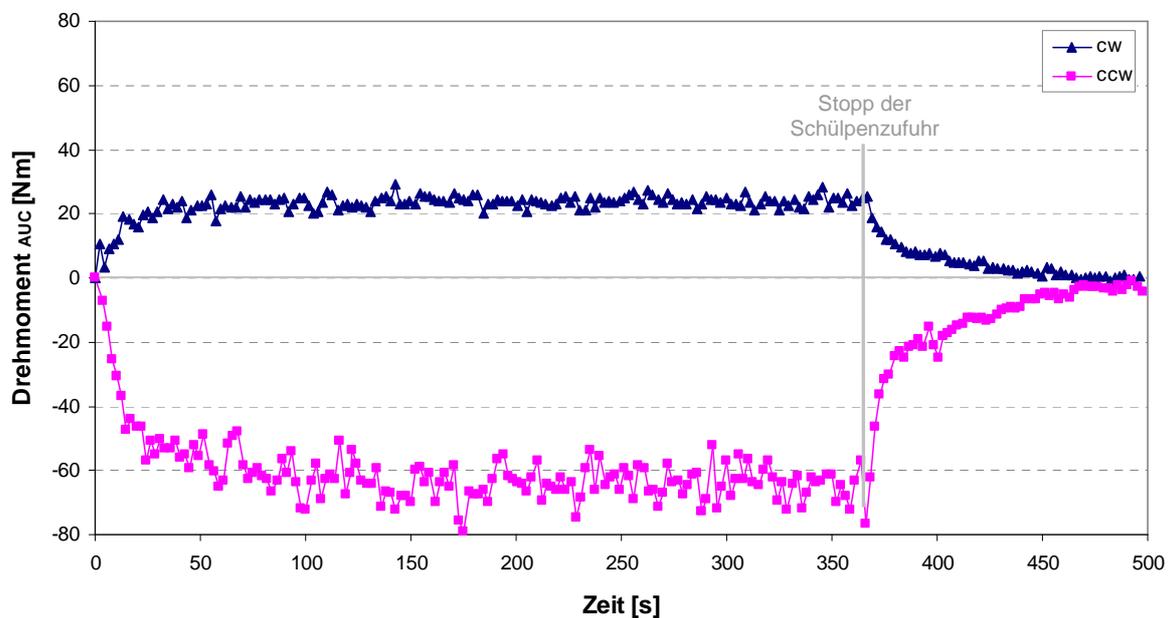


Abb. 4.28. Verlauf des Drehmomentsignals bei Füllung des Siebkorbs, Kompaktierung bei steady state-Bedingungen und Stopp der Schülpenzufuhr

Der Signalverlauf zeigt in den ersten 2 Minuten einen Anstieg des Drehmoments, hervorgerufen durch die langsame Befüllung des Siebkorbs. Nach dieser „Füllphase“ bleibt das Drehmoment bis zum Stopp der Schülpenzufuhr relativ konstant, was mit der Beobachtung der Füllgradhöhe übereinstimmt. Zwischen der Zufuhr von neuem Material und der Zerkleinerung der Schülpfen hat sich ein Gleichgewicht eingestellt. Sobald nach dem Stopp der Schülpenzufuhr keine weiteren Schülpfen in die Zerkleinerungseinheit gelangen, sinkt das Drehmoment rasch ab und geht mit schwächer werdenden Mahlgeräuschen gegen Null.

#### 4.4.3. Füllgrad

Der Füllgrad des Siebkorbs ergibt sich als Resultierende der Rollendrehzahl bzw. des Schülpendurchsatzes und des Granulatdurchsatzes. Die Höhe des Granulatdurchsatzes ist zum einen abhängig von bestimmten variablen Parametern des Granulators, wie z.B. der Siebmaschenweite, als auch von der Schülpenfestigkeit und somit von der Kompaktierkraft und der Kompaktibilität des eingesetzten Materials. In der Regel ist es das Ziel über die Anpassung der Granulatorparameter genauso viel Schülpenmaterial pro Zeiteinheit zu zerkleinern, wie der Zerkleinerungseinheit aus dem Kompaktierprozess zugeführt wird [82]. Dieser möglichst hohe Granulatdurchsatz, der im Sinne der Wirtschaftlichkeit angestrebt wird, sollte also dazu führen, dass es während des Kompaktierens zu keinem nennenswerten Materialaufbau im Siebkorb kommt. Eine Änderung des Füllgrads ist jedoch nicht immer auszuschließen, wenn verschiedene Faktoren zusammentreffen: Ist bei empfindlichen Einsatzstoffen eine schonende Zerkleinerung im Sinne eines geringeren Feinanteils des Endprodukts vorzuziehen, kann es bereits bei der Wahl des dafür geeigneten Sternrotors und einer Rollendrehzahl  $> 2,5$  UpM zu Materialanhäufung im Siebkorb kommen [4]. Ein weiteres Beispiel für einen im Vergleich zum Schülpendurchsatz zu niedrigen Granulatdurchsatz, kann die Wahl einer kleinen Siebmaschenweite sein, um Granulate einer bestimmten Partikelgröße zu erhalten. Hier kann die Zerkleinerung der Schülpen nicht effizient genug sein, um den Füllgrad konstant zu halten, besonders bei Schülpen mit großer Festigkeit. Während in der Entwicklung meist nur niedrige Rollendrehzahlen bis etwa 5 UpM angewandt werden, sind in der Produktion Rollendrehzahlen bis zu 25 UpM gängig. Bei solch hohen Walzengeschwindigkeiten ist es auch durchaus möglich, dass die Zerkleinerungskapazität des Granulators unter Umständen nicht ausreicht, um eine Füllgraderhöhung zu vermeiden.

Wie bereits in Kap. 4.4.1. erwähnt, müsste eine größere Materialmenge im Siebkorb ein höheres Rotor-Drehmoment verursachen. Zum einen muss der Rotor mehr Arbeit leisten, um mehr Schülpen/-bruchstücke durch Druck und Schneidreibung zu zerkleinern, zum anderen befördert der Rotor bei seiner oszillierenden Bewegung zusätzlich auch mehr Material hin und her. Dies dürfte einen größeren Widerstand bedeuten, den der Rotor überwinden muss.

Nachfolgend werden die besprochenen Theorien geprüft und diskutiert.

### 4.4.3.1. unterschiedliche Füllgrade und konstante Schülpenzufuhr

Im vorigen Abschnitt konnte gezeigt werden, dass bei stationärem Zustand der Granulatorfüllhöhe das Drehmomentsignal weitgehend konstant bleibt. Ist es jedoch nicht möglich ein Gleichgewicht zwischen Schülpenzufuhr und Schülpenabbau einzustellen, kann es zu einer Füllgradänderung während des Prozesses kommen. Wie der Einfluss eines möglichen Produktaufbaus im Siebkorb auf das Rotor-Drehmoment aussieht, soll im Folgenden überprüft werden. Dafür wurden zunächst unterschiedliche Füllhöhen generiert und das Drehmoment anschließend bei normalen Prozessbedingungen aufgezeichnet. Bei Kompaktierung mit einer Kraft von 10 kN/cm erfolgte der Materialaufbau im Siebkorb wie in Kap. 3.4.3. beschrieben. Durch unterschiedlich lange Prozesszeiten für diesen Aufbau (2 und 4 Minuten) wurden zwei verschieden hohe Füllstände erhalten. Nach dieser Aufbauphase wurden Drehwinkel und Drehgeschwindigkeit des Rotors wieder auf Standardeinstellungen (siehe Kap. 3.4.1.) geändert, ohne den Kompaktierprozess anzuhalten. Die Drehmomentaufnahme wurde zur gleichen Zeit für eine Dauer von 1 Minute gestartet.

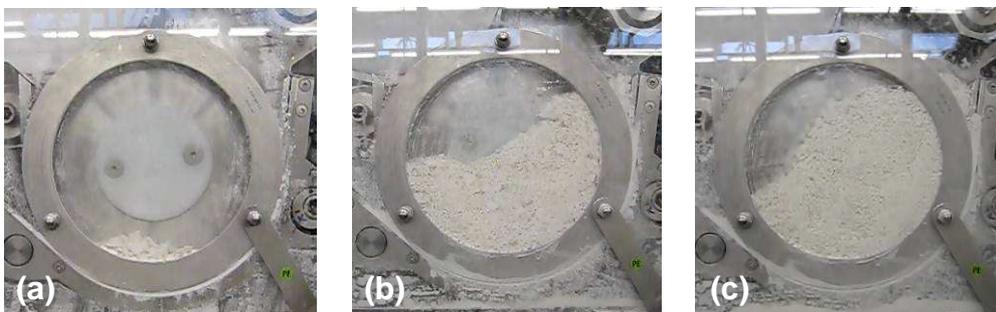


Abb. 4.29. Füllhöhe des Siebkorbs bei Beginn der Drehmomentaufnahme  
(a) Standardbedingungen ohne vorherigen Materialaufbau, (b) nach 2 min Materialaufbau, (c) nach 4 min Materialaufbau

Zum Vergleich ist der Drehmomentverlauf bei Normalbedingungen (Start der Aufnahme ohne vorherigen Materialaufbau, Abb. 4.29.(a) ) mit dargestellt:

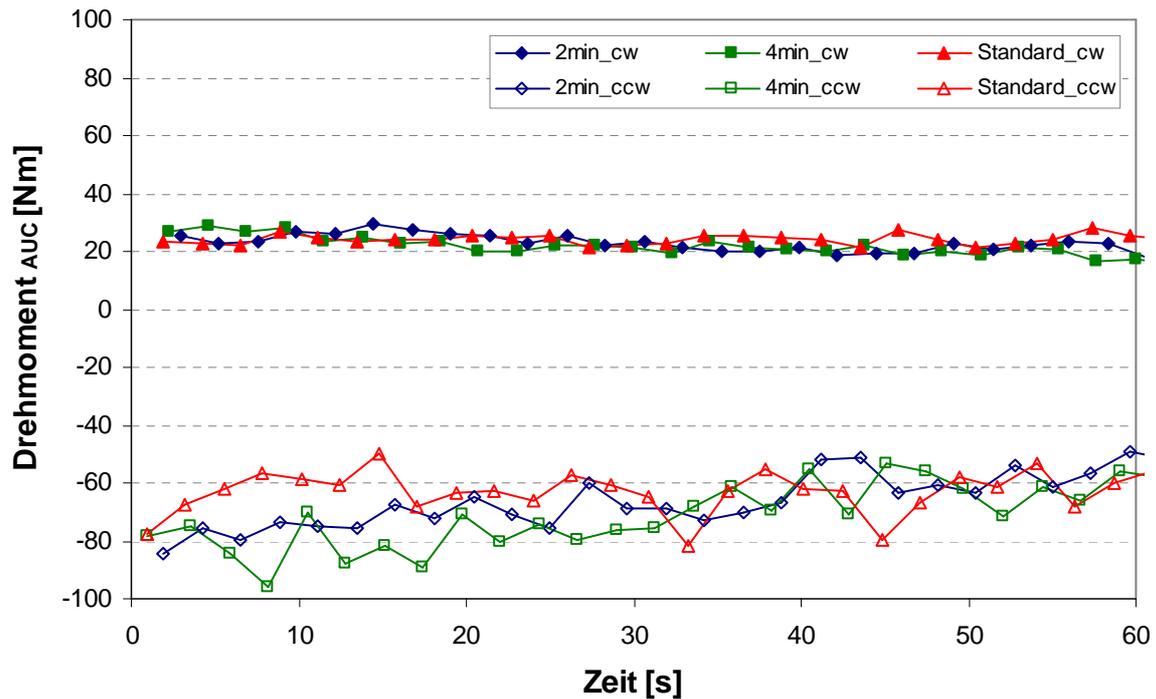


Abb. 4.30. Drehmomentverlauf bei unterschiedlichen Füllgraden des Siebkorbs

Der Drehmomentverlauf bei den höheren Füllgraden zeigt im Vergleich zum Verlauf bei Standardbedingungen eine geringe Abnahme über die Aufnahmedauer. Dies lässt sich damit erklären, dass die Schülpenbruchstücke, die sich während der Aufbauzeit angehäuft haben, durch die längere Verweilzeit im Siebkorb bereits in kleine Bruchstücke gebrochen wurden. Diese kleinen Bruchstücke werden bei den Standardeinstellungen des Granulators schnell zerkleinert und durch das Sieb gedrückt, so dass der erhöhte Füllgrad rasch abnimmt und sich ein vergleichbarer Stand wie bei Standardeinstellungen einstellt. Die einfaktorielle Varianzanalyse zeigt, dass sich die beiden generierten Füllgrade nicht über das Drehmomentsignal unterscheiden lassen (Tab. 4.5.). Auch die Daten aus der Aufnahme ohne vorherigen Materialaufbau (Standardbedingungen) lassen nur eine Unterscheidung zu dem Füllgrad nach 4 Minuten zu, obwohl auch nach der Aufbauzeit von 2 Minuten sich schon sehr viel mehr Schülpenbruchstücke im Siebkorb befinden. In cw-Drehrichtung ist zudem das mittlere Drehmoment bei dem höchsten Füllgrad nach 4 Minuten kleiner, als bei Standardbedingungen (Tab. 4.5.).

Tab. 4.5. Ergebnisse der Prüfung auf Normalverteilung und der einfaktoriellen Varianzanalyse (ANOVA) der Drehmomentsignale, aufgenommen bei unterschiedlichen Füllgraden

| Füllgrad | Drehrichtung | Normalverteilung (p-Wert) | Drehmoment MW ± SD | letter display |
|----------|--------------|---------------------------|--------------------|----------------|
| Standard | cw           | 0,7784                    | 23,95 ± 1,70       | a              |
| 2 min    |              | 0,6822                    | 22,73 ± 2,97       | ab             |
| 4 min    |              | 0,2219                    | 21,46 ± 3,27       | b              |
| Standard | ccw          | 0,0821                    | -63,17 ± 6,11      | c              |
| 2 min    |              | 0,4744                    | -66,12 ± 9,44      | cd             |
| 4 min    |              | 0,3868                    | -69,65 ± 12,08     | d              |

### 4.4.3.2. unterschiedliche Füllgrade bei geschlossenem Granulator: Abgrenzung Mengeneinfluss von Zerkleinerungseffekt

Wie bereits postuliert, beeinflussen unterschiedliche Mengen an Schülpenbruchstücken im Granulator das Rotor-Drehmoment auf zwei Arten: Zum einen spielt die Kraft eine Rolle, die der Rotor zur Zerkleinerung der Bruchstücke aufwenden muss. Zum anderen ist die Arbeit zu nennen, die allein dafür benötigt wird, das Schülpenmaterial hin und her zu bewegen. Im Anschluss wird versucht, den Einfluss dieser beiden Effekte getrennt voneinander zu betrachten.



Abb. 4.31. Aluminiumblech als „Blindsieb“

Um nur den Anteil am Drehmoment des Rotors darzustellen, der der Arbeit für die Bewegung der Schülpenbruchstücke entspricht, wurde das standardmäßig eingebaute Vierkantdrahtsieb durch ein Aluminiumblech mit glatter Oberfläche ausgetauscht (Abb. 4.31.). Dadurch fällt die Schneidwirkung an der Sieboberfläche weg und durch den geschlossenen Siebkorb kann

die Zerkleinerungseinheit von oben mit unterschiedlichen Schülpenmengen befüllt werden. Dieses Schülpenmaterial wurde bei 4 kN/cm nach Methode (A) und bei 10 kN/cm nach Methode (B), beschrieben in Kap. 3.4.3., hergestellt. Die Bruchstücke sollen das bereits vorgebrochene Material im Siebkorb während eines Zerkleinerungsprozesses simulieren. Durch Ausbau von Walzen und Stopfschnecken konnte der Siebkorb dann von oben mit den Schülpenbruchstücken befüllt werden. Bei 4 kN/cm wurde der Siebkorb mit Mengen von 1 kg und 2 kg befüllt. Bei 10 kN/cm wurden unterschiedliche Füllungsgrade mit 600 g und 1 kg Schülpenmaterial

simuliert. Um keine Zerkleinerung hervorzurufen, wurden die Vorbrecher zu beiden Seiten des Füllkorbs (dazu auch *siehe* Kap. 4.5.5.) vorher ausgebaut und ein maximaler Abstand von 3,5 mm zwischen Sieb und Rotor eingestellt. Nach dem Befüllen wurde jeweils der Granulator mit Standardeinstellungen gestartet und das Drehmoment über eine Zeit von zwei Minuten aufgenommen.

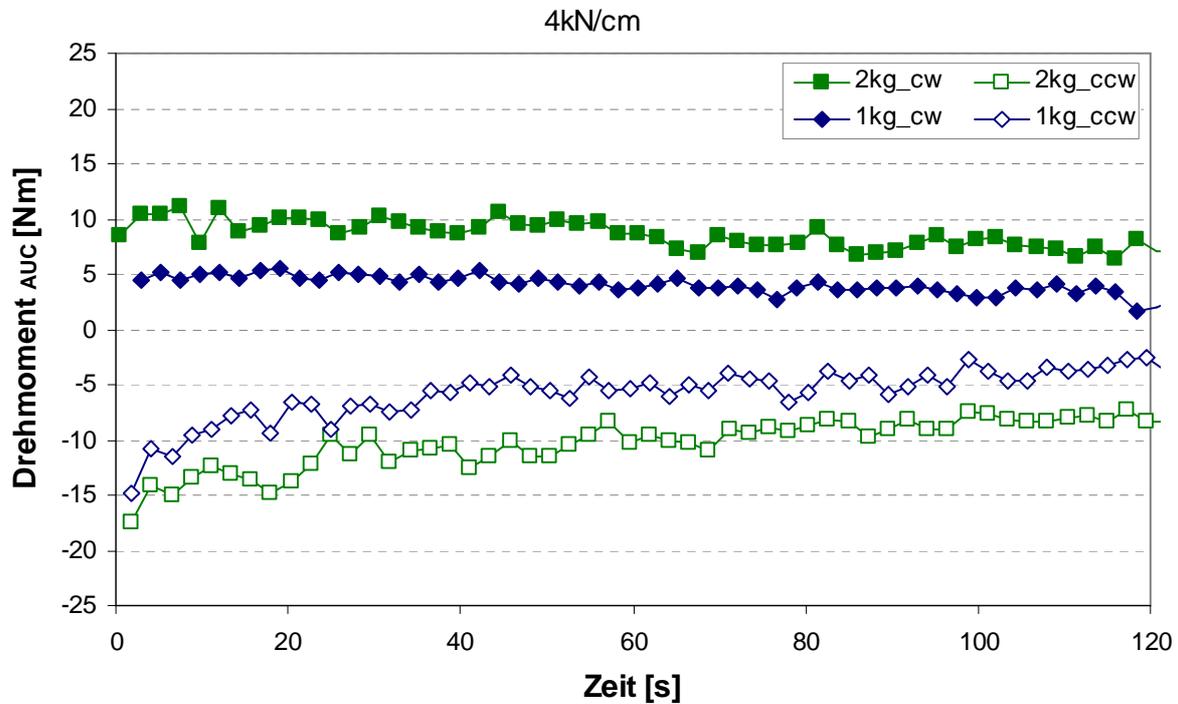


Abb. 4.32. Drehmoment bei Befüllung des abgeschlossenen Siebkorbs mit unterschiedlichen Mengen (Bruchstücke hergestellt bei 4 kN/cm)

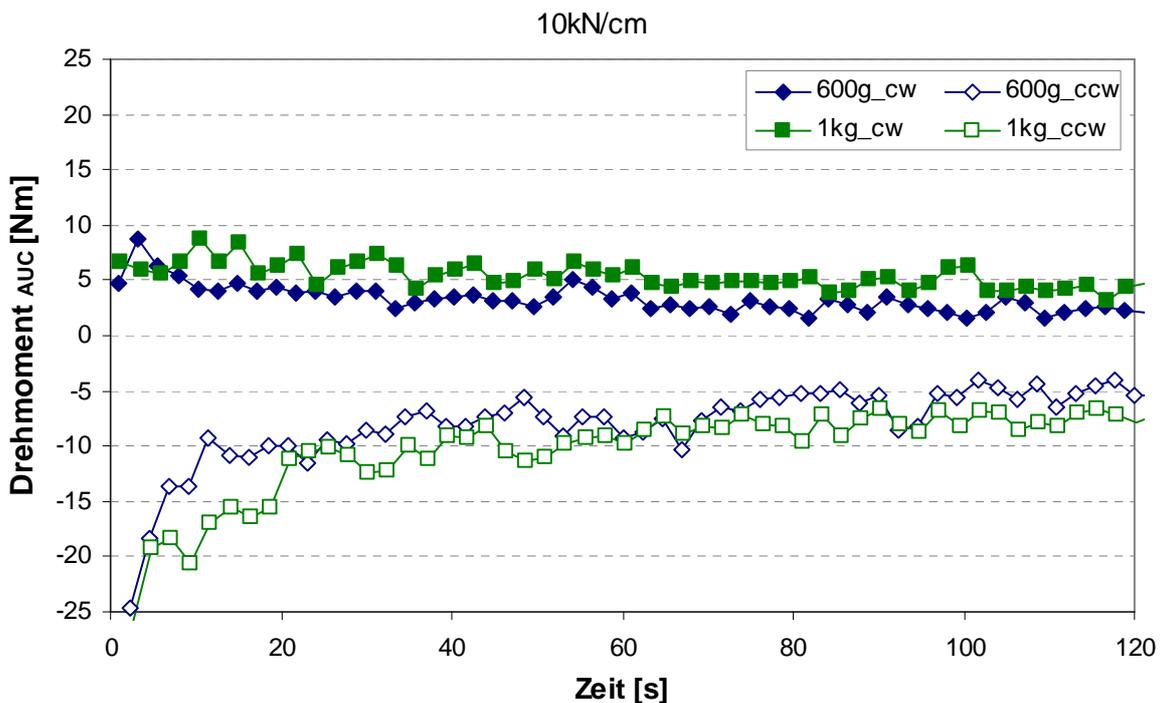


Abb. 4.33. Drehmoment bei Befüllung des abgeschlossenen Siebkorbs mit unterschiedlichen Mengen (Bruchstücke hergestellt bei 10 kN/cm)

Die Abb. 4.32. und 4.33. zeigen, dass bei beiden geprüften Chargen der höhere Füllgrad auch ein höheres Rotor-Drehmoment ergibt, wobei der Unterschied bei größerer Massendifferenz (4 kN/cm) eindeutiger ist (Abb. 4.32.). Auffällig ist jedoch, dass trotz des geschlossenen Systems eine Abnahme des Drehmomentsignals über die Aufnahmezeit zu verzeichnen ist. Da sich die Masse an Schülpen während des Versuchs nicht ändern kann, muss auch ohne Sieb eine Zerkleinerung stattgefunden haben. Um dies zu überprüfen und darstellen zu können, wurde das Schülpenmaterial jeweils vor und nach beiden Versuchen einer Siebanalyse unterzogen.

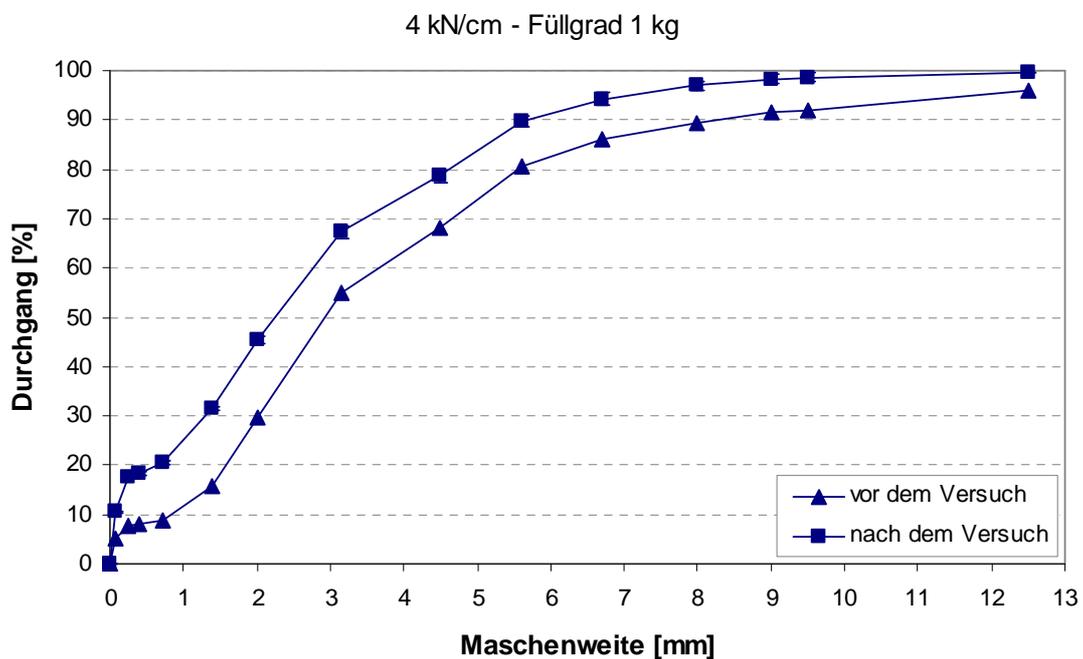


Abb. 4.34. Partikelgrößenverteilung der Bruchstücke vor und nach dem Versuch; 4 kN/cm

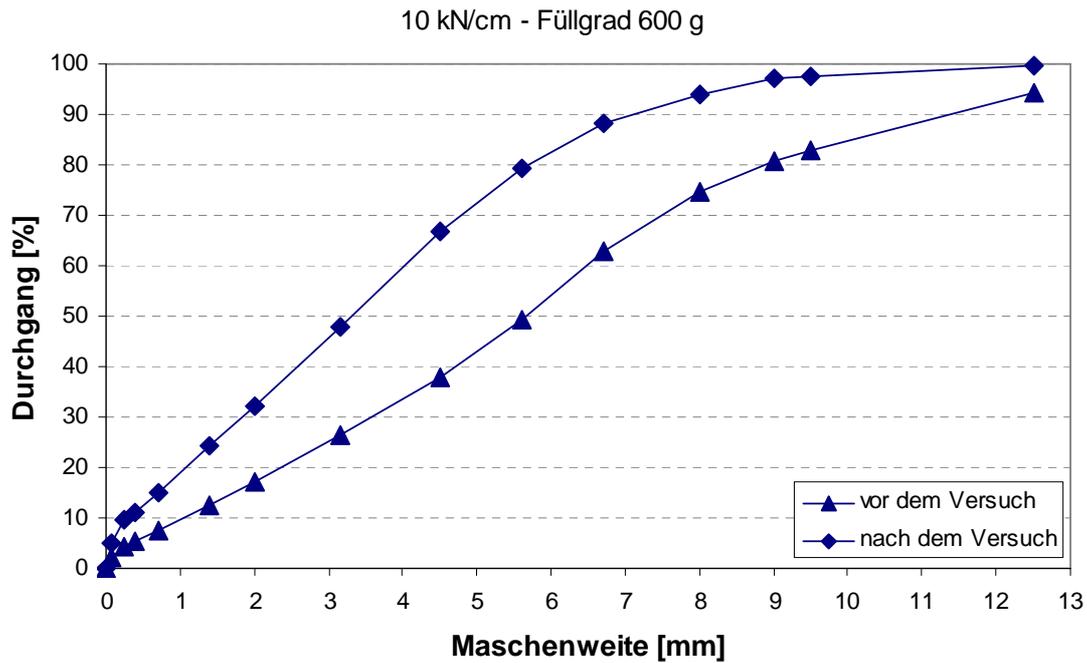


Abb. 4.35. Partikelgrößenverteilung der Bruchstücke vor und nach dem Versuch; 10 kN/cm

Die Partikelgrößenverteilungen (Abb. 4.34., 4.35.) zeigen, dass eine Zerkleinerung stattgefunden hat. Diese ist unter anderem darauf zurückzuführen, dass es zum Bruch von Schülpenstücken kommen kann, die größer sind, als der eingestellte Maximalabstand von 3,5 mm zwischen Rotor und Sieb. Darüber hinaus wirkt sich die Reibung der Schülpenbruchstücke untereinander, als auch die Reibung an den Gehäusewandungen auf die Zerkleinerung aus. Somit kann trotz Austausch des Siebs durch ein Blech nicht allein die Arbeit dargestellt werden, die der Rotor beim Hin- und Herbewegen unterschiedlicher Materialmengen aufwenden muss. Unterschiede in der Größenverteilung des Ausgangsmaterials vor dem Versuch sind durch die verschiedenen Gewinnungsmethoden der Schülpenbruchstücke bedingt.

Um lediglich die Auswirkung der Materialmenge auf das Drehmoment zu untersuchen, wurde der Versuch unter Verwendung von bereits zerkleinertem Material in Form von Granulat wiederholt. Dieses wurde bei Kompaktierung unter Standardeinstellungen und einer Kraft von 10 kN/cm erhalten. Analog zur zuvor erläuterten Durchführung wurden bei diesem Versuch 800 g von oben in den Siebkorb gefüllt, wobei ein Mahlspace von 1,25 mm eingestellt wurde.

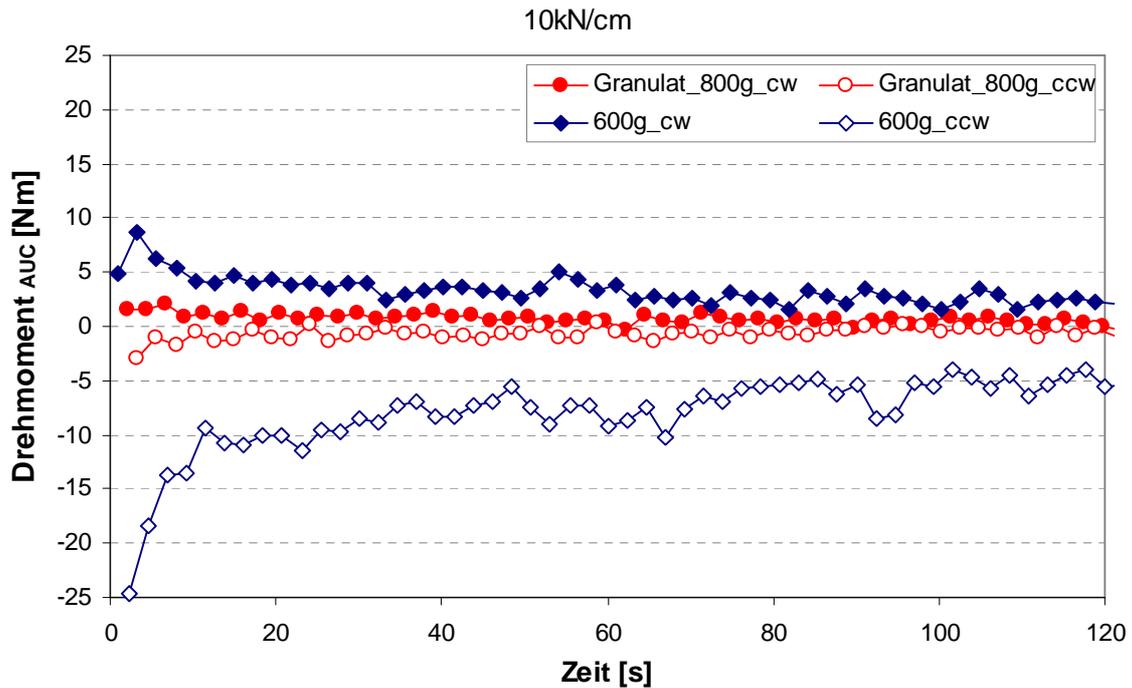


Abb. 4.36. Drehmoment bei Befüllung des abgeschlossenen Siebkorb mit Granulat im Vergleich zum Drehmoment, aufgenommen bei Befüllung mit Schülpenbruchstücken (beides hergestellt bei 10 kN/cm)

In Abb. 4.36. ist, neben dem Drehmomentverlauf bei Füllung mit Granulat, zum Vergleich das Drehmomentsignal aus dem Versuch mit 600 g Schülpenbruchstücken dargestellt. Aufgrund der kleinen mittleren Partikelgröße findet beim Granulat keine nennenswerte Zerkleinerung statt. Das Drehmomentsignal geht gegen Null, obwohl mit 800 g ein geringfügig größerer Füllgrad im Siebkorb vorliegt. Daraus kann geschlussfolgert werden, dass die Arbeit, die der Rotor aufwendet, um lediglich eine bestimmte Materialmasse hin und her zu bewegen, im Vergleich zur Zerkleinerungsarbeit zu vernachlässigen ist.

#### 4.4.3.3. unterschiedliche Füllgrade und Zufuhr von Schülpenbruchstücken

Während bei den zuvor dargestellten Füllgradversuchen mit Schülpenbruchstücken das Zerkleinerungssystem mittels eines Aluminiumblechs geschlossen war, soll im nächsten Abschnitt der Versuch für ein „offenes“ System mit Sieb nachgebildet werden. So soll nicht nur das Augenmerk allein auf die Materialmenge gerichtet werden, sondern die Zerkleinerung in Form von Schneidwirkung an der Sieboberfläche mit betrachtet werden. Dazu wurden im Vorlauf, wie im letzten Textabschnitt erläutert, zunächst Schülpenbruchstücke bei 4 und 10 kN/cm hergestellt. Analog zu den Blechversuchen



Abb. 4.37. Zuführung über die Dosierschnecke

erfolgte die Befüllung des Siebkorbs mit den Bruchstücken von oben bei ausgebauten Walzen (1 und 2 kg bei 4 kN/cm, 600 g und 1 kg bei 10 kN/cm). Auch hier wurde der maximale Abstand zwischen Rotor und Sieb von 3,5 mm eingestellt. Um den Füllgrad während der zweiminütigen Drehmomentaufnahme konstant zu halten, erfolgte zunächst eine testweise Bestimmung des Granulatdurchsatzes bei den jeweiligen Bedingungen, um die gleiche Menge an Bruchstücken pro Zeiteinheit wieder zuführen zu können. Dafür wurde an der Dosierschnecke eine Rampe angebracht und eine weitere Menge an Bruchstücken in den Vorratsbehälter der Dosiereinheit gegeben, um über die Schneckenförderung in den Kompaktor überführt zu werden (Abb. 4.37.). Über die Drehzahl der Dosierschnecke konnte dann der Durchsatz der Bruchstücke eingestellt werden. Mit Start der Dosierschnecke bei 8 UpM (entsprechend einem Durchsatz an Schülpenbruchstücken von ca. 24 g/s) und des Rotors bei den üblichen Einstellungen wurde auch die Drehmomentaufnahme gestartet.

Durch die kontinuierliche Zufuhr von Schülpenbruchstücken konnte verhindert werden, dass der Siebkorb zu schnell leerläuft und das Drehmoment gegen Null geht. Zwar sieht man in den Verlaufsdiagrammen (Abb. 4.38. bis Abb. 4.39.) anhand des leicht abfallenden Drehmomentsignals, dass die Zufuhr der Schülpen-

bruchstücke nicht vollkommen ausreicht, den Füllgrad konstant zu halten, jedoch ist trotzdem deutlich zu erkennen, dass bei beiden Chargen von Schülpenbruchstücken (4 und 10 kN/cm) jeweils der höhere Füllgrad auch ein höheres Drehmomentsignal liefert. Sobald jedoch kein Material mehr nachgeliefert wird, sinkt das Drehmoment aufgrund der Verringerung des Füllgrads rasch ab. Im Vergleich zum Drehmoment, welches bei den Blechversuchen aufgezeichnet wurde, nimmt das Signal in vorliegendem Versuch signifikant höhere Werte an. In Tabelle 4.6. sind die unterschiedlichen Einflussfaktoren auf die vom Rotor zu leistende Arbeit und somit auf das Rotor-Drehmoment aufgeführt.

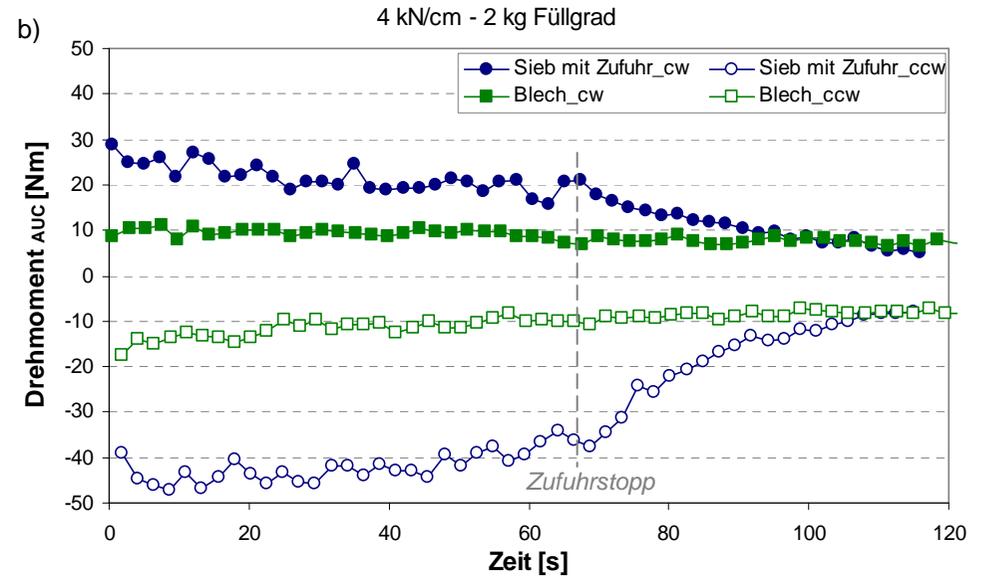
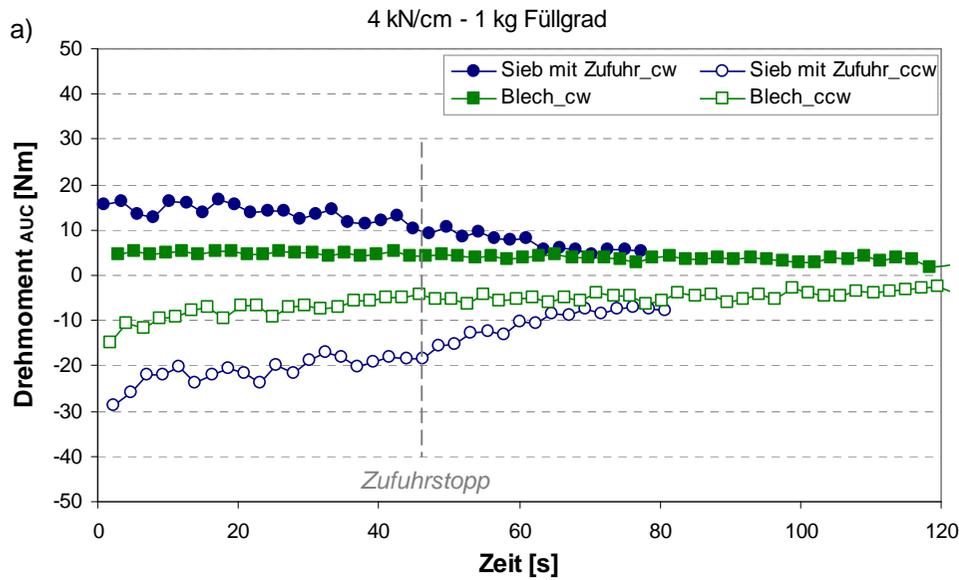


Abb. 4.38. Vergleich unterschiedlicher Füllgrade bei „offenem“ und bei „geschlossenem“ Siebkorb (Bruchstücke: 4 kN/cm, Füllgrade: a) 1 kg, b) 2 kg )

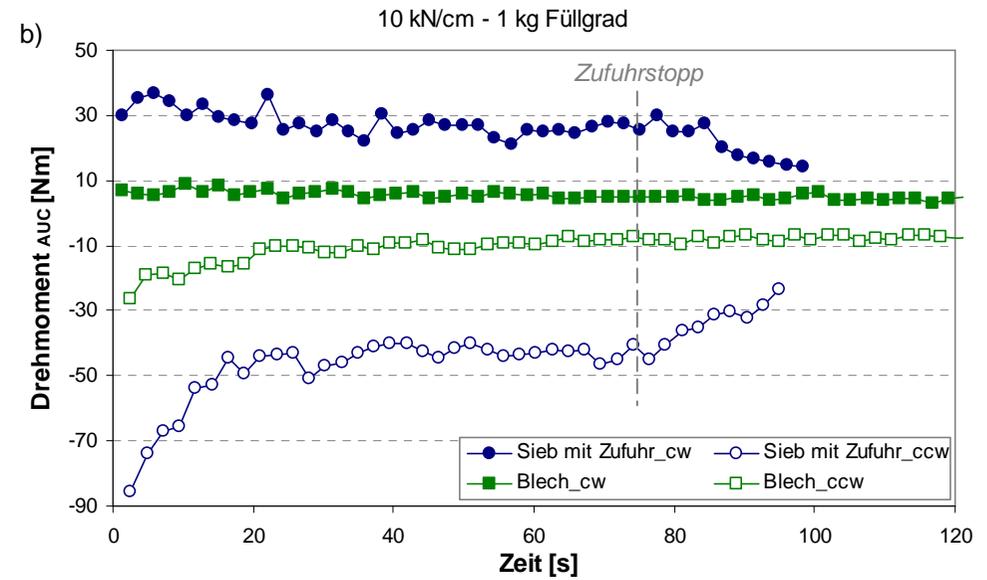
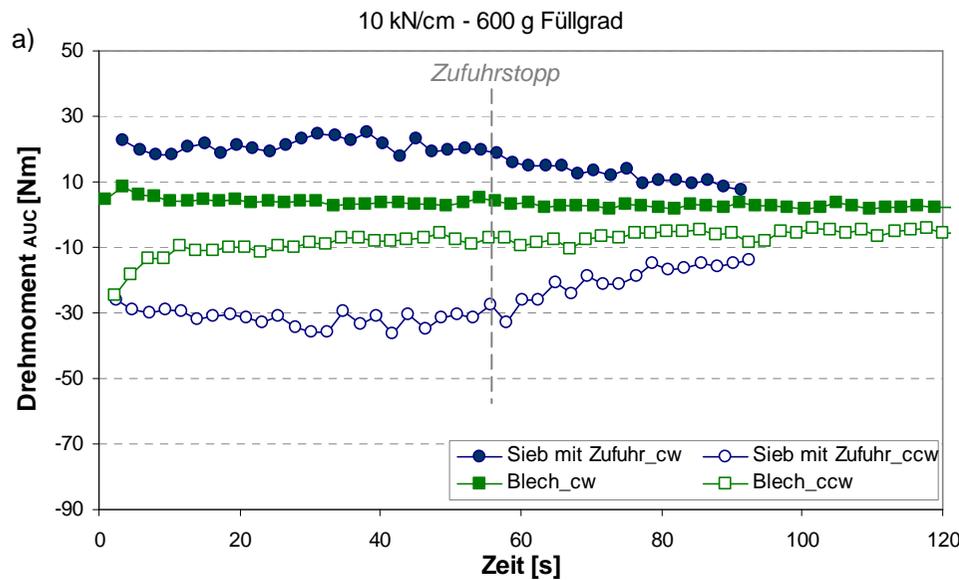


Abb. 4.39. Vergleich unterschiedlicher Füllgrade bei „offenem“ und bei „geschlossenem“ Siebkorb (Bruchstücke: 10 kN/cm, Füllgrade: a) 600 g, b) 1 kg )

Tab. 4.6. Einflussfaktoren auf die vom Rotor zu leistende Arbeit / auf das Rotor-Drehmoment

| Sieb                                                     | Blech                                                    |
|----------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------|
| Schneidwirkung an Sieboberfläche                         | /                                                        |
| (Hin- und Herbewegung einer best. Menge durch den Rotor) | (Hin- und Herbewegung einer best. Menge durch den Rotor) |
| Bruch                                                    | Bruch                                                    |
| aneinander reibende Partikel                             | aneinander reibende Partikel                             |
| Reibung der Partikel an Gehäuse                          | Reibung der Partikel an Gehäuse                          |

Die Differenz der beiden Drehmomentsignale, aufgenommen zum einen bei Verwendung eines Blechs und danach bei Einbau eines Siebs und weiterer Materialzufuhr, kennzeichnet daher die Schneidwirkung an der Sieboberfläche (Tab. 4.6.).

#### 4.4.4. Zusammenfassung

Mittels der in diesem Kapitel dargestellten Schlussfolgerungen kann der Einfluss der Schülpenmenge auf das Rotor-Drehmoment bewertet werden. Wie in den Abschnitten 4.4.1. und 4.4.2. gezeigt, hat die Zufuhr von frisch kompaktierten Schülpen einen großen Einfluss auf das Drehmoment. Wird die Masse dieser Schülpen im Prozess erhöht, z.B. durch eine Steigerung der Rollendrehzahl, nimmt die vom Rotor zu leistende Brucharbeit und somit auch das Drehmoment zu. Mit dem Gleichgewicht zwischen Schülpendurchsatz und Granulatdurchsatz, welches sich bei den gewählten Bedingungen nach wenigen Minuten einstellt, bleiben der Füllgrad im Siebkorb sowie das Drehmoment weitgehend konstant. Der abrupte Abfall des Drehmoments nach Stopp der Schülpenzufuhr belegt, dass der größere Anteil des Drehmomentsignals durch die Zerkleinerung der frisch kompaktierten Schülpen hervorgerufen wird und bereits vorgebrochene Schülpenbruchstücke im Siebkorb im Vergleich einen deutlich geringen Einfluss haben (Abb. 4.28.).

Wird die Masse an Bruchstücken im Siebkorb durch vorangehende unterschiedliche Aufbauzeiten variiert und im Anschluss daran der Kompaktierprozess unter Standardbedingungen weiter betrieben, ist der Einfluss des Füllgrads in den

getesteten Bereichen nicht eindeutig signifikant (*siehe* Kap. 4.4.3.1.). Durch das Absinken des Signals aufgrund des verstärkten Materialabbaus bei Wechsel zu den Standard-Granulatorsettings, kann jedoch der aufgebaute erhöhte Füllstand keinen erhöhten Füllgrad unter Prozessbedingungen simulieren. Die weiteren Versuche hinsichtlich einer Veränderung des Füllgrads, bei denen versucht wurde, zwischen der Zerkleinerungsarbeit und der Bewegung der Schülpenmenge zu unterscheiden, ließen einen signifikanten Einfluss des Befüllungsgrads auf das Drehmoment erkennen (*siehe* Kap. 4.4.3.2. und Kap. 4.4.3.3.). Das Rotor-Drehmoment wird jedoch nur beeinflusst, wenn gleichzeitig auch eine entsprechende Zerkleinerungsarbeit vorliegt. Dies konnte bei den Versuchen mit dem Aluminiumblech als „Blindsieb“ gezeigt werden, in dem der Siebkorb mit einer bestimmten Granulatmenge befüllt wurde, die keiner oder kaum einer Zerkleinerung unterliegt und lediglich vom Rotor hin- und herbewegt wird. Die gewählte Granulatmasse lag mengenmäßig zwischen den getesteten Füllgraden mit Bruchstücken, rief aber ein Drehmoment hervor, das während der Aufnahme gegen Null ging (Abb. 4.36.). Allein die Masse als Widerstand gegen die Drehbewegung des Rotors hat im Vergleich zur Zerkleinerungsarbeit einen vernachlässigbaren Effekt auf das Drehmoment.

Bei einem relativ gleichbleibenden Füllgrad, wie es in einem gut eingestellten Prozess der Fall ist, ist die Menge an Schülpenbruchstücken für das Drehmoment demnach von untergeordneter Bedeutung. Nach Interpretation der vorliegenden Ergebnisse, werden kurzfristige Schwankungen kaum eine Drehmomentänderung ergeben, da der Einfluss der in den Siebkorb fallenden Schülpen größer ist, besonders, wenn es sich um relativ festes Material handelt.

Weiterhin kann anhand der dargelegten Zusammenhänge auf das generelle Zerkleinerungsverhalten geschlossen werden. So wurde nicht nur deutlich, dass das Brechen der „frischen“ Schülpen einen größeren Einfluss hat, als die Zerkleinerung der Schülpenbruchstücke im Siebkorb. Auch diese Zerkleinerung der Bruchstücke kann unterschieden werden: Zum einen ist die Schneidreibung an der Sieboberfläche als größerer Einflussfaktor zu nennen und zum anderen findet darüber hinaus noch eine Zerkleinerung aufgrund einer Mahlreibung statt, die zwischen den Bruchstücken untereinander stattfindet, als auch als Reibung von Bruchstücken am Gehäuse.

Diese Resultate zur Untersuchung der Schülpenmenge als möglicher Einflussfaktor auf das Rotor-Drehmoment, haben im Hinblick auf den Einsatz der

Drehmomentaufnahme als prozesskontrollierendes Tool folgende Hinweise zur Folge: Die Rollendrehzahl darf während des Prozesses nicht erhöht werden, außer es geschieht in Bereichen, für die zuvor eigene Referenzwerte validiert wurden. Es ist anzustreben, einen möglichst konstanten Füllgrad durch einen dem Schülpendurchsatz entsprechenden Granulatdurchsatz zu erreichen. Bei einer deutlichen Zunahme des Füllgrads sollte das Drehmoment nicht mit Werten verglichen werden, die bei konstanten Bedingungen erhalten wurden, da ein signifikanter Einfluss auf das Signal vorhanden ist.

## 4.5. Granulatorparameter

Es ist aus der Literatur bekannt, dass eine Veränderung der verschiedenen Parameter der Zerkleinerungseinheit einen Einfluss auf die Granulateigenschaften, wie z.B. die Partikelgrößenverteilung, als auch auf den Granulatdurchsatz haben kann [4].

In diesem Kapitel wird dargestellt, ob und inwieweit die diversen variablen Granulatorparameter das Drehmoment des Rotors beeinflussen können. Dies ist insofern von Interesse, da es einen Hinweis darauf gibt, welche dieser Faktoren man bei Verwendung einer Drehmomenterfassung zur Prozessüberwachung generell beachten und konstant halten sollte, um etwaige Fehlinterpretationen des Drehmomentsignals zu vermeiden.

Im Folgenden werden nachstehende Parameter und ihr Einfluss auf das Drehmoment behandelt:

- Mahlspalt
- Siebmaschenweite
- Siebtyp
- Siebabnutzung
- Vorbrecher
- Drehwinkel
- Drehgeschwindigkeit

Die Kompaktiereinstellungen bei allen Versuchen entsprachen den in Kap. 3.4.1. aufgeführten Grundeinstellungen, wobei als Standardkraft 7 kN/cm gewählt wurde. Das Drehmoment wurde jeweils über einen Zeitraum von einer Minute aufgezeichnet. Mit Ausnahme der Versuche zum Einfluss der Vorbrecher wurde aufgrund von Materialmangel eine Umkehrung einer Schülpendurchsatzbestimmung nach jeder Drehmomentmessung durchgeführt: Nach der Signalaufzeichnung und einer etwa gleichen Gesamtprozesszeit erfolgte die Auswaage des restlichen Schülpenmaterials, welches im Siebkorb zurückblieb. Diese Masse gibt einen Hinweis auf den Materialdurchsatz, der bei dem jeweiligen Prozess erzielt wurde und somit zugleich auf die Zerkleinerungseffizienz bei den gewählten Versuchsbedingungen. Abweichungen werden im jeweiligen Abschnitt explizit angegeben.

#### 4.5.1. Mahlpalt

Der Mahlpalt ist der variable Abstand zwischen eingespanntem Sieb und Rotor. Über ein Anheben oder Senken des Siebkorbes durch Drehen eines Exzenters kann dieser Abstand variiert werden (Abb. 4.40.). Eingestellt wird der Mahlpalt mittels einer entsprechenden Anzahl an Kupferblechen einer Stärke von jeweils 0,25 mm, die als Abstandhalter in den Zwischenraum von Sieb und Rotor geschoben werden. Der Siebkorb wird dann bis zum Kontakt mit den Abstandsblechen angehoben und fixiert. Beim Drehen des Rotors ohne Produkt dürfen keine schabende Geräusche auftreten, da sonst der Rotor an einer Stelle Kontakt mit der Sieboberfläche hat.

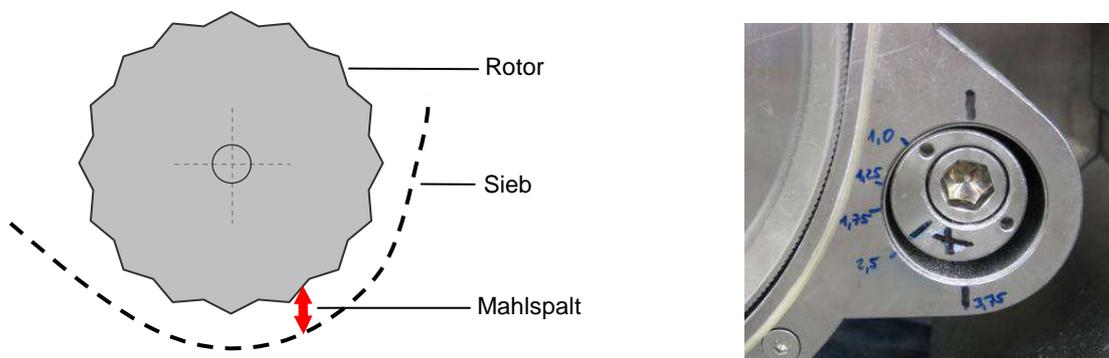


Abb. 4.40. links: schematische Darstellung des Mahlabstands, rechts: Exzenterbuchse zum Einstellen des Mahlabstands

Der Einfluss des Mahlpalts auf die Partikelgrößenverteilung und den Granulatdurchsatz wurde bereits in einigen Arbeiten untersucht. Im Vergleich mit anderen variablen Parametern der Zerkleinerungseinheit, hat der Mahlpalt einen geringeren Einfluss auf die Granulatpartikelgröße. Auch wenn die Unterschiede mitunter nur minimal sind, so kann man jedoch sagen, dass mit zunehmendem Abstand zwischen Rotor und Sieb ein etwas gröberes Granulat erhalten wird. Der Effekt auf den Durchsatz durch die Veränderung des Mahlpalts ist hingegen ausgeprägter. Mit zunehmendem Mahlpalt wird die Zerkleinerungseffizienz vermindert und der Granulatdurchsatz pro Zeiteinheit nimmt ab [4], [83].

Im folgenden Kapitel wird der Einfluss der Mahlpaltveränderung auf das Drehmoment thematisiert. Bei einer Kompaktierkraft von 7 kN/cm werden in Folge vier zunehmende Abstände eingestellt: 1,00, 1,25, 1,75 und 2,50 mm.

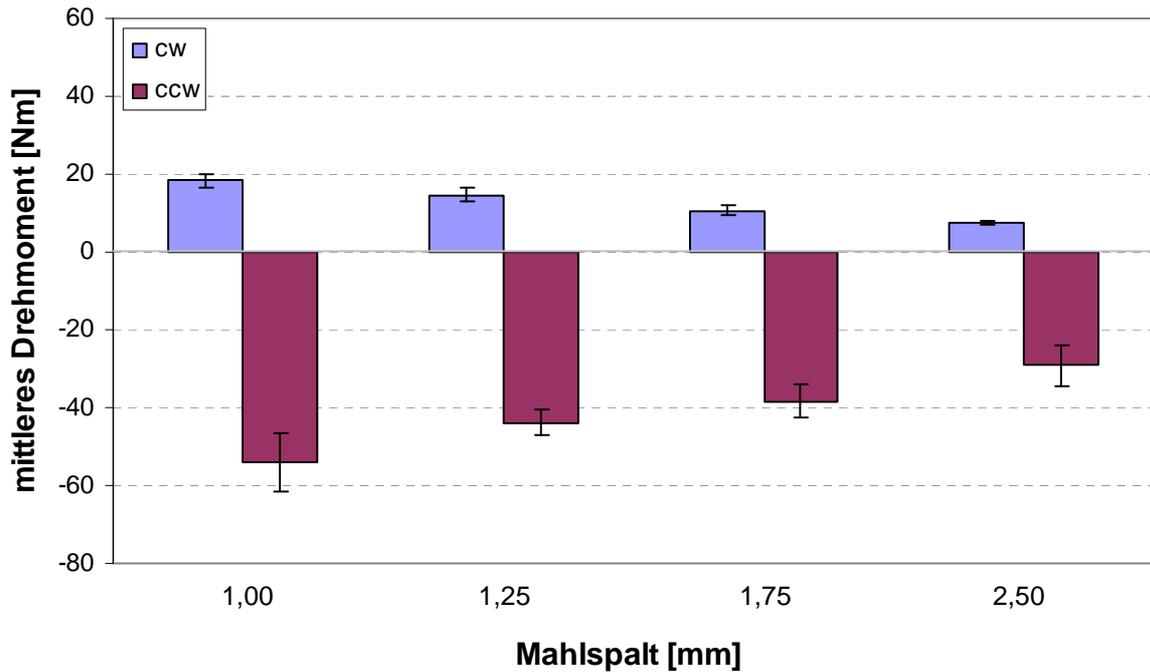


Abb. 4.41. Darstellung der mittleren Drehmomente bei unterschiedlichen Mahlspalt-einstellungen

Tab. 4.7. Ergebnisse der Prüfung auf Normalverteilung und der einfaktoriellen Varianzanalyse (ANOVA) der Drehmomentsignale, aufgenommen bei unterschiedlichen Mahlspalten

| Mahlspalt [mm] | Drehrichtung | Normalverteilung (p-Wert) | Drehmoment MW ± SD | letter display |
|----------------|--------------|---------------------------|--------------------|----------------|
| 1,00           | CW           | 0,8910                    | 18,30 ± 1,70       | a              |
| 1,25           |              | 0,3665                    | 14,67 ± 1,60       | b              |
| 1,75           |              | 0,6326                    | 10,72 ± 1,33       | c              |
| 2,50           |              | 0,3724                    | 07,49 ± 0,70       | d              |
| 1,00           | CCW          | 0,9305                    | -54,23 ± 7,50      | e              |
| 1,25           |              | 0,5243                    | -43,87 ± 3,16      | f              |
| 1,75           |              | 0,3576                    | -38,33 ± 4,32      | g              |
| 2,50           |              | 0,8330                    | -29,24 ± 5,29      | h              |

Mit zunehmendem Mahlspalt ist eine Abnahme des Drehmoments zu verzeichnen (Abb. 4.41.). Die einfaktorielle Varianzanalyse zeigt darüber hinaus, dass alle eingestellten Mahlabstände signifikant unterschiedlich hohe Drehmomente ergeben (Tab. 4.7.).

Die Auswaage der verbliebenen Restmengen an Schülpenbruchstücken im Siebkorb (Abb. 4.42.) geben den eingangs erwähnten Kenntnisstand der Literatur wider. Je größer der Abstand zwischen Sieb und Rotor, desto geringer wird die Effizienz der Materialzerkleinerung. Es wird weniger Material pro Zeiteinheit durch das Sieb

gedrückt, so dass der Granulatdurchsatz sinkt und nach Kompaktierstopp sich mehr Schülpenmaterial im Siebkorb befindet. Die geringe Differenz zwischen der Auswaage von 1,25 und 1,75 mm lässt sich dadurch erklären, dass die Gesamtprozesszeit bei dem Versuch mit 1,25 mm etwa 1 min länger war.

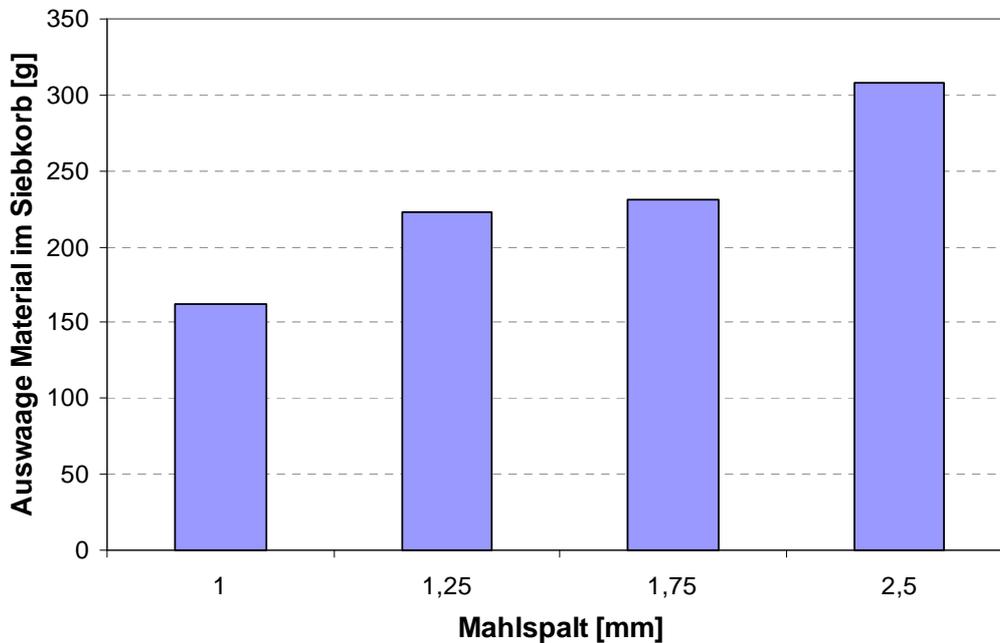


Abb. 4.42. im Siebkorb verbliebene Materialmenge nach den Versuchen zur Mahlspaceänderung

### 4.5.2. Siebmaschenweite

Durch Wahl der Maschenweite lässt sich die Partikelgröße des Trockengranulates steuern. Hier führt erwartungsgemäß eine größere Maschenweite zu einer größeren mittleren Partikelgröße [4], [31], [82]. Auch die Zerkleinerungszeiten und somit der Durchsatz werden durch die Maschenweite beeinflusst. Verringert man die Maschenweite, um ein feineres Granulat zu erhalten, wird sich der Durchsatz erheblich vermindern, da dem zu zerkleinerndem Material mehr Widerstand entgegengesetzt wird [83].

Die Auswirkungen unterschiedlicher Maschenweiten auf das Drehmoment werden im Folgenden betrachtet. Die Zerkleinerung der bei 7 kN/cm kompaktierten Microcel-Schülpen erfolgte durch Vierkantdrahtsiebe mit den Maschenweiten 0,80, 1,25 und 2,00 mm. Aufgrund des Einflusses des Mahlspace, wurde bei allen drei Maschenweiten ein konstanter Mahlspace von 1,75 mm eingestellt.

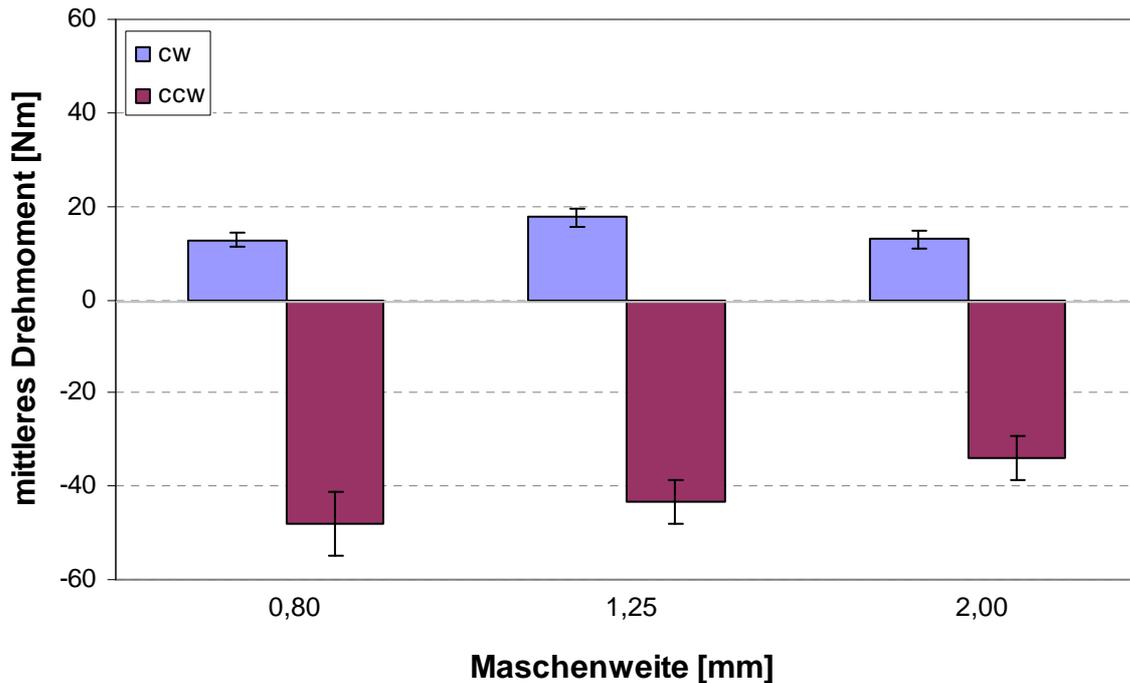


Abb. 4.43. Darstellung der mittleren Drehmomente bei unterschiedlichen Siebmaschenweiten

Tab. 4.8. Ergebnisse der Prüfung auf Normalverteilung und der einfaktoriellem Varianzanalyse (ANOVA) der Drehmomentsignale, aufgenommen bei unterschiedlichen Maschenweiten

| Maschenweite [mm] | Drehrichtung | Normalverteilung (p-Wert) | Drehmoment MW ± SD | letter display |
|-------------------|--------------|---------------------------|--------------------|----------------|
| 0,80              | cw           | 0,0971                    | 12,74 ± 1,39       | a              |
| 1,25              |              | 0,1421                    | 17,56 ± 1,86       | c              |
| 2,00              |              | 0,1863                    | 12,97 ± 1,87       | a              |
| 0,80              | ccw          | 0,4853                    | -48,13 ± 6,89      | c              |
| 1,25              |              | 0,4029                    | -43,32 ± 4,60      | d              |
| 2,00              |              | 0,7654                    | -34,16 ± 4,70      | e              |

Während die Ergebnisse der cw-Drehrichtung ein uneinheitliches Bild zeigen, nimmt das Drehmoment in ccw-Drehrichtung signifikant mit größer werdender Maschenweite ab (Abb. 4.43.). Diese Abnahme korreliert mit der verbliebenen Materialmenge im Siebkorb (Abb. 4.44.). Bei der größten gewählten Maschenweite von 2,0 mm befindet sich nach dem Versuch im Vergleich zu den anderen Maschenweiten die geringste Menge Schülpenbruchstücke auf dem Sieb. Somit wird der größte Granulatdurchsatz bei der größten Maschenweite erreicht.

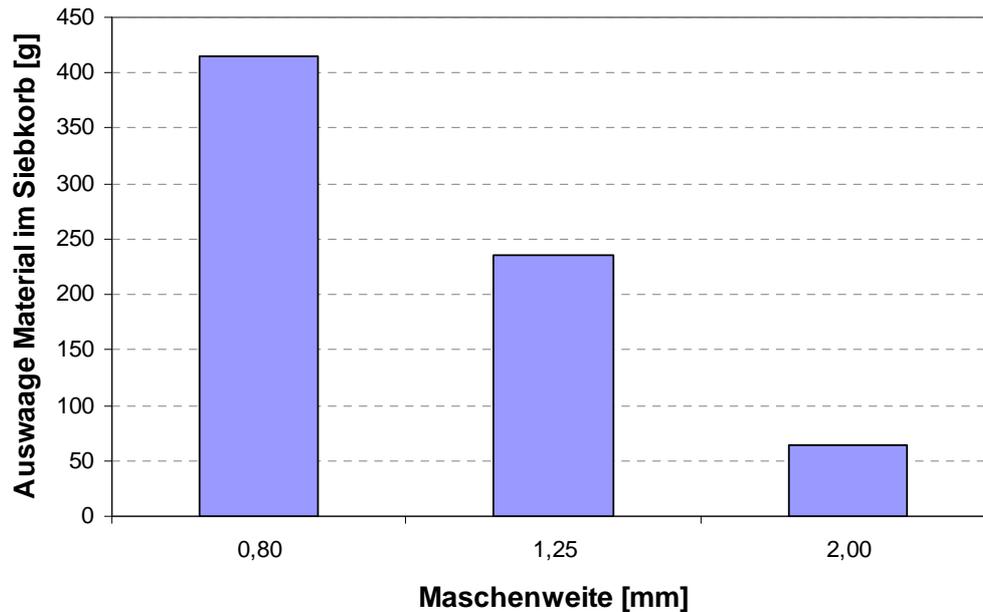


Abb. 4.44. im Siebkorb verbliebene Materialmenge nach den Versuchen zur Maschenweite

### 4.5.3. Siebtyp

Das Vierkantdrahtsieb, das für die meisten Versuche dieser Arbeit verwendet wurde, ist ein Standardsieb für den Macropactor. Alternativ hierzu kann man beispielsweise ein Conidurblech verwenden. Wie sich beide Siebtypen auf die Partikelgröße des Granulats auswirken, ist in der Literatur unterschiedlich dargestellt. Während das Conidurblech bei Zerkleinerungsversuchen mit Tabletten generell gröbere Partikel liefert [4], zeigen Zerkleinerungsversuche mit Schülpfen einen höheren Feinanteil bei Conidur-Granulaten [82] oder die Ergebnisse sind nicht eindeutig, je nach verwendetem Hilfsstoff und verwendeter Kompaktierkraft [4].

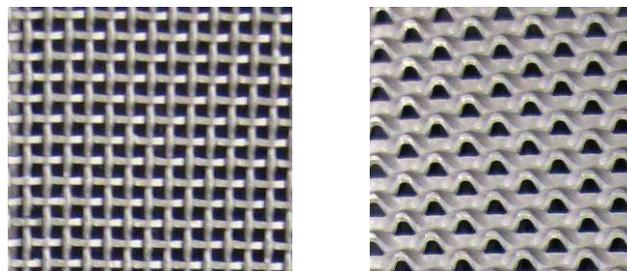


Abb. 4.45. links Vierkantdrahtsieb, rechts Conidurblech, jeweils 1,25 mm Öffnungsweite

Die Drehmomentaufnahme erfolgte unter Verwendung eines (neuen) Vierkantdrahtsiebs und eines Conidurbleches mit gleicher Öffnungsweite von 1,25 mm.

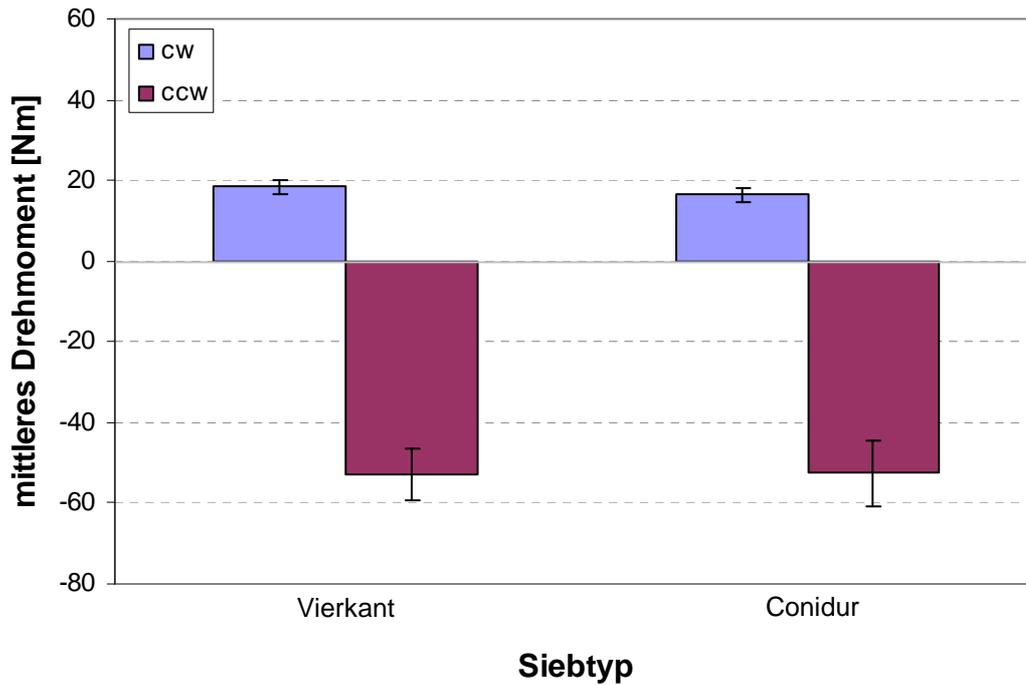


Abb. 4.46. Darstellung der mittleren Drehmomente bei unterschiedlichen Siebtypen

Auf den ersten Blick gleichen sich die Ergebnisse der Drehmomentenerfassung beider Siebtypen (Abb. 4.46.). Die einfaktorielle Varianzanalyse zeigt, dass sich die Daten beider Siebtypen zumindest in cw-Drehrichtung signifikant unterscheiden, auch wenn die Differenz minimal ist (Tab. 4.9.). Das Drehmomentsignal aus dem Versuch mit dem Vierkantdrahtsieb ist geringfügig höher, als bei Einsatz des Conidurblechs.

Tab. 4.9. Ergebnisse der Prüfung auf Normalverteilung und der einfaktoriellen Varianzanalyse (ANOVA) der Drehmomentsignale, aufgenommen bei Verwendung unterschiedlicher Siebtypen

| Siebtyp  | Drehrichtung | Normalverteilung (p-Wert) | Drehmoment MW ± SD | letter display |
|----------|--------------|---------------------------|--------------------|----------------|
| Vierkant | cw           | 0,3767                    | 18,45 ± 1,74       | a              |
| Conidur  |              | 0,8818                    | 16,42 ± 1,60       | b              |
| Vierkant | ccw          | 0,1141                    | -53,05 ± 6,39      | c              |
| Conidur  |              | 0,9812                    | -52,55 ± 8,09      | c              |

Da die Öffnungen des Conidurblechs, in der Weise, wie es in den Siebkorb geschoben wurde, nach rechts zeigen, findet die Zerkleinerung eigentlich nur in der cw-Drehrichtung des Rotors statt.

Das Auswiegen der Schülpenbruchstücke im Siebkorb nach den Versuchen zeigt, dass mehr Material bei Verwendung des Vierkantdrahtsiebs verbleibt. Bei Einsatz

des Conidurblechs wurde also ein etwas höherer Granulatdurchsatz erzielt (Abb. 4.47.).

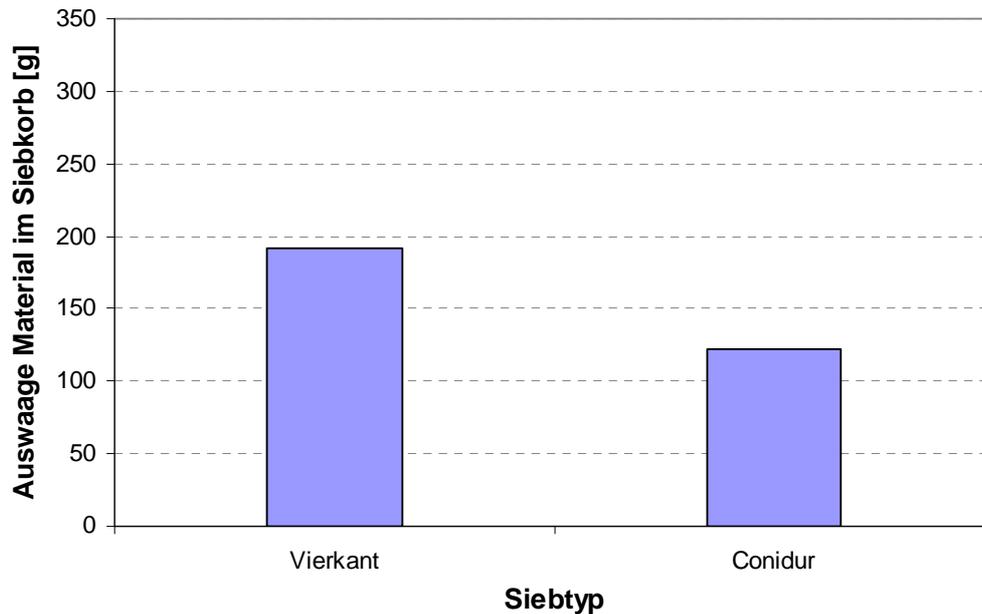


Abb. 4.47. im Siebkorb verbliebene Materialmenge nach den Versuchen zu den Siebtypen

### 4.5.4. Abnutzungsgrad des Siebs

Bei Verwendung des gleichen Siebs über einen längeren Zeitraum, kommt es zu einer gewissen Abnutzung, insbesondere bei der Zerkleinerung sehr fester Schülpfen. Dies ist daran zu erkennen, dass das Sieb durch den Materialdruck zwischen den Unterstützungsverstrebungen des Siebkorbs eingedellt wird (Abb. 4.48.). Auch vorstellbar ist beim Vierkantdrahtsieb, dass die Kanten, die ja für die Schneidwirkung bei der Zerkleinerung zuständig sind, durch die Belastung abstumpfen und die Zerkleinerungseffizienz dadurch abnimmt.

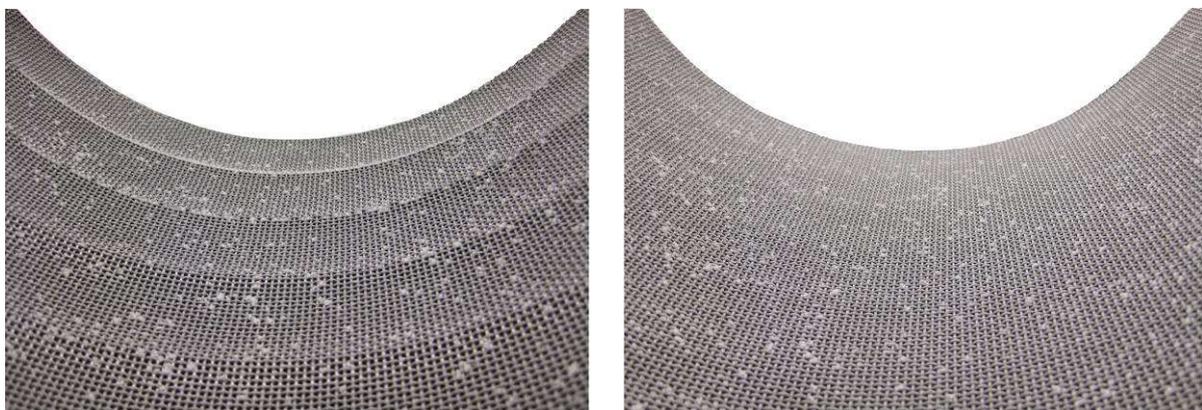


Abb. 4.48. links: Sieb nach längerer Benutzung, rechts: Sieb nach einmaliger Benutzung

Im Folgenden wird überprüft, inwieweit das Drehmomentsignal durch Siebe unterschiedlicher Abnutzung beeinflusst wird. Dazu wird ein fabrikneues Sieb mit einem Sieb verglichen, welches bereits einige Monate in Betrieb war. Aufgrund der Kenntnisse zum Einfluss des Abstands zwischen Rotor und Sieb wurde hier versucht, die Eindellungen des gebrauchten Siebs durch Mahlsplattanpassungen auszugleichen. So wurden bei beiden Sieben mittels der Abstandsbleche jeweils die Mahlspalte 1,25 und 1,75 mm neu eingestellt (Abb. 4.49.).

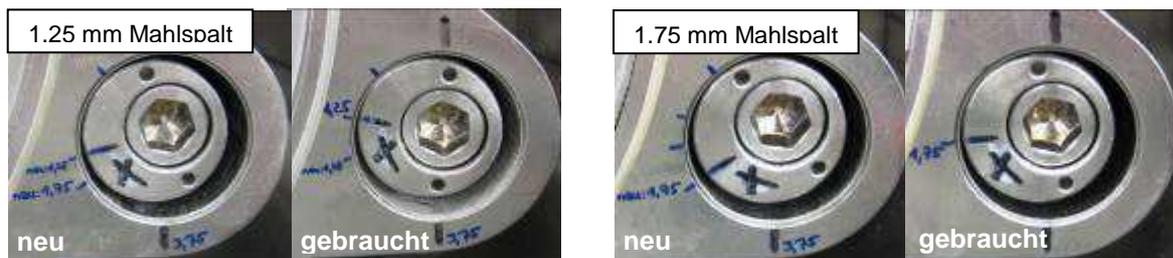


Abb. 4.49. Einstellungen zur Mahlsplattanpassung jeweils bei neuem und gebrauchtem Sieb zum Ausgleich der Eindellungen

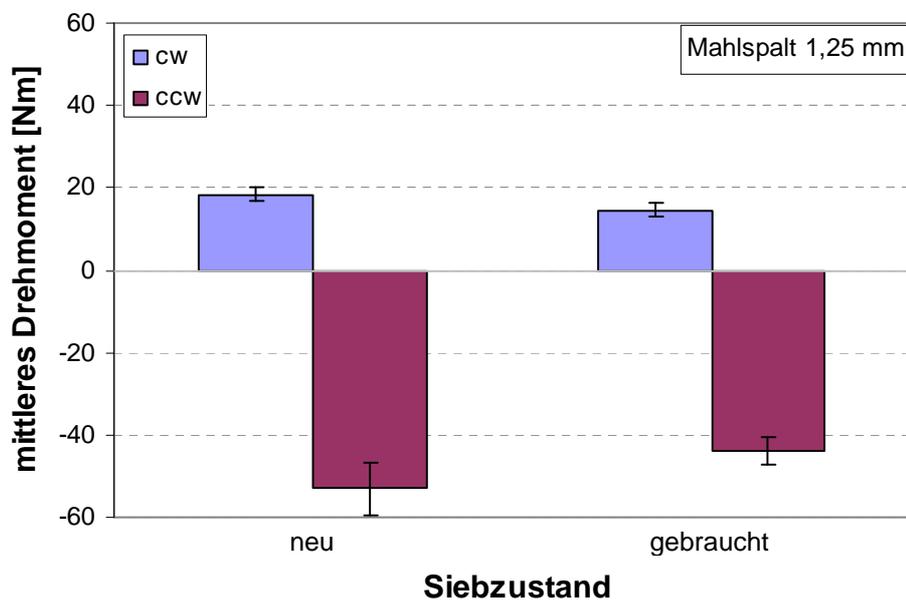


Abb. 4.50. Darstellung der mittleren Drehmomente bei Sieben unterschiedlicher Abnutzung und einem angepasstem Mahlspalt von 1,25 mm

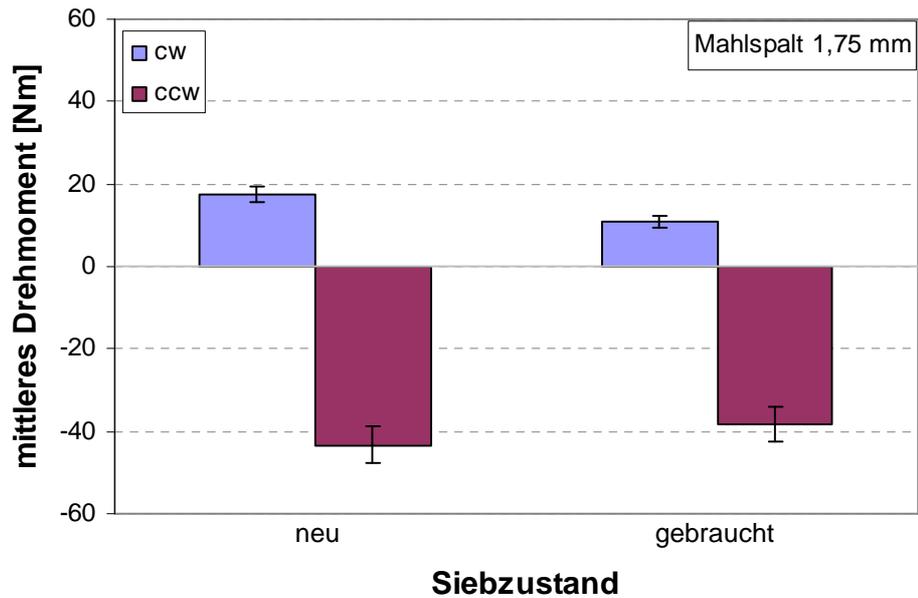


Abb. 4.51. Darstellung der mittleren Drehmomente bei Sieben unterschiedlicher Abnutzung und einem angepasstem Mahlspace von 1,75 mm

Bei beiden eingestellten Mahlabständen ergibt die Verwendung eines fabrikneuen Siebs ein signifikant höheres Drehmomentsignal, als es durch das gebrauchte Sieb der Fall ist (Abb. 4.50., Abb. 4.51.).

Tab. 4.10. Ergebnisse der Prüfung auf Normalverteilung und der einfaktorischen Varianzanalyse (ANOVA) der Drehmomentsignale, aufgenommen bei Verwendung von Sieben unterschiedlicher Abnutzung

|                   | Siebzustand | Drehrichtung | Normalverteilung (p-Wert) | Drehmoment MW ± SD | letter display |
|-------------------|-------------|--------------|---------------------------|--------------------|----------------|
| 1,25 mm Mahlspace | neu         | CW           | 0,8818                    | 18,45 ± 1,74       | a              |
|                   | gebraucht   |              | 0,3665                    | 14,67 ± 1,59       | b              |
|                   | neu         | CCW          | 0,9812                    | -53,05 ± 6,39      | c              |
|                   | gebraucht   |              | 0,5243                    | -43,87 ± 3,16      | d              |
| 1,75 mm Mahlspace | neu         | CW           | 0,1421                    | 17,56 ± 1,86       | a              |
|                   | gebraucht   |              | 0,6326                    | 10,72 ± 1,33       | b              |
|                   | neu         | CCW          | 0,4029                    | -43,32 ± 4,60      | c              |
|                   | gebraucht   |              | 0,3576                    | -38,33 ± 4,32      | d              |

Die Schülpenmengen, die nach dem Versuch dem Siebkorb entnommen und ausgewogen wurden, lassen darauf schließen, dass durch das neue Sieb ein höherer Granulatdurchsatz erzielt wurde (Abb. 4.52.).

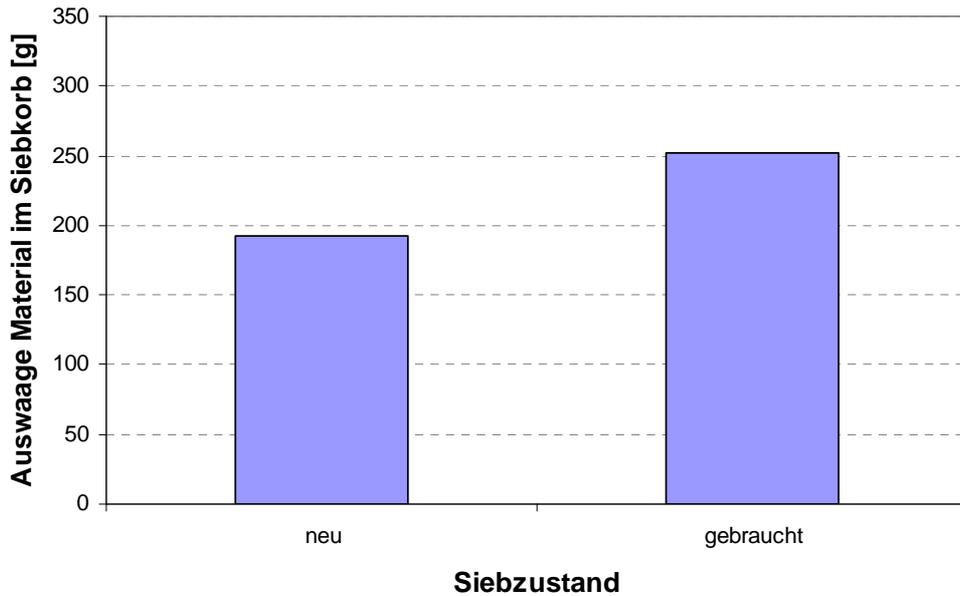


Abb. 4.52. im Siebkorb verbliebene Materialmenge nach den Versuchen zur Siebabnutzung

Um auf einen möglichen Unterschied in der Zerkleinerung, aufgrund der unterschiedlichen Siebabnutzung, zu prüfen, wurde mit den Granulatchargen aus beiden Prozessen eine Siebanalyse durchgeführt (Abb. 4.53.). Die Partikelgrößen der beiden Granulatchargen unterscheiden sich allerdings anhand dieser Ergebnisse nicht voneinander.

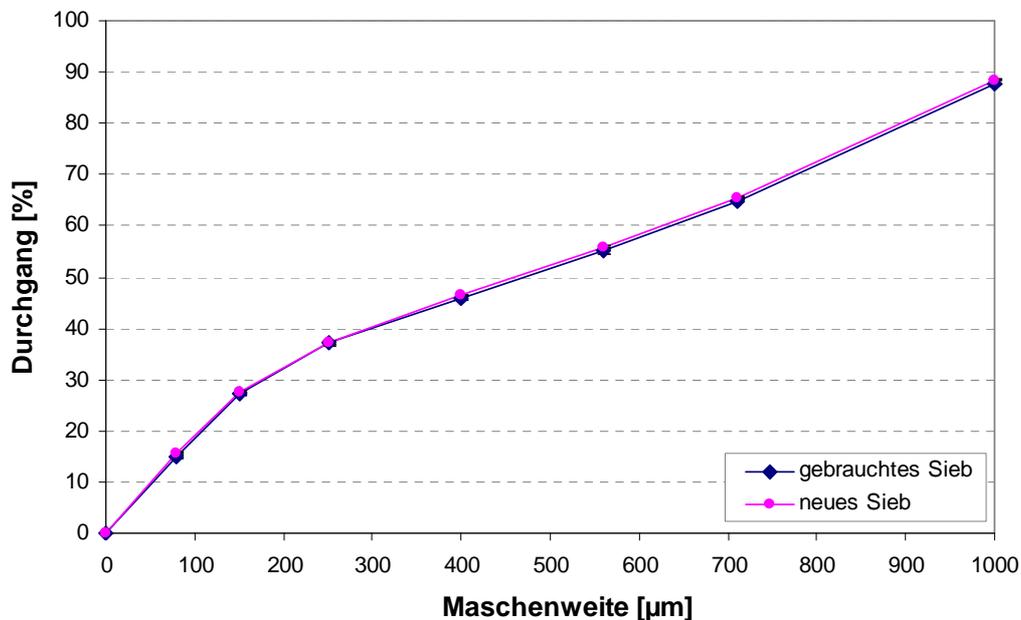


Abb. 4.53. Partikelgrößenverteilung der Granulate bei Verwendung eines neuen Siebs im Vergleich zur Verwendung eines gebrauchten Siebs

### 4.5.5. Vorbrecher

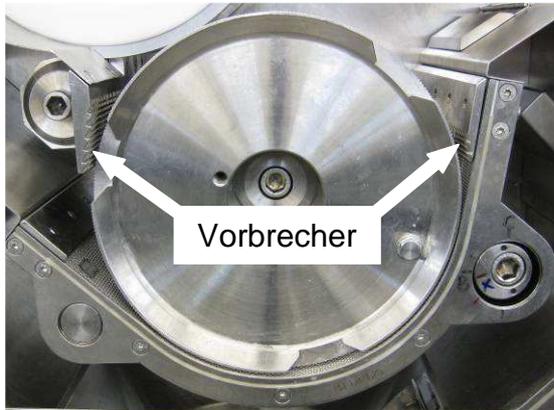


Abb. 4.54. standardmäßig eingebaute Vorbrecher

Zu beiden Seiten des Zerkleinerungsrotors sind sogenannte Vorbrecher angebracht (Abb. 4.54.), die unter anderem verhindern sollen, dass die Schülpfen und Schülpfenbruchstücke aus dem Siebkorb geschoben oder bei hohen Rotordrehzahlen rausgeschleudert werden. Aufgrund ihrer gezahnten Oberfläche tragen sie zudem zur Zerkleinerung bei, wenn die Schülpfen und Schülpfenbruchstücke gegen sie gedrückt

werden. In folgendem Abschnitt wird die Auswirkung der Vorbrecher auf das Drehmomentsignal diskutiert. Hier soll vor allem der Einfluss des rechten Vorbrechers beleuchtet werden. Bei hohen Kompaktierkräften und somit sehr festen Schülpfen wurde im Vorfeld die Beobachtung gemacht, dass sich der Siebkorb mitunter anhebt, wenn der Rotor in ccw-Drehrichtung die Schülpfen gegen den Vorbrecher drückt. Es wurde daraufhin vermutet, dass der Rotor in ccw-Drehrichtung einen erhöhten Widerstand erfährt, wenn sich die Schülpfen am Vorbrecher quasi stauen. Nun sollte durch den Ersatz des rechten und auch des linken Vorbrechers durch Blindstücke überprüft werden, ob das generell höhere Drehmomentsignal in ccw-Drehrichtung auf den Einfluss des rechten Vorbrechers zurückzuführen ist. Die Blindstücke können aufgrund ihrer glatten Oberfläche keine Auswirkung auf die Schülpfenzerkleinerung haben.

#### 4.5.5.1. Einfluss auf Signalhöhe in ccw-Drehrichtung

Durch die nachfolgend dargestellten Versuche sollte geklärt werden, ob das generell höhere Drehmomentsignal der ccw-Drehrichtung durch die Vorbrecher verursacht wird. Hierfür wurden die Drehzahlen als auch die Drehwinkel beider Drehrichtungen auf gleiche Werte eingestellt (cw/ccw 50/50 UpM, 320°/320°), um einen möglichen Einfluss dieser Parameter bei den Ergebnissen ausschließen zu können. Bei 7 kN/cm und den Standardeinstellungen wurde das Drehmoment über etwa 40 s aufgezeichnet.

Folgende Vorbrecherpositionen wurden nacheinander getestet:

- linker Vorbrecher montiert, rechter Vorbrecher durch ein Blindstück ersetzt
- rechter Vorbrecher montiert, linker Vorbrecher durch ein Blindstück ersetzt
- beide Vorbrecher durch Blindstücke ersetzt
- standardmäßiger Einbau beider Vorbrecher

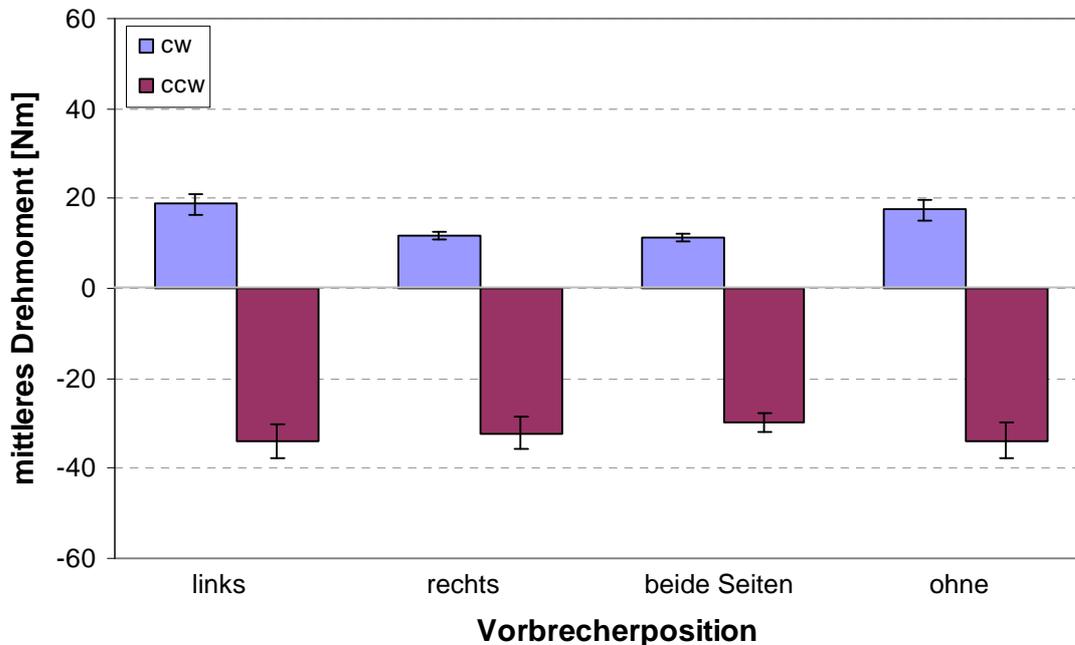


Abb. 4.55. Darstellung der mittleren Drehmomente bei unterschiedlichen Positionen der Vorbrecher; 7 kN/cm und gleiche Drehzahlen und Drehwinkel für beide Drehrichtungen

Die Ergebnisse zeigen, dass auch bei ausgebautem rechten Vorbrecher und gleichen Drehzahl- und Drehwinkleinstellungen, das Drehmomentsignal der ccw-Drehrichtung höher ist, als das der cw-Drehrichtung. Somit lässt sich der zuvor vermutete Zusammenhang ausschließen.

Tab. 4.11. Ergebnisse der Prüfung auf Normalverteilung und der einfaktoriellem Varianzanalyse (ANOVA) der Drehmomentsignale, aufgenommen bei unterschiedlichen Vorbrecherpositionen

| Vorbrecherposition | Drehrichtung | Normalverteilung (p-Wert) | Drehmoment MW ± SD | letter display |
|--------------------|--------------|---------------------------|--------------------|----------------|
| links              | cw           | 0,0923                    | 18,67 ± 0,23       | a              |
| rechts             |              | 0,8664                    | 11,88 ± 0,09       | b              |
| beide Seiten       |              | 0,2683                    | 11,34 ± 0,10       | b              |
| ohne               |              | 0,3414                    | 17,52 ± 0,22       | a              |
| links              | ccw          | 0,7280                    | -34,16 ± 0,38      | c              |
| rechts             |              | 0,5271                    | -32,21 ± 0,35      | c              |
| beide Seiten       |              | 0,1685                    | -29,76 ± 0,21      | d              |
| ohne               |              | 0,5552                    | -33,79 ± 0,39      | c              |

Generell ist erkennbar, dass sich die unterschiedlichen Vorbrecherpositionen nicht alle signifikant voneinander unterscheiden (Tab. 4.11.). So scheint es beispielsweise in ccw-Drehrichtung unbedeutend, ob kein Vorbrecher oder nur ein einzelner Vorbrecher montiert ist. Hingegen bei dem Versuch mit Vorbrechern auf beiden Seiten, unterscheidet sich das Drehmoment in beiden Drehrichtungen von der Drehmomentaufnahme ohne Vorbrecher. Da das Signal, aufgenommen bei eingebauten Vorbrechern, einen niedrigeren Wert hat, scheinen die Vorbrecher jedoch keinen zusätzlichen Widerstand für den Rotor darzustellen, wie zuvor angedeutet.

### 4.5.5.2. Einfluss verschiedener Vorbrecherpositionen

Um den generellen Einfluss der Vorbrecher in unterschiedlichen Positionen auf das Drehmoment nochmals genauer zu beleuchten, wurde bei den zuvor bereits genannten Vorbrecherpositionen und bei den in Kap. 3.4.1. aufgeführten Standardeinstellungen (Kräfte 7 und 10 kN/cm) das Drehmoment über einen Zeitraum von zwei Minuten aufgenommen.

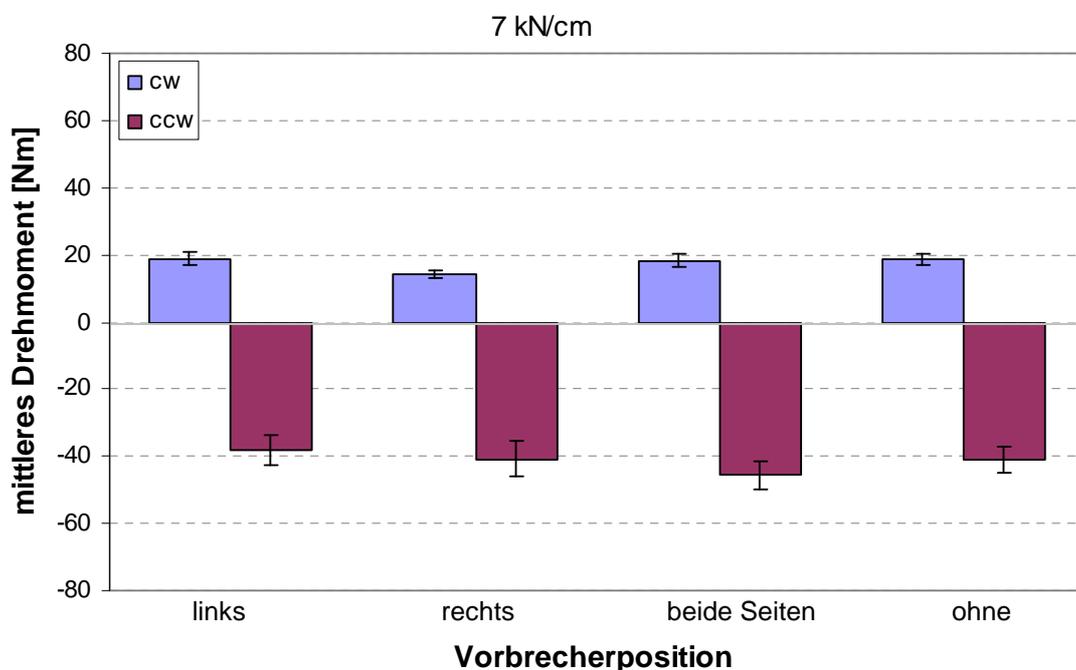


Abb. 4.56. Darstellung der mittleren Drehmomente bei unterschiedlichen Positionen der Vorbrecher; 7 kN/cm und Standardeinstellungen des Granulators

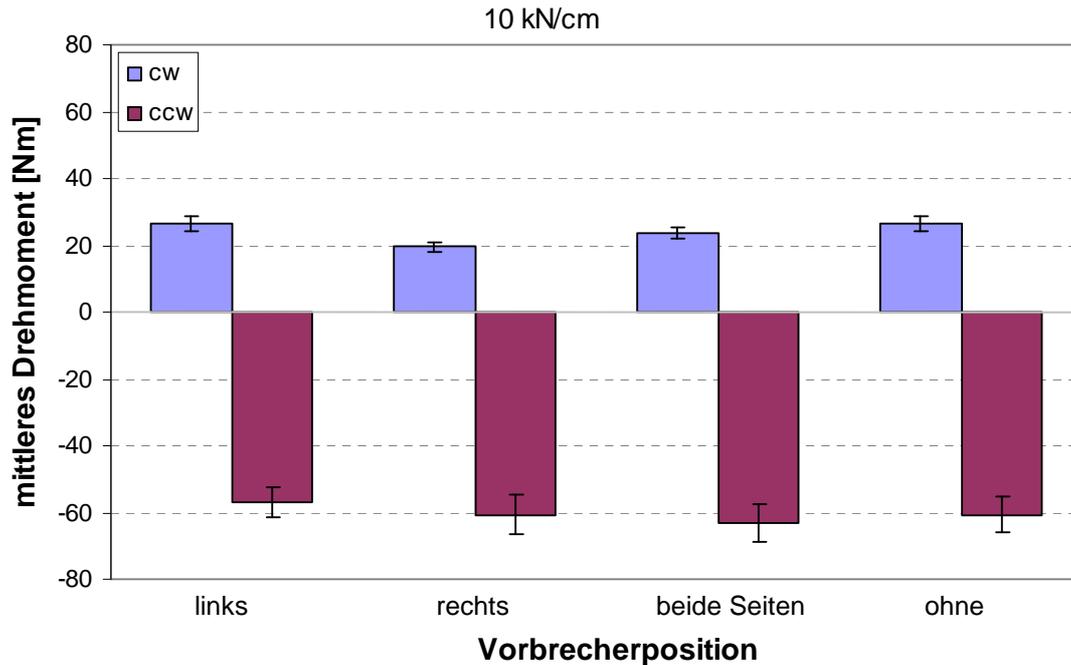


Abb. 4.57. Darstellung der mittleren Drehmomente bei unterschiedlichen Positionen der Vorbrecher; 10 kN/cm und Standardeinstellungen des Granulators

Nach den Abb. 4.56. und 4.57. und der Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse zeigen die Drehmomentaufnahmen bei den verschiedenen Vorbrecherpositionen keine eindeutigen Ergebnisse. Die beiden Extreme - beide Vorbrecher oder kein Vorbrecher montiert - lassen sich nicht immer signifikant unterscheiden (Tab. 4.12.). Ist nur einer der beiden Vorbrecher montiert, lässt sich allerdings ein Muster erkennen: Das Drehmoment ist dann höher, wenn der Vorbrecher auf derjenigen Seite montiert ist, in die der Rotor dreht. In cw-Drehrichtung ist also das Signal bei eingebautem linkem Vorbrecher höher. In ccw-Drehrichtung ergibt der rechte Vorbrecher ein höheres Drehmoment im Vergleich zum linken Vorbrecher.

Tab. 4.12. Ergebnisse der Prüfung auf Normalverteilung und der einfaktoriellen Varianzanalyse (ANOVA) der Drehmomentsignale, aufgenommen bei unterschiedlichen Vorbrecherpositionen und Standardeinstellungen

|          | Vorbrecherposition | Drehrichtung | Normalverteilung (p-Wert) | Drehmoment MW $\pm$ SD | letter display |
|----------|--------------------|--------------|---------------------------|------------------------|----------------|
| 7 kN/cm  | links              | CW           | 0,1768                    | 18,85 $\pm$ 1,82       | a              |
|          | rechts             |              | 0,8156                    | 14,19 $\pm$ 1,15       | b              |
|          | beide Seiten       |              | 0,5736                    | 18,37 $\pm$ 1,88       | a              |
|          | ohne               |              | 0,3738                    | 18,55 $\pm$ 1,64       | a              |
|          | links              | CCW          | 0,3161                    | -38,25 $\pm$ 4,59      | c              |
|          | rechts             |              | 0,0695                    | -40,83 $\pm$ 5,28      | d              |
|          | beide Seiten       |              | 0,5                       | -45,55 $\pm$ 4,22      | e              |
|          | ohne               |              | 0,9413                    | -40,96 $\pm$ 3,65      | d              |
| 10 kN/cm | links              | CW           | 0,7378                    | 26,53 $\pm$ 2,30       | a              |
|          | rechts             |              | 0,2512                    | 19,44 $\pm$ 1,58       | b              |
|          | beide Seiten       |              | 0,7784                    | 23,93 $\pm$ 1,70       | c              |
|          | ohne               |              | 0,9950                    | 26,37 $\pm$ 2,18       | a              |
|          | links              | CCW          | 0,1197                    | -56,84 $\pm$ 4,59      | d              |
|          | rechts             |              | 0,9442                    | -60,59 $\pm$ 5,85      | e              |
|          | beide Seiten       |              | 0,3617                    | -63,04 $\pm$ 5,85      | e              |
|          | ohne               |              | 0,5711                    | -60,78 $\pm$ 5,35      | e              |

#### 4.5.5.3. Einfluss auf Zerkleinerung

Um den Zerkleinerungseffekt der Vorbrecher näher zu untersuchen, wurde im folgenden Versuch zunächst der Siebkorb mit einem Alublech anstatt mit einem Sieb versehen (wie Abb. 4.31.). Dann wurde der Siebkorb von oben mit 1 kg vorher hergestellter Schülpenbruchstücke (bei 10 kN/cm; vgl. Kap. 4.4.3.2.) beschickt. Der Granulator wurde dann bei Standardeinstellungen einmal mit und einmal ohne Vorbrecher für 2 min betrieben und jeweils das Schülpenmaterial aus dem Siebkorb im Anschluss einer Siebanalyse unterzogen. Durch den Abschluss des Siebkorbs mit dem Alublech wird die Zerkleinerung durch das Sieb ausgeklammert.

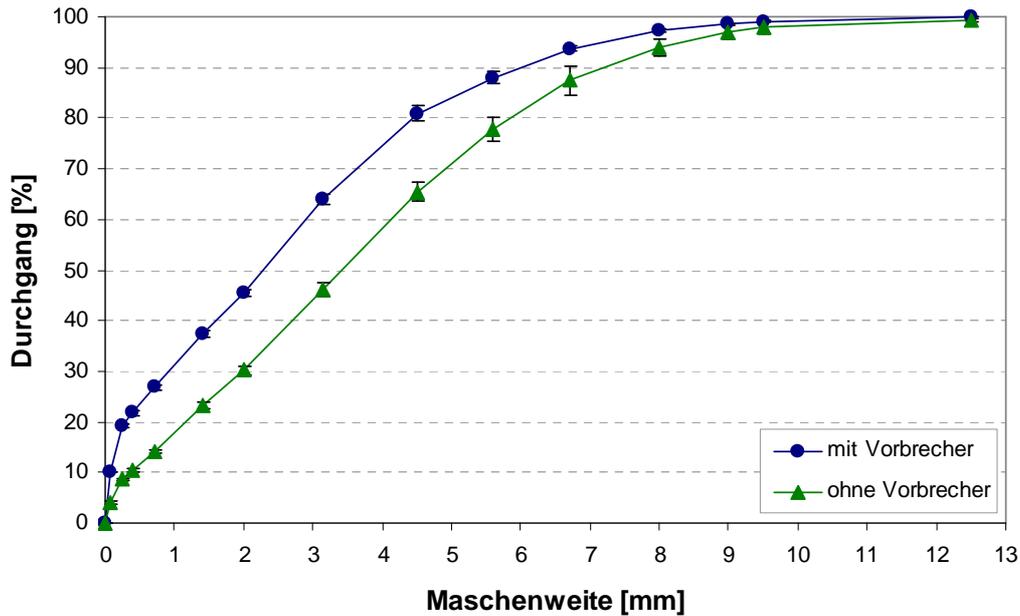


Abb. 4.58. Partikelgrößenverteilung der Schülpenbruchstücke nach Verwendung von Vorbrechern und ohne Montage von Vorbrechern

Die Partikelgrößenverteilung der Schülpenbruchstücke zeigt den Zerkleinerungseinfluss der Vorbrecher (Abb. 4.58.). Bei montierten Vorbrechern sind die Bruchstücke erkennbar kleiner, als bei Granulatorbetrieb mit Blindstücken.

#### 4.5.6. Drehwinkel

Für beide Drehrichtungen des Rotors kann der Drehwinkel jeweils in einem Bereich von 0 bis 720° variiert werden. Somit kann man den Rotor in einem oszillierenden Modus, als auch in einem rotierenden Modus in cw oder ccw-Drehrichtung betreiben. In der Regel wird allerdings die oszillierende Drehbewegung gewählt, da die Zerkleinerung effizienter und die Gefahr eines Materialaufbaus im Siebkorb geringer ist. Über eine Drehwinkel Anpassung ist eine Steigerung des Granulatdurchsatzes um bis zu 300% möglich [4]. Auf die Granulatpartikelgröße ist der Einfluss weitaus geringer, wobei beobachtet wurde, dass bei kleineren Drehwinkeln gröberes Granulat entsteht [4].

Im anschließenden Abschnitt wird untersucht, wie sich unterschiedliche Drehwinkeleinstellungen auf das Rotor-Drehmoment auswirken. Dafür wurden bei konstanter Drehgeschwindigkeit des Rotors (cw/ccw 50/50 UpM) die Drehwinkel in vier Stufen verändert: Ausgehend von 200°/200° (cw/ccw), was nach Wiesweg [4]

der Drehwinkeleinstellung mit dem höchsten Durchsatz entspricht, wurden nacheinander 350°/350°, 200°/350° und 350°/200° (cw/ccw) eingestellt.

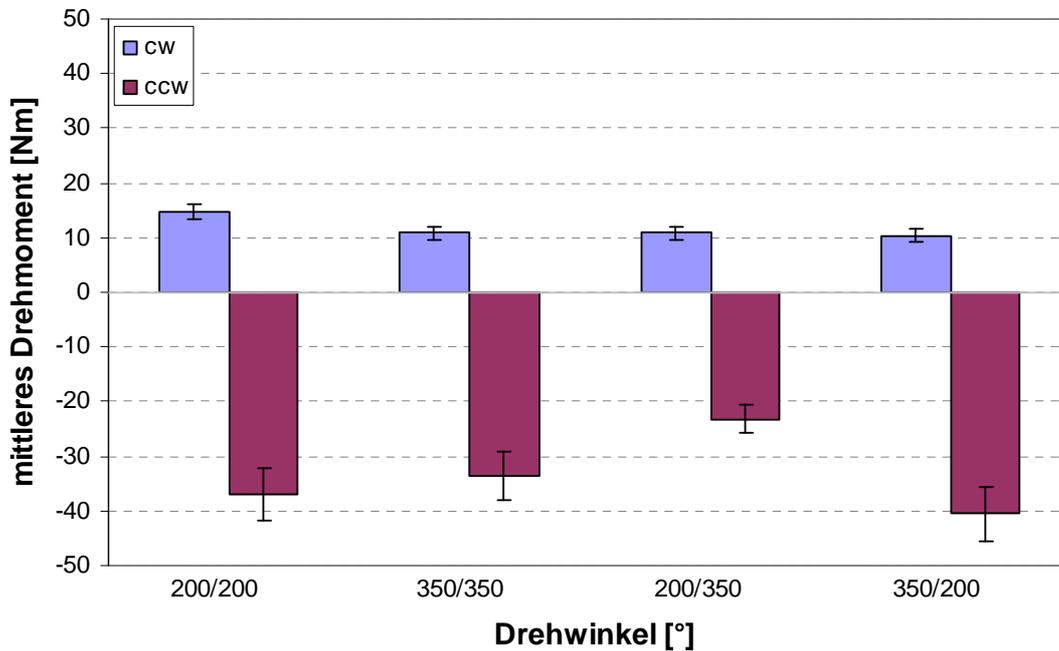


Abb. 4.59. Darstellung der mittleren Drehmomente bei unterschiedlichen Drehwinkeln; Kraft: 7 kN/cm

Tab. 4.13. Ergebnisse der Prüfung auf Normalverteilung und der einfaktoriellen Varianzanalyse (ANOVA) der Drehmomentsignale, aufgenommen bei unterschiedlichen Drehwinkeln

| Drehwinkel | Drehrichtung | Normalverteilung (p-Wert) | Drehmoment MW ± SD | letter display |
|------------|--------------|---------------------------|--------------------|----------------|
| 200°/200°  | cw           | 0,2732                    | 14,84 ± 1,42       | a              |
| 350°/350°  |              | 0,5571                    | 10,86 ± 1,25       | b              |
| 200°/350°  |              | 0,1494                    | 10,85 ± 1,10       | b              |
| 350°/200°  |              | 0,1013                    | 10,44 ± 1,26       | b              |
| 200°/200°  | ccw          | 0,1825                    | -36,88 ± 4,74      | c              |
| 350°/350°  |              | 0,2044                    | -33,57 ± 4,39      | d              |
| 200°/350°  |              | 0,8759                    | -23,18 ± 2,56      | e              |
| 350°/200°  |              | 0,5266                    | -40,52 ± 4,96      | f              |

In cw-Drehrichtung unterscheidet sich lediglich die Einstellung 200°/200° signifikant von den anderen Drehwinkeln. In ccw-Drehrichtung lassen sich zwischen allen Drehwinkeleinstellungen signifikante Unterschiede feststellen. Das Drehmoment-signal ist bei 350°/200° am höchsten (Tab. 4.13.).

Setzt man die Ergebnisse der Drehmomentaufnahme mit den nach den Versuchen ausgewogenen Schülpenmassen in Bezug, scheinen Durchsatz und Drehmoment-signal in Zusammenhang zu stehen (Abb. 4.60.). Je mehr Material nach dem Versuch im Siebkorb zurückgeblieben ist, d.h. je weniger Granulatdurchsatz, desto geringer ist das aufgenommene Drehmomentsignal.

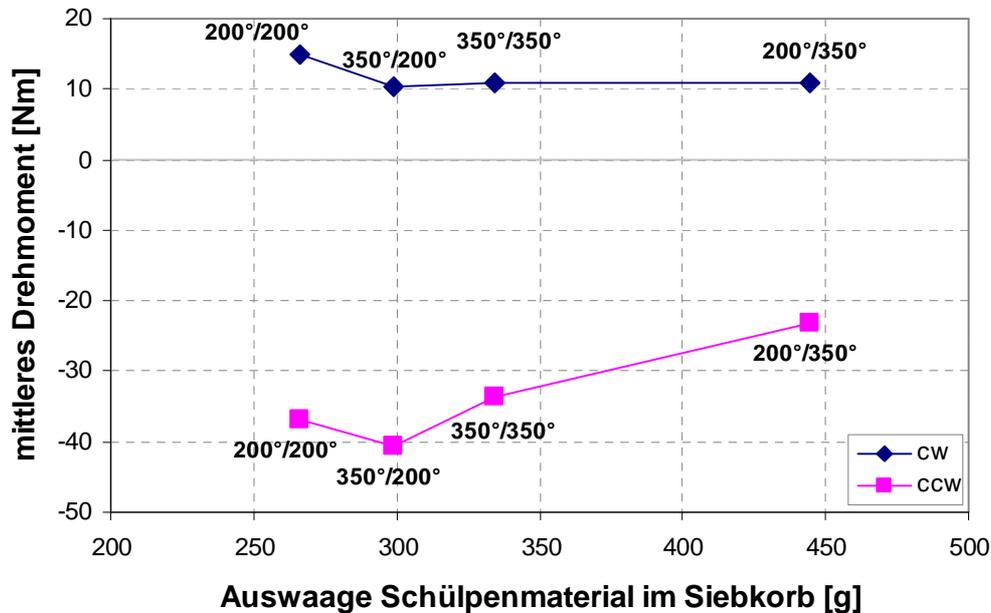


Abb. 4.60. Gegenüberstellung von Drehmoment und zurückgebliebener Masse an Schülpen nach den Versuchen mit unterschiedlichen Drehwinkeln

#### 4.5.7. Drehgeschwindigkeit

Die Drehgeschwindigkeit des Rotors lässt sich für beide Drehrichtungen individuell von 0 bis 180 UpM regulieren. Auch durch die Drehgeschwindigkeit kann der Granulatdurchsatz beeinflusst werden, wenn auch nicht ganz so effektiv, wie über den Drehwinkel. Bis zu einer bestimmten Geschwindigkeit wird durch eine Erhöhung auch ein Anstieg des Granulatdurchsatzes erreicht. Bei zu hohen Geschwindigkeiten allerdings verliert der Rotor an Effizienz und der Durchsatz nimmt wieder ab [4], [83]. Grundsätzlich sollte die Geschwindigkeit so gewählt werden, dass man einen ausreichenden Granulatdurchsatz erzielt und es nicht zu einem Materialaufbau im Siebkorb kommt. Ein weiterer Effekt bezieht sich auf die Granulartypen, die mit steigender Drehgeschwindigkeit kleiner wird.

Ähnlich wie bei den Drehwinkelversuchen im vorigen Abschnitt, soll nachfolgend ein möglicher Effekt der Drehgeschwindigkeit auf das Drehmoment überprüft werden. Bei einem konstantem Drehwinkel von 200°/200° (cw/ccw), wird die

Drehgeschwindigkeit nacheinander in vier Stufen verändert: Nach der Einstellung von 70/70 UpM (cw/ccw), was nach Wiesweg [4] der Drehgeschwindigkeit mit dem höchsten Durchsatz entspricht, wurden nacheinander 90/90 UpM, 70/90 UpM und 90/70 UpM (cw/ccw) gewählt.

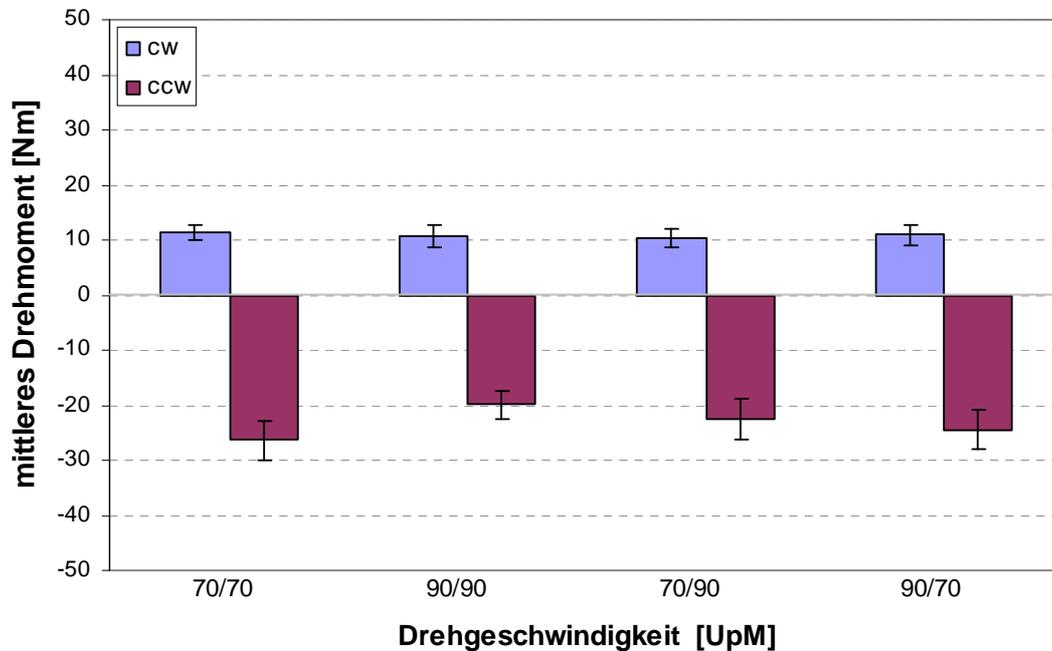


Abb. 4.61. Darstellung der mittleren Drehmomente bei unterschiedlichen Drehgeschwindigkeiten; Kraft: 7 kN/cm

Tab. 4.14. Ergebnisse der Prüfung auf Normalverteilung und der einfaktoriellen Varianzanalyse (ANOVA) der Drehmomentsignale, aufgenommen bei unterschiedlichen Drehgeschwindigkeiten

| Drehgeschwindigkeit [UpM] | Drehrichtung | Normalverteilung (p-Wert) | Drehmoment MW ± SD | letter display |
|---------------------------|--------------|---------------------------|--------------------|----------------|
| 70/70                     | cw           | 0,6646                    | 11,40 ± 1,32       | a              |
| 90/90                     |              | 0,3587                    | 10,74 ± 2,08       | ab             |
| 70/90                     |              | 0,8175                    | 10,37 ± 1,61       | b              |
| 90/70                     |              | 0,9654                    | 11,00 ± 1,86       | ab             |
| 70/70                     | ccw          | 0,1885                    | -26,41 ± 3,61      | c              |
| 90/90                     |              | 0,1566                    | -19,99 ± 2,68      | d              |
| 70/90                     |              | 0,0368                    | -22,54 ± 3,57      | e              |
| 90/70                     |              | 0,4152                    | -24,44 ± 3,48      | f              |

Wie schon bei den Drehwinkelversuchen, lassen sich auch hier die unterschiedlichen Geschwindigkeiten nur anhand der Drehmomente der ccw-Drehrichtung signifikant unterscheiden (Tab. 4.14.). Die Unterschiede sind aber dennoch gering.

Bei Betrachtung der Abb. 4.62., in der die Auswaage des Restmaterials im Siebkorb gegen das dazugehörige Drehmoment aufgetragen ist, fällt zunächst einmal auf, dass die Schülpenmassen in einem sehr engen Bereich liegen. Eine Änderung der Drehgeschwindigkeit in dem hier untersuchten Ausmaß hat demnach eine geringere Auswirkung auf den Durchsatz, als z.B. der Drehwinkel. Die gemachte Vermutung bei den Drehwinkelversuchen, dass ein höheres Drehmomentsignal auf einen höheren Granulatdurchsatz hinweist, kann hier zunächst nicht bestätigt werden, da die Geschwindigkeitseinstellung von 70/70 UpM, bei der das höchste Drehmomentsignal gemessen wurde, nur den dritthöchsten Durchsatz aufweist.

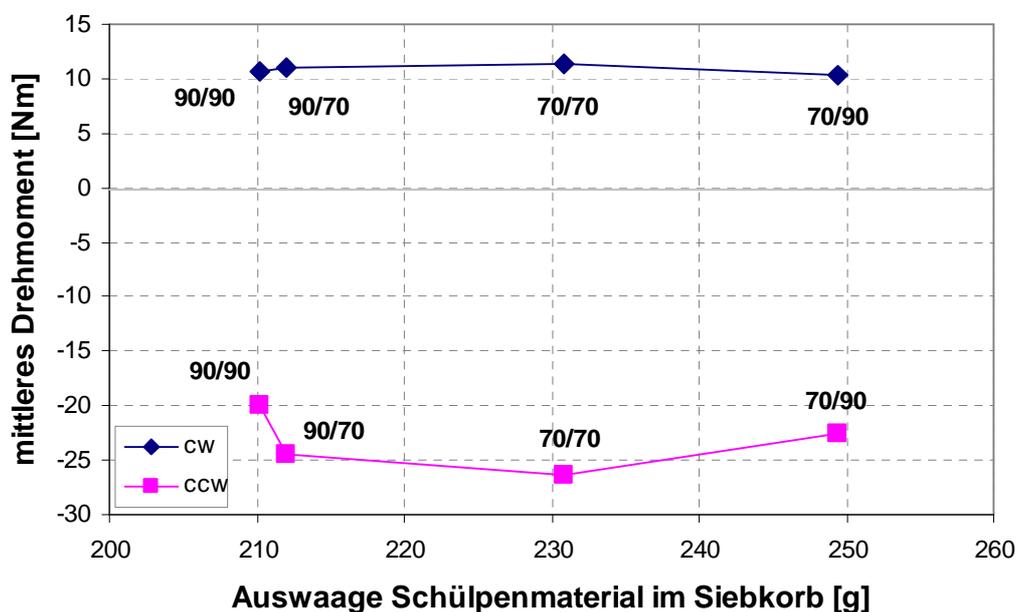


Abb. 4.62. Gegenüberstellung von Drehmoment und zurückgebliebener Masse an Schülpen nach den Versuchen

#### 4.5.8. Signalunterschiede der Drehrichtungen

Alle bisher dargestellten Drehmomentaufnahmen zeigten durchweg ein höher ausfallendes Signal der ccw-Drehrichtung. Änderungen der verschiedenen Parameter konnten zudem meist eher anhand der Drehmomentänderung dieser Drehrichtung detektiert werden. Wie in Abschnitt 4.5.5. erläutert, war eine Theorie für diese Tatsache, dass der rechts montierte Vorbrecher einen erhöhten Widerstand bietet und somit für ein erhöhtes Drehmomentsignal sorgt. Dies konnte jedoch, wie zuvor beschrieben, nicht bestätigt werden.

Selbst bei gleichen Einstellungen von Drehwinkel und Drehzahl fiel das Drehmoment der ccw-Drehrichtung im Vergleich zu demjenigen in cw-Drehrichtung höher aus

(Abb. 4.59., Abb. 4.61.), so dass auch der Einfluss dieser Parameter nicht für dieses Phänomen verantwortlich sein kann. Daher muss die Ursache im Aufbau des Siebkorbs begründet sein: Der Siebkorb inklusive eingespanntem Zerkleinerungssieb weist bei verwendetem Walzenkompaktor eine unsymmetrische Umschlingung des Rotors auf.

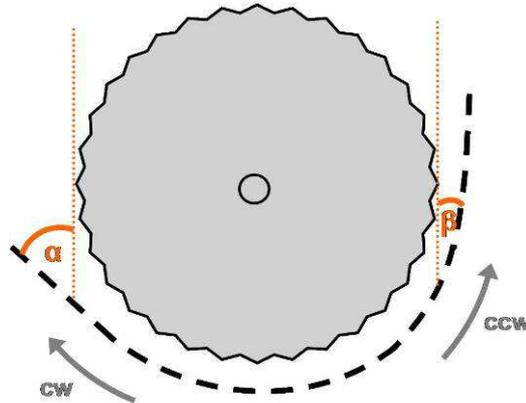


Abb. 4.63. *unsymmetrische Position des Siebkorbs*

Wie in Abb. 4.63. skizziert, ist der Siebkorb so angeordnet, dass er an der rechten Seite geradezu senkrecht entlang des Rotors verläuft, während er auf der linken Seite stärker geneigt verläuft. Dreht der Rotor gegen den Uhrzeigersinn, also in ccw-Drehrichtung, so bewirkt der kleine Winkel zum Sieb, dass der Rotor beim Drücken der Schülpfen gegen das Sieb einen höheren Widerstand erfährt, als es in cw-Drehrichtung der Fall ist. Durch den weiter nach oben ragenden Siebkorb, steht in ccw-Drehrichtung auch eine größere Sieboberfläche zur Schneidreibung zur Verfügung. Die Neigung des Siebs auf der linken Seite bewirkt einen relativ offenen Winkel, wodurch dem zu zerkleinerndem Material und somit dem Rotor weniger Widerstand entgegengesetzt wird. Bei Zerkleinerung in ccw-Drehrichtung muss also zum einen ein größerer Widerstand überwunden werden und zum anderen ist es auch denkbar, dass mehr Schneidreibung und somit auch mehr Zerkleinerung stattfinden. Dies kann das grundsätzlich höhere Drehmoment in ccw-Drehrichtung erklären, sowie die höhere Empfindlichkeit gegenüber Änderungen, denn bei höheren Werten lassen sich generell Schwankungen und Abweichungen besser erkennen.

#### 4.5.9. Zusammenfassung

Die vorangehenden Abschnitte zeigen, dass die variablen Parameter der Zerkleinerungseinheit das Rotor-Drehmoment in unterschiedlichem Maße beeinflussen können.

##### **Mahlspalt:**

Die Änderung des Mahlspalts hat einen signifikanten Einfluss auf das Drehmoment des Rotors. Mit Abnahme der Zerkleinerungseffizienz, die durch zunehmende Mahlspalte hervorgerufen wird, nimmt auch das Drehmomentsignal ab. An dieser Drehmomentabnahme kann man sehen, dass der Rotor bei großen Mahlspalten weniger Arbeit leistet.

##### **Maschenweite:**

Je kleiner die Maschenweite eines Siebs, desto weniger Schülpenbruchstücke werden durch das Sieb gedrückt, so dass es bei hohen Kompaktiergeschwindigkeiten zu einem Produktaufbau im Siebkorb kommen kann. Bei kleinen Maschenweiten muss mehr Arbeit aufgewendet werden, um das zu zerkleinernde Material bis auf eine Partikelgröße zu reduzieren, die klein genug ist, das Sieb passieren zu können [83]. Diese Theorie wird durch die Ergebnisse der Drehmomenterfassung gestützt. Die Maschenweite hat einen signifikanten Einfluss auf das Rotor-Drehmoment, wobei die kleinste Maschenweite das höchste Drehmomentsignal hervorruft. Dass die Abnahme des Drehmoments mit steigender Maschenweite nur bei der ccw-Drehrichtung eindeutig ist, kann an der generell größeren Drehmomentsignaländerung dieser Drehrichtung liegen.

##### **Siebtypen:**

Aufgrund der nur geringen und nur in cw-Drehrichtung festgestellten Unterschiede in den Drehmomentergebnissen überraschen die beobachteten Unterschiede bei der Materialauswaage. Bei Verwendung des Vierkantdrahtsiebs wurde ein geringfügig größeres Drehmoment gemessen und dabei insgesamt weniger Granulat durchgesetzt, als bei Verwendung des Conidurblechs. Eine mögliche Erklärung dafür kann sein - in Anlehnung an den Versuch mit unterschiedlichen Maschenweiten -, dass der Rotor beim Vierkantdrahtsieb mehr Arbeit leisten muss, damit das Material das Sieb passiert. Beim Conidurblech scheint pro Zeiteinheit mehr Material zerkleinert zu werden, obwohl die hauptsächliche Zerkleinerung nur in cw-Drehrichtung stattfindet. Der Rotor scheint in dieser Drehrichtung weniger

Widerstand überwinden zu müssen, so dass das Drehmoment etwas geringer ausfällt, als bei Benutzung des Vierkantdrahtsiebs.

Generell kann man jedoch aus den Ergebnissen schlussfolgern, dass die Auswahl des Siebtyps nur einen vernachlässigbaren Einfluss auf das Drehmoment hat.

### **Siebabnutzung:**

Der Abnutzungsgrad des Siebs hat einen signifikanten Einfluss auf das Drehmoment. Die Ursache dieses Unterschieds lässt sich jedoch nicht abschließend klären: Zwar wurde versucht, die Eindellungen des gebrauchten Siebs durch Mahlspaltanpassungen auszugleichen, jedoch hat die Methode mit den Abstandsblechen Grenzen. Das Anheben des Siebkorbs ist nur bis zu einem gewissen Punkt möglich, da sich sonst Rotor und Sieb an den Punkten berühren, an denen die Unterstützungsverstrebungen verlaufen. Je nach Ausmaß der Siebausbeulung ist es möglich, dass der Mahlspalt nicht mit demjenigen bei Verwendung eines neuen Siebs übereinstimmt und größer ausfällt. Dann ist das Ergebnis mit dem Versuch der unterschiedlichen Mahlspalte zu vergleichen, bei dem bei größerem Mahlspalt das Drehmoment und der Granulatdurchsatz kleinere Werte annahmen. Durch die Ausbeulungen hat man einen erhöhten Abstand zwischen Rotor und Sieb, was sich (wie in Kap. 4.5.1. beschrieben) negativ auf die Zerkleinerungseffizienz auswirkt. Ob sich die Kanten beim gebrauchten Sieb abgenutzt haben und daher die Zerkleinerungseffizienz vermindert war, ist nicht zu klären gewesen. Zumindest weist die Partikelgrößenverteilung der Granulatchargen aus beiden Versuchen keine offensichtlichen Unterschiede auf, was gegen eine unterschiedliche Zerkleinerung spricht.

### **Vorbrecher:**

Die Vorbrecher, die den Siebkorb zu beiden Seiten im Prinzip vom Kompaktierraum abgrenzen, beeinflussen die Zerkleinerung der Schülpen. Dies geht deutlich aus der Partikelgrößenanalyse von Schülpenbruchstücken aus Versuchen mit und ohne Vorbrecher hervor. Die Drehmomentaufnahmen, die bei unterschiedlicher Positionierung der Vorbrecher und unterschiedlichen Granulatoreinstellungen (Drehzahl, Drehgeschwindigkeit, Kraft) gemacht wurden, zeigen, dass die Vorbrecher per se einen Effekt auf das Drehmoment haben. Dies ist daran zu erkennen, dass mitunter durchaus signifikante Unterschiede zwischen den Drehmomentaufnahmen der getesteten Vorbrecherpositionen bestehen. Was allerdings nicht aus den Versuchen hervorgeht, ist eine bestimmte Struktur der

Ergebnisse, die auf immer gleiche Effekte durch die Vorbrecher in der einen oder anderen Position schließen lassen. Dennoch zeigen die Ergebnisse, dass man bei Einsatz der Drehmomentenerfassung zur Prozessüberwachung vermeiden sollte, an der Vorbrecherposition Änderungen vorzunehmen, ohne dies in Form neu zu bildender Referenzwerte zu berücksichtigen. Die Vermutung, dass das generell höhere Drehmomentsignal der ccw-Drehrichtung auf den Vorbrecher zurückzuführen ist, konnte nicht bestätigt werden.

**Drehwinkel:**

Unterschiedliche Drehwinkeleinstellungen haben, zumindest in der ccw-Drehrichtung, einen signifikanten Einfluss auf das Drehmoment des Zerkleinerungsrotors. Die Schlussfolgerung auf den Durchsatz, durch die im Anschluss bestimmten Schülpenmassen im Siebkorb, deckt sich teilweise mit den Ergebnissen von Wiesweg [4]. In dieser Arbeit wurde der Granulatdurchsatz bei der Kompaktierung (bei 5 kN/cm) von MCC (Avicel PH 102) bei u.a. den gleichen Drehwinkeleinstellungen bestimmt, mit folgendem Ergebnis bezüglich des Granulatdurchsatzes:  $200^\circ/200 \geq 350^\circ/200^\circ > 350^\circ/350^\circ = 200^\circ/350^\circ$ . Nach Abb. 4.60. scheint es zwischen der Auswaage an Schülpenmaterial im Siebkorb bzw. dem Granulatdurchsatz und dem Rotor-Drehmoment einen Zusammenhang zu geben. Abgesehen von den Werten aus dem Versuch bei  $350^\circ/200^\circ$ , nimmt das Drehmoment mit steigendem Durchsatz zu. Ein höherer Durchsatz zeigt, dass die Zerkleinerung der Schülpen bei den jeweiligen Drehwinkelwerten effizienter war und mehr Material die Maschen des Vierkantdrahtsiefs passieren konnte. Je besser die Zerkleinerungseffizienz ist, desto höher ist das Drehmoment.

**Drehgeschwindigkeit:**

In ccw-Drehrichtung zeigen die unterschiedlich gewählten Drehgeschwindigkeiten einen signifikanten Einfluss auf das Drehmomentsignal. Bei der Einstellung 70/70 UpM (cw/ccw), die nach Wiesweg [4] den höchsten Granulatdurchsatz erzielt, wurde das höchste Drehmomentsignal aufgenommen. Allerdings ergab das Auswiegen der Schülpenbruchstücke aus dem Siebkorb hier nicht, dass bei dieser Einstellung der Durchsatz am höchsten ist. Da jedoch die bestimmten Schülpenmassen in einem sehr engen Bereich liegen, ist es möglich, dass die hier angewandte Methode zu ungenau ist, um einen Hinweis auf den Granulatdurchsatz zu bekommen. Vergleicht man die Ergebnisse zum Durchsatz aus den Versuchen von Wiesweg [4] mit den in dieser Arbeit aufgenommenen Drehmomenten, ließe sich wieder ein Zusammenhang

zwischen der Höhe des Drehmoments und des Granulatdurchsatzes herleiten:  
 $70/70 = 90/70 > 90/90 > 70/90$ .

Im Vergleich mit den übrigen geprüften Parametern (die Wahl des Siebtyps ausgenommen) ist der Einfluss der Drehgeschwindigkeit auf das Rotor-Drehmoment allerdings gering.

In einem validierten Produktionsprozess werden Parameter, wie z.B. Maschenweite oder Drehwinkel und Drehgeschwindigkeit, nicht verändert. Somit ist der Effekt dieser Einflussfaktoren nur von Belang, wenn der Prozess dahingehend modifiziert wird. Für den modifizierten Prozess müssen dann neue Referenzwerte gebildet werden. Jedoch können sich auch einige der Parameter mit einem ausgeprägten Einfluss auf das Drehmoment während des Herstellungsprozesses ändern: Der Abnutzungsgrad des Siebs hat einen deutlichen Einfluss auf das Drehmoment, so dass man Daten unter Verwendung eines neuen Siebs nicht mit Daten aus einem Prozess mit länger benutztem Sieb vergleichen kann. Als Schlussfolgerung ergibt sich generell eine Beobachtung und Kontrolle des Siebzustands. Auch der Mahlspalt sollte aufgrund seines Effektes auf das Drehmoment regelmäßig kontrolliert werden, da sonst fälschlicherweise auf eine Veränderung der Schülpenfestigkeit geschlossen werden könnte.

Die beschriebenen Versuche zeigen außerdem, dass das Drehmoment Hinweise auf die Zerkleinerungseffizienz oder die Zerkleinerungsarbeit des Rotors liefert. Bei geringer Zerkleinerungseffizienz ist ein kleines Drehmomentsignal zu beobachten und auch der Granulatdurchsatz ist dementsprechend meist gering. Diese Zusammenhänge kann man gut bei den Versuchen zur Variation von Mahlspalt, Siebabnutzung und Drehwinkel sehen. Je mehr Zerkleinerungsarbeit der Rotor leisten muss, um z.B. die Schülpenbruchstücke durch das Sieb zu bekommen, desto größer ist das Drehmomentsignal, so z.B. bei kleinerer Maschenweite. Hier bedeutet ein größeres Drehmomentsignal einen geringeren Granulatdurchsatz.

## 5. Zusammenfassung und Ausblick

Ziel der vorliegenden Arbeit war es, den Einsatz einer Drehmomenterfassung am Rotor der Zerkleinerungseinheit eines Walzenkompaktors als prozesskontrollierende Methode im Hinblick auf die Schülpenfestigkeit zu prüfen. Eine in-line Messmethode der Schülpenfestigkeit bietet die Möglichkeit, das Zwischenprodukt Schülpe zu überwachen und bei eventuell auftretenden Schwankungen frühzeitig durch Gegenmaßnahmen, wie z.B. Anpassung der spezifischen Kompaktierkraft, nachzuregulieren. Somit kann das Endprodukt Granulat in konstanter Qualität produziert werden.

Bei den Parametern, die auf ihren Einfluss auf das Drehmoment untersucht wurden, wurden zunächst Faktoren der Kompaktiereinheit berücksichtigt, mit eingehender Betrachtung der Schülpenfestigkeit. Im Anschluss wurde die Rolle der verschiedenen Variablen der Zerkleinerungseinheit analysiert. Mit der Kenntnis, wie sich die diversen Kenngrößen auf das Drehmoment auswirken, soll bewertet werden, inwieweit diese, bei einem Einsatz der Drehmomentmessung als Messmethode, außer Acht gelassen werden können oder aufgrund möglicher Effekte die Aussage über die Schülpenfestigkeit verfälschen würden. Der Einfluss aller untersuchten Faktoren wurde mit statistischen Methoden auf Signifikanz geprüft.

### Einflussfaktoren der Kompaktiereinheit

Die wesentliche Einflussgröße, die hier betrachtet wurde, ist die Schülpenfestigkeit. Durch Variation der Kompaktierkraft wurden Schülpen unterschiedlicher Festigkeit geprüft. Je fester die Schülpen sind, desto höher ist das gemessene Rotor-Drehmoment. Im überprüften Bereich lassen sich die unterschiedlich festen Schülpen zudem signifikant durch das Drehmoment unterscheiden. Dass die Festigkeit bei Veränderung der Kompaktierkraft tatsächlich der verändernde Faktor ist, konnte durch die Kompaktierung von überschmierter mikrokristalliner Cellulose im Vergleich zu normal geschmiertem Material zeigen. Eine testweise Berechnung der Schülpenfestigkeiten anhand der einzelnen gemessenen Drehmomentsignale weist darauf hin, dass bei verwendetem Hilfsstoff eine Festigkeitsänderung größer 0,1 MPa verlässlich anhand des Drehmoments detektierbar ist. Darüber hinaus können Unterschiede zwischen verschiedenen Chargen des zu kompaktierenden Materials durch die Drehmomentänderung (zumindest in ccw-Drehrichtung) erkannt werden.

Somit kann anhand des Drehmoments eine Anpassung durchgeführt werden, um z.B. eine vorgegebene Spezifikation zu erfüllen: Wird bei einer zweiten Charge ein geringeres Drehmoment festgestellt, wird die Anpassungsmaßnahme eine Erhöhung der Kompaktierkraft sein, bis das Drehmoment das gleiche Level erreicht, wie bei Kompaktierung der ersten Charge. Durch die Krafterhöhung nimmt die Schülpendichte zu, was gleichzeitig zu einer geringen Erhöhung des Schülpendurchsatzes führt. Um die gleiche Festigkeit auch bei gleichem Durchsatz zu erhalten, wird empfohlen, die Rollendrehzahl um den Prozentsatz der Durchsatz-erhöhung zu erniedrigen.

Um zu überprüfen, ob weitere Faktoren einen Effekt ähnlichen Ausmaßes auf das Drehmoment haben und somit eine Missdeutung bezüglich der Schülpenfestigkeit zur Folge hätten, wurde als nächstes die Schülpenmenge näher betrachtet. Ein Anstieg der zu zerkleinernden Schülpenmenge wird beispielsweise, mit Blick auf die Kompaktiereinheit, durch eine Erhöhung der Rollendrehzahl verursacht. Durch höhere Rollendrehzahlen wird zwar auch die Verdichtungszeit des Pulvers zwischen den Walzen verringert, doch ist der Effekt auf die Schülpenfestigkeit bei der eingesetzten mikrokristallinen Cellulose und den getesteten Rollengeschwindigkeiten vernachlässigbar. Somit wird durch den erhöhten Schülpendurchsatz tatsächlich allein eine Veränderung der Menge erfasst. Je mehr frisch kompaktierte Schülpen in den Granulator gelangen, desto mehr Zerkleinerungsarbeit hat der Rotor zu leisten, was anhand des Drehmomentanstiegs abgelesen werden kann. Die Veränderung der Rollendrehzahl hat einen signifikanten Einfluss auf das Rotor-Drehmoment, was für den Einsatz der Drehmomentmessung als in-line Messmethode der Schülpenfestigkeit lediglich zur Folge hat, dass während des Prozesses die Rollendrehzahl nicht erhöht werden darf und Messergebnisse aus Prozessen mit unterschiedlichen Walzengeschwindigkeiten nicht per se miteinander verglichen werden dürfen.

Auch bei Betrachtung der Zerkleinerungseinheit spielt die Schülpenmenge eine Rolle. Im Siebkorb kann die Menge an vorgebrochenen Schülpenbruchstücken zunehmen, wenn bei ungenügender Zerkleinerungseffizienz der Granulatdurchsatz im Vergleich zum Schülpendurchsatz deutlich geringer ist. Angestrebt wird generell ein möglichst hoher Granulatdurchsatz bzw. ein Gleichgewicht zwischen Schülpen- und Granulatdurchsatz, so dass der Siebkorbfüllgrad weitgehend konstant gehalten

wird und somit das Rotor-Drehmoment nicht beeinflussen kann. Ist ein solch konstanter Zerkleinerungsprozess allerdings nicht möglich und der Füllgrad nimmt deutlich zu, wird das Drehmoment durch die erhöhte Schülpenmenge ansteigen. Dies ist auf einen Anstieg an Brucharbeit zurückzuführen, denn der Effekt allein durch die Hin- und Herbewegung des Materials durch den Rotor ist, wie im Ergebnisteil dargestellt (*siehe* Kap. 4.4.3.2.), vernachlässigbar. Der Einfluss eines Füllgradanstiegs auf das Drehmoment ist jedoch deutlich geringer, als eine Erhöhung des Schülpendurchsatzes: Die Zerkleinerung von Schülpenbruchstücken wirkt sich in geringerem Ausmaß aus, da der Bruch frisch kompakterer Schülpen einen deutlich größeren Anteil an der Gesamtzerkleinerung hat. Dennoch sollte ein gleichmäßiger Füllgrad im Siebkorb angestrebt werden, um Abweichungen des Drehmoments zu minimieren.

#### Einflussfaktoren der Zerkleinerungseinheit

Ähnlich wie die Rollendrehzahl werden die meisten Granulatorparameter in einem validierten Produktionsprozess nicht verändert, so dass ihr Einfluss auf das Rotor-Drehmoment lediglich von Bedeutung ist, wenn diese Variablen und somit auch der Prozess verändert werden. In einem solchen Fall müssen neue Referenzwerte für das Drehmoment erstellt werden, um falsche Rückschlüsse auf die Schülpenfestigkeit zu vermeiden. Dies gilt für folgende Faktoren, die das Rotor-Drehmoment deutlich beeinflussen, wie den Mahlspace, die Siebmaschenweite, die Vorbrecher und der Drehwinkel. Der Effekt des ausgewählten Siebtyps, als auch der Rotorgeschwindigkeit ist hingegen minimal. Allerdings gibt es auch beeinflussende Faktoren, die während des Kompaktierprozesses unkontrolliert variieren können. Hierzu zählt der Abnutzungsgrad des Siebs und auch der Mahlspace kann dazu gezählt werden, wenn sich während der Kompaktierung der Exzenter zur Mahlspaceinstellung lockert. Aufgrund des sich möglicherweise ändernden Mahlspace sollte dieser in regelmäßigen Abständen kontrolliert werden. Bezüglich des Abnutzungsgrads kann, da nicht geklärt werden konnte, welcher Abnutzungseffekt des Siebs letztendlich für den ausgeprägten Einfluss auf das Rotor-Drehmoment verantwortlich ist (Ausbeulung des Siebs oder eventuelle Abnutzung der Siebkanten, *siehe* Kap. 4.5.4.), nur empfohlen werden, Messdaten, gewonnen bei Verwendung älterer Siebe, nicht mit jenen bei Verwendung fabrikneuer Siebe zu vergleichen. Eine Möglichkeit eine Vergleichbarkeit zu

erreichen, wäre eine mechanische Beanspruchung fabrikneuer Siebe zu Beginn ihrer Nutzung in der Weise, dass sie im Grad der Ausbeulung ihrer Oberfläche dem zuvor verwendeten Sieb gleichen. Eine solche künstliche Alterung des Siebes dürfte die Zerkleinerungswirkung des Siebs nicht beeinflussen, hingegen aber verhindern, dass unterschiedliche Drehmomentdaten aufgrund unterschiedlicher Abstände zwischen Sieb und Rotor resultieren.

Durch die Untersuchung der verschiedenen Granulatorparameter, haben sich zudem weitere Optionen für eine in-line Drehmomentmessung ergeben: So ist beispielsweise der Einfluss des Siebzustands auch in umgekehrter Weise nutzbar, indem bei kontinuierlichen Prozessen über das Drehmoment der Siebzustand überprüft wird, um ab einem vorher festgelegten Grenzwert des Drehmoments einen Siebwechsel vorzunehmen. Darüber hinaus zeigten einige Versuche einen Zusammenhang zwischen der Zerkleinerungseffizienz und der Höhe des Drehmoments. Eine Zunahme des Drehmoments spiegelte eine gesteigerte Zerkleinerungseffizienz wider, die durch eine Erhöhung des Granulatdurchsatzes gekennzeichnet war. Diese Beziehung ließe sich auch dahingehend verwenden, um das Drehmoment für eine Durchsatzoptimierung heranzuziehen.

Die Erfassung des Rotor-Drehmoments ist nach den gemachten Beobachtungen ein zusätzliches informatives Werkzeug, um den Kompaktierprozess durchschaubarer und besser kontrollierbar zu machen. Eine Überwachung der Schülpenfestigkeit ist prinzipiell möglich, so dass eine Implementierung einer solchen Messmethode im System eine sinnvolle Maßnahme im Hinblick auf einen konstanten Prozess darstellt. Darüber hinaus liefert das Drehmoment weitere Informationen zur Zerkleinerung der Schülpen. Die Anwendbarkeit der Drehmomentmessung bei Einsatz weiterer Hilfsstoffe und Mischungen sollte durch weiterführende Untersuchungen überprüft werden.

## 6. Anhang

### 6.1. Verwendete Geräte

| Gerätebezeichnung                                                   | Hersteller/Lieferant                                  | Seriennummer |
|---------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------|--------------|
| Macro-Pactor GMP Polygran<br>250/100/3                              | Gerteis Maschinen + Processengineering<br>AG, CH-Jona | M 1100       |
| Flexitab,<br>pneumohydraulische<br>Tablettenpresse                  | Röntgen GmbH & Co. KG, D-Solingen                     | Prototyp     |
| Probenteiler PT 100                                                 | Retsch GmbH, D-Haan                                   | 90405001     |
| Siebmaschine Vibro                                                  | Retsch GmbH, D-Haan                                   | 66700        |
| Tablettenbohrer<br>Tablet Hardness Distribution<br>Tester Type TH-3 | Bayer Leverkusen, D-Leverkusen                        | BAY 528001   |
| Rhönradmischer Typ<br>RRM100/1.4541                                 | J. Engelsmann AG, D-Ludwigshafen                      | 67544        |
| Präzisionswaage LC6200S                                             | Sartorius AG, D-Göttingen                             | /            |
| Präzisionswaage PB 3002-S<br>Delta Range                            | Mettler-Toledo AG, CH-Greifensee                      | 1120470882   |
| Bodenwaage Spider SW                                                | Mettler-Toledo AG, CH-Greifensee                      | B150/A       |
| LabView 8.6                                                         | National Instruments, Austin, USA                     | /            |
| NI USB-6009 Mess- und<br>Steuermodul                                | National Instruments Germany GmbH,<br>D-München       |              |

### 6.2. Verwendete Substanzen

| Substanzen                    | Handelsname     | Hersteller/Lieferant                                                                                         | Ch.B.                    |
|-------------------------------|-----------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------|
| Mikrokristalline<br>Cellulose | Microcel MC 101 | Blanver Farmoquimica Ltda.,<br>Taboão da Serra - São Paulo,<br>Brasilien/Lehmann & Voss & Co.<br>KG, Hamburg | LOT 313/08<br>LOT 628/09 |
| Magnesiumstearat              | PharmaVeg       | Baerlocher GmbH,<br>D-Unterschleissheim                                                                      | COD 600017               |

**6.3. Pyknometrisch ermittelte Partikeldichte**

| Excipient                 |                      | Ch.-B.             | Partikeldichte [g/cm <sup>3</sup> ] |
|---------------------------|----------------------|--------------------|-------------------------------------|
| Microcel 101              | Charge 1             | 313/08             | 1,5735 ± 0,0016                     |
| Microcel 101              | Charge 2             | 628/09             | 1,5633 ± 0,0017                     |
| Microcel 101 +<br>1% MgSt | normal<br>geschmiert | 628/09 +<br>600017 | 1,5576 ± 0,0012                     |
| Microcel 101 +<br>1% MgSt | überschmiert         | 628/09 +<br>600017 | 1,5463 ± 0,001                      |

## 7. Literaturverzeichnis

- [1] A. Friedrich, "Dry agglomeration using compaction", *Life Science Today*, Bd. 51, S. 18-19, 2000.
- [2] *GMP-Berater Online-Version*. Schopfheim: Maas und Peither GMP-Verl., 2000.
- [3] U.S. Department of Health and Human Services, Center for Veterinary Medicines (CVM) and Office of Regulatory Affairs, "Guidance for Industry PAT - A Framework for Innovative Pharmaceutical Development, Manufacturing, and Quality Assurance", *Pharmaceutical CGMPs*, 2004.
- [4] S. Wiesweg, "Einflussfaktoren des Walzenkompaktierprozesses auf die Partikelgrößenverteilung von Granulaten", Dissertation, Rheinische Friedrich-Wilhelms-Universität, Bonn, 2009.
- [5] R. Voigt, *Pharmazeutische Technologie*, 9. Aufl., Stuttgart: Deutscher Apotheker Verlag, 2000.
- [6] R. W. Miller, "Roller compaction technology", in : *D. M. Parikh, Handbook of pharmaceutical granulation technology*, 2. Aufl., New York: Taylor & Francis, 2005, S. 159-190.
- [7] W. A. Ritschel und A. Bauer-Brandl, *Die Tablette : Handbuch der Entwicklung, Herstellung und Qualitätssicherung*, 2. Aufl., Aulendorf: ECV - Editio Cantor Verlag, 2002.
- [8] P. Serno, P. Kleinebudde, und K. Knop, *Granulieren : Grundlagen, Verfahren, Formulierungen*, Aulendorf: ECV - Editio-Cantor-Verl., 2007.
- [9] G. Shlieout, R. F. Lammens und P. Kleinebudde, "Dry granulation with a roller compactor. Part I: The functional units and operation modes", *Pharmaceutical Technology Europe*, Bd. 12, Nr. 11, S. 24-35, 2000.
- [10] P. J. Sheskey, T. D. Cabelka, R. T. Robb und B. M. Boyce, "Use of roller compaction in the preparation of controlled - release hydrophilic matrix tablets containing methylcellulose and hydroxypropyl methylcellulose polymers", *Pharmaceutical Technology*, Bd. 18, Nr. 9, S. 132-150, 1994.
- [11] P. Kleinebudde, "Roll compaction/dry granulation: pharmaceutical applications", *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, Bd. 58, Nr. 2, S. 317-326, 2004.

- [12] S. K. Kochhar, M. H. Rubinstein and D. Barnes, "The effects of slugging and recompression on pharmaceutical excipients", *International Journal of Pharmaceutics*, Bd. 115, Nr. 1, S. 35-43, 1995.
- [13] L. Farber et al., "Unified compaction curve model for tensile strength of tablets made by roller compaction and direct compression", *International Journal of Pharmaceutics*, Bd. 346, Nr. 1-2, S. 17-24, 2008.
- [14] M. Herting und P. Kleinebudde, "Studies on the reduction of tensile strength of tablets after roll compaction/dry granulation", *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, Bd. 70, Nr. 1, S. 372-379, 2008.
- [15] S. Malkowska und K. A. Khan, "Effect of recompression on the properties of tablets prepared by dry granulation", *Drug Development and Industrial Pharmacy*, Bd. 9, Nr. 3, S. 331-347, 1983.
- [16] C. Sun und M. W. Himmelpach, "Reduced tabletability of roller compacted granules as a result of granule size enlargement", *Journal of Pharmaceutical Sciences*, Bd. 95, Nr. 1, S. 200-206, 2006.
- [17] S.-J. Wu und C. Sun, "Insensitivity of compaction properties of brittle granules to size enlargement by roller compaction", *Journal of Pharmaceutical Sciences*, Bd. 96, Nr. 5, S. 1445-1450, 2007.
- [18] T. Kuntz, M. A. Schubert und P. Kleinebudde, "Increased compactibility of acetames after roll compaction", *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, Bd. 77, Nr. 1, S. 164-169, 2011.
- [19] A. M. Falzone, G. E. Peck und G. P. McCabe, "Effects of changes in roller compactor parameters on granulations produced by compaction", *Drug Development and Industrial Pharmacy*, Bd. 18, Nr. 4, S. 469-489, 1992.
- [20] A. D. Salmon, H. J. Hounslow und J. P. K. Seville, Hrsg., *Handbook of Powder Technology, Vol. 11 - Granulation*, 1. Aufl., Amsterdam, Boston: Elsevier, 2007.
- [21] J. R. Johanson, "A rolling theory for granular solids", *ASME, Journal of Applied Mechanics*, Bd. 32, Nr. 4, S. 842-848, 1965.
- [22] F. R. Dehont, P. M. Hervieu, E. Jerome, A. Delacourte und J. C. Guyot, "Briquetting and Granulation by Compaction New Granulator-Compactor for the Pharmaceutical Industry", *Drug Development and Industrial Pharmacy*, Bd. 15, Nr. 14-16, S. 2245-2263, 1989.
- [23] G. Bindhumadhavan, J. Seville, M. Adams, R. Greenwood und S. Fitzpatrick, "Roll compaction of a pharmaceutical excipient: Experimental validation of rolling

- theory for granular solids”, *Chemical Engineering Science*, Bd. 60, Nr. 14, S. 3891-3897, 2005.
- [24] W. Bakele, “Grundlagen, Methoden und Technik der Trockengranulierung”, *Chemie Ingenieur Technik*, Bd. 64, Nr. 3, S. 273-275, 1992.
- [25] M. C. Adeyeye, “Roller compaction and milling pharmaceutical unit processes: part I”, *American Pharmaceutical Review*, Nr. 3, S. 37-42, 2000.
- [26] R. F. Lammens und C. Pörtner, “Control of Production Quality During Dry Granulation with Roll Compactors”, presented at the Proceedings of 3<sup>rd</sup> World Meeting APV/APGI, Berlin, Germany, 2000.
- [27] H. T. Busies, “Dichteverteilung in Schülpen”, Dissertation, Rheinische Friedrich-Wilhelms-Universität, Bonn, 2006.
- [28] S. Peter, R. F. Lammens und K. J. Steffens, “Roller compaction/Dry granulation: Use of the thin layer model for predicting densities and forces during roller compaction”, *Powder Technology*, Bd. 199, Nr. 2, S. 165-175, 2010.
- [29] F. Bicane, “Trockengranulation mit Hilfe des Micropactor: Basisuntersuchungen zur Walzenkompaktierung”, Dissertation, Rheinische Friedrich-Wilhelms-Universität, Bonn, 2003.
- [30] S. Inghelbrecht und J. P. Remon, “The roller compaction of different types of lactose”, *International Journal of Pharmaceutics*, Bd. 166, Nr. 2, S. 135-144, 1998.
- [31] B. Rambali, L. Baert, E. Jans und D. L. Massart, “Influence of the roll compactor parameter settings and the compression pressure on the buccal bio-adhesive tablet properties”, *International Journal of Pharmaceutics*, Bd. 220, Nr. 1-2, S. 129-140, 2001.
- [32] G. Shlieout, R. F. Lammens, P. Kleinebudde und M. Bultmann, “Dry granulation with a roller compactor. Part II: Evaluating the operation modes”, *Pharmaceutical Technology Europe*, Bd. 14, Nr. 2, S. 32-39, 2002.
- [33] S. Wiesweg, “Dry granulation: parameter influencing the particle size of roller-compacted flakes”, presented at the 6<sup>th</sup> World Meeting on Pharmaceutics, Biopharmaceutics and Pharmaceutical Technology, Barcelona, Spain, 2008.
- [34] A. M. Miguélez-Morán, C.-Y. Wu, H. Dong und J. P. K. Seville, “Characterisation of density distributions in roller-compacted ribbons using micro-indentation and X-ray micro-computed tomography”, *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, Bd. 72, Nr. 1, S. 173-182, 2009.

- [35] C. Nyström, G. Alderborn, M. Duberg und P.-G. Karehill, "Bonding Surface area and Bonding Mechanism-Two Important Factors for the Understanding of Powder Comparability", *Drug Development and Industrial Pharmacy*, Bd. 19, Nr. 17-18, S. 2143-2196, 1993.
- [36] A. Zinchuk, M. P. Mullarney und B. C. Hancock, "Simulation of roller compaction using a laboratory scale compaction simulator", *International Journal of Pharmaceutics*, Bd. 269, Nr. 2, S. 403-415, 2004.
- [37] B. C. Hancock, J. T. Colvin, M. P. Mullarney und A. V. Zinchuk, "The Relative Densities of Pharmaceutical Powders, Blends, Dry Granulations, and Immediate-Release Tablets", *Pharmaceutical Technology*, Bd. 27, April, S. 64-80, 2003.
- [38] G. Reynolds, R. Ingale, R. Roberts, S. Kothari und B. Gururajan, "Practical Application of Roller Compaction Process Modeling", *Computers & Chemical Engineering*, Bd. 34, Nr. 7, S. 1049-1057, 2010.
- [39] J. A. Brudy, "Systematische Rezeptentwicklung für die Walzenkompaktierung", Dissertation, Ruprecht-Karls-Universität, Heidelberg, 2007.
- [40] F. Wöll, "Entwicklung von Methoden zur Charakterisierung von Schülpen", Dissertation, Martin-Luther-Universität, Halle-Wittenberg, 2003.
- [41] S. Peter, "Walzenkompaktierung: Untersuchungen zur Homogenisierung der Schülpendichte und Entwicklung eines Vorhersagemodells auf der Basis von Tablettversuchen", Dissertation, Rheinische Friedrich-Wilhelms-Universität, Bonn, 2010.
- [42] T. A. Vendola und B. C. Hancock, "The Effect of Mill Type on Two Dry-Granulated Placebo Formulations", *Pharmaceutical Technology*, Bd. 32, Nr. 11, S. 72-86, 2008.
- [43] H. T. Busies, "Trockengranulation mit Hilfe der Walzenkompaktierung", Diplomarbeit, Rheinische Friedrich-Wilhelms-Universität, Bonn, 2001.
- [44] A. Gupta, G. E. Peck, R. W. Miller und K. R. Morris, "Nondestructive measurements of the compact strength and the particle-size distribution after milling of roller compacted powders by near-infrared spectroscopy", *Journal of Pharmaceutical Sciences*, Bd. 93, Nr. 4, S. 1047-1053, 2004.
- [45] A. Gupta, G. E. Peck, R. W. Miller und K. R. Morris, "Real-time near-infrared monitoring of content uniformity, moisture content, compact density, tensile strength, and young's modulus of roller compacted powder blends", *Journal of Pharmaceutical Sciences*, Bd. 94, Nr. 7, S. 1589-1597, 2005.

- [46] A. Gupta, G. E. Peck, R. W. Miller und K. R. Morris, "Influence of ambient moisture on the compaction behavior of microcrystalline cellulose powder undergoing uni-axial compression and roller-compaction: A comparative study using near-infrared spectroscopy", *Journal of Pharmaceutical Sciences*, Bd. 94, Nr. 10, S. 2301-2313, 2005.
- [47] A. M. Miguélez-Morán, "Roller compaction of pharmaceutical ingredients", Dissertation, Ruprecht-Karls-Universität , Heidelberg, 2009.
- [48] F. Freitag, K. Reincke, J. Runge, W. Grellmann und P. Kleinebudde, "How do roll compaction/dry granulation affect the tableting behaviour of inorganic materials? Microhardness of ribbons and mercury porosimetry measurements of tablets", *European Journal of Pharmaceutical Sciences*, Bd. 22, Nr. 4, S. 325-333, 2004.
- [49] A. Gupta, G. E. Peck, R. W. Miller und K. R. Morris, "Effect of the variation in the ambient moisture on the compaction behavior of powder undergoing roller-compaction and on the characteristics of tablets produced from the post-milled granules", *Journal of Pharmaceutical Sciences*, Bd. 94, Nr. 10, S. 2314-2326, 2005.
- [50] Y. Funakoshi, T. Asogawa und E. Satake, "The use of a Novel Roller Compactor with a Concavo-Convex Roller pair to Obtain Uniform Compacting Pressure", *Drug Development and Industrial Pharmacy*, Bd. 3, Nr. 6, S. 555-573, 1977.
- [51] R. J. Lantz, "Size reduction", in : *H. A. Liebermann, L. Lachman, J. B. Schwartz, Pharmaceutical Dosage Forms: Tablets Vol. 2*, New York: Marcel Dekker, 1990, S. 107-157.
- [52] D. E. Fonner, N. R. Anderson und G. S. Banker, "Granulation and tablet characteristics", in : *H. A. Liebermann, L. Lachman, J. B. Schwartz, Pharmaceutical Dosage Forms: Tablets Vol. 2*, New York: Marcel Dekker, 1981, S. 201.
- [53] K. H. Bauer, K.-H. Frömmling und C. Führer, *Lehrbuch der Pharmazeutische Technologie*, 8. Aufl., Stuttgart: Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft, 2006.
- [54] E. L. Parrott, "Milling of pharmaceutical solids", *Journal of Pharmaceutical Sciences*, Bd. 63, Nr. 6, S. 813-829, 1974.

- [55] J. J. Motzi und N. R. Anderson, "The quantitative evaluation of a granulation milling process II. Effect of output screen size, mill speed and impeller shape", *Drug Development and Industrial Pharmacy*, Bd. 10, Nr. 5, S. 713-728, 1984.
- [56] H. Rumpf, "Die Einzelkornzerkleinerung als Grundlage einer technischen Zerkleinerungswissenschaft", *Chemie Ingenieur Technik*, Bd. 3, Nr. 37, S. 187-202, 1965.
- [57] W. Nolting, *Grundkurs Theoretische Physik 1: Klassische Mechanik*, 8. Aufl., Berlin, Heidelberg: Springer, 2007.
- [58] S. R. Ghanta, R. Srinivas und C. T. Rhodes, "Use of Mixer-Torque Measurements as an Aid to Optimizing Wet Granulation Process", *Drug Development and Industrial Pharmacy*, Bd. 10, Nr. 2, S. 305-311, 1984.
- [59] M. Köster und M. Thommes, "In-line dynamic torque measurement in twin-screw extrusion process", *Chemical Engineering Journal*, Bd. 164, Nr. 2-3, S. 371-375, 2010.
- [60] R. Randegger, G. Imanidis, R. D. Juch, G. Birrenbach und H. Leuenberger, "Prozess-Monitoring bei der Emulsionsherstellung : Drehmomentmessung als In-Prozess-Kontrolle bei der Emulsionsherstellung", *Pharm. Ind.*, Bd. 56, Nr. 7, S. 648-654, 1994.
- [61] R. F. Lammens und S. Wiesweg, „Vertiefungsworkshop Trockengranulation“, Gerteis AG, Jona, Schweiz, April 2010.
- [62] R. Hänsel und O. Sticher, Hrsg., *Pharmakognosie - Phytopharmazie*, 9. Aufl., Heidelberg: Springer, 2009.
- [63] R. C. Rowe, P. J. Sheskey und S. C. Owen, Hrsg., *Handbook of pharmaceutical excipients*, 5. Aufl., London, Greyslake IL, Washington DC: Pharmaceutical Press, American Pharmacists Association, 2006.
- [64] R. F. Shangraw und D. A. Demarest, "A survey of current industrial practices in the formulation and manufacture of tablets and capsules", *Pharmaceutical Technology*, Bd. 17, Nr. 1, S. 32-38, 1993.
- [65] S. T. David und L. L. Augsburg, "Plastic flow during compression of directly compressible fillers and its effect on tablet strength", *Journal of Pharmaceutical Sciences*, Bd. 66, S. 155-159, 1977.
- [66] *Europäisches Arzneibuch, Monographien K - Z*, 6. Ausg., Grundwerk 2008., Stuttgart: Deutscher Apotheker Verlag, 2008.

- [67] G. K. Bolhuis, C. F. Lerk, H. T. Zijlstra und A. H. de Boer, "Film formation by magnesium stearate during mixing and its effect on tableting", *Pharmaceutisch Weekblad*, Bd. 110, Nr. 16, S. 317-325, 1975.
- [68] K. A. Khan, P. Musikabhumma und M. H. Rubinstein, "The effect of mixing time of magnesium stearate on the tableting properties of dried microcrystalline cellulose", *Pharmaceutica Acta Helvetiae*, Bd. 58, Nr. 4, S. 109-111, 1983.
- [69] Engelsmann, Produktinformation Rhönradmischer RRM,  
[http://www.engelsmann.de/uploads/media/Rhoenradmischer\\_01.pdf](http://www.engelsmann.de/uploads/media/Rhoenradmischer_01.pdf),  
Abruf: 27.02.2011.
- [70] M. Viana, P. Jouannin, C. Pontier und D. Chulia, "About pycnometric density measurements", *Talanta*, Bd. 57, Nr. 3, S. 583-593, 2002.
- [71] Gerteis, Produktinformation Macro-Pactor,  
[http://www.gerteis.com/\\_files/data/Gerteis\\_Marco\\_Pactor\\_Web\\_de.pdf](http://www.gerteis.com/_files/data/Gerteis_Marco_Pactor_Web_de.pdf),  
Abruf: 23.08.2010.
- [72] M. H. Pahl und R. Numrich, "Vergleichende Untersuchungen an Drehproben-  
teilern", *Aufbereitungstechnik*, Bd. 25, Nr. 11, S. 634-644, 1984.
- [73] Röltgen, Produktinformation Flexitab,  
[http://www.roeltgen.de/pdfdeutsch150/Seite%20103-2004Flexitab\\_de.pdf](http://www.roeltgen.de/pdfdeutsch150/Seite%20103-2004Flexitab_de.pdf),  
Abruf: 27.02.2011.
- [74] J. T. Fell und J. M. Newton, "Determination of tablet strength by the diametral-  
compression test", *Journal of Pharmaceutical Sciences*, Bd. 59, Nr. 5, S. 688-  
691, 1970.
- [75] Siemens, Projektierungsanleitung SIMODRIVE 611 Drehstrom-Servomotoren  
1FT5,  
[http://www.automation.siemens.com/doconweb/pdf/SINUMERIK\\_SIMODRIVE\\_09\\_2009\\_D/PFT5.pdf?p=1](http://www.automation.siemens.com/doconweb/pdf/SINUMERIK_SIMODRIVE_09_2009_D/PFT5.pdf?p=1)  
Abruf: 26.04.2011.
- [76] J. Fox, "Getting Started With the R Commander: A Basic-Statistics Graphical  
User Interface to R", *Journal of Statistical Software*, Bd. 14, Nr. 9, S. 1-42, 2005.
- [77] L. Sachs und J. Hedderich, *Angewandte Statistik : Methodensammlung mit R*,  
13. Aufl., Berlin: Springer, 2009.
- [78] L. Fahrmeir, *Statistik: Der Weg zur Datenanalyse*, 5. Aufl., Berlin, Heidelberg :  
Springer, 2007.

- [79] J. Gross, *Grundlegende Statistik mit R*, 1. Aufl., Wiesbaden: Vieweg Teubner, 2010.
- [80] H.-P. Piepho, "An algorithm for a letter-based representation of all-pairwise comparisons", *Journal of Computational and Graphical Statistics*, Bd. 13, Nr. 2, S. 456-466, 2004.
- [81] J. Albers, P. Kleinebudde und K. Knop, "Brand-to-brand and batch-to-batch uniformity of microcrystalline cellulose in direct tableting with a pneumohydraulic tablet press", *Pharm. Ind.*, Bd. 68, Nr. 12, S. 1420-1428, 2006.
- [82] J. Farrenkopf, "Relevant aspects of roller compaction covering the impact of excipients, milling devices, fines and feasibility prediction", Dissertation, Ruprecht-Karls-Universität , Heidelberg, 2009.
- [83] J. E. Byers und G. E. Peck, "The effect of mill variables on a granulation milling process", *Drug Development and Industrial Pharmacy*, Bd. 16, Nr. 11, S. 1761-1779, 1990.

## 8. Abkürzungsverzeichnis

|                        |                                                               |
|------------------------|---------------------------------------------------------------|
| Abb.                   | Abbildung                                                     |
| A/D                    | Analog/Digital                                                |
| ANOVA                  | analysis of variance, Varianzanalyse                          |
| AUC                    | area under the curve, Fläche unter der Kurve                  |
| b                      | Breite der Pulversäule beim Einzug                            |
| bit                    | binary digit                                                  |
| bzw.                   | beziehungsweise                                               |
| cm                     | Zentimeter                                                    |
| cw                     | clockwise, Drehrichtung im Uhrzeigersinn                      |
| ccw                    | counter-clockwise, Drehrichtung gegen den Uhrzeigersinn       |
| D                      | Durchmesser                                                   |
| d.h.                   | das heißt                                                     |
| F                      | Bruchkraft [N]                                                |
| FBRM                   | Focused Beam Reflectance Measurement                          |
| $F_{\text{hydraulik}}$ | aufgewendete Kraft der Hydraulik                              |
| $F_i$                  | Kraft, um eine Schicht im Schichtenmodell zu verdichten       |
| $F_n$                  | Kraft, um n Schichten im Schichtenmodell zu verdichten        |
| $f_n$                  | Faktor der Drehzahl-Drehmoment-Beziehung; n = Arbeitsdrehzahl |
| $F_{\text{tot}}$       | berechnete Gesamtkraft im Schichtenmodell                     |
| g                      | Gramm                                                         |
| G od. g                | Spaltbreite [mm]                                              |
| Gl.                    | Gleichung                                                     |
| GMP                    | Good Manufacturing Practice, Gute Herstellungspraxis          |
| h                      | Stunde                                                        |
| h                      | Höhe; Steghöhe bei Tabletten                                  |
| $H_0$                  | Nullhypothese                                                 |
| $H_1$                  | Alternativhypothese                                           |
| Hz                     | Hertz, SI-Einheit für Frequenz                                |
| $I_N$                  | Nennstrom                                                     |
| i                      | Übersetzungsfaktor Getriebe                                   |
| l                      | Länge                                                         |
| l                      | Liter                                                         |

|                    |                                                                |
|--------------------|----------------------------------------------------------------|
| Kap.               | Kapitel                                                        |
| kg                 | Kilogramm                                                      |
| kN                 | Kilonewton                                                     |
| kN/cm              | Kilonewton pro Zentimeter; spezif. Kompaktierkraft             |
| $k_T$              | Drehmomentkonstante                                            |
| M                  | Drehmoment                                                     |
| $M_n$              | Drehmoment bei Arbeitsdrehzahl                                 |
| $M_N$              | Drehmoment bei Nenndrehzahl                                    |
| $M_R$              | Rotordrehmoment                                                |
| MC                 | Microcel                                                       |
| MCC                | mikrokristalline Cellulose                                     |
| MgSt               | Magnesiumstearat                                               |
| min                | Minuten                                                        |
| mm                 | Millimeter                                                     |
| m/m                | Masseprozent                                                   |
| MPa                | Megapascal (1 MPa entspr. $1\text{N/mm}^2$ )                   |
| m/t                | Masse pro Zeit (Durchsatz) [g]                                 |
| MW                 | Mittelwert                                                     |
| N                  | Newton                                                         |
| Nm                 | Newtonmeter                                                    |
| $\text{N/mm}^2$    | Newton pro Quadratmillimeter ( $1\text{N/mm}^2$ entspr. 1 MPa) |
| NIR                | Nahinfrarot                                                    |
| p                  | Druck                                                          |
| PAT                | Process Analytical Technology                                  |
| Ph.Eur.            | Pharmacopoeia Europaea, Europäisches Arzneibuch                |
| PVP                | Polyvinylpyrrolidon                                            |
| s                  | Sekunde                                                        |
| SD                 | standard deviation, Standardabweichung                         |
| $S_{\text{Dos}}$   | Dosierschneckendrehzahl                                        |
| $S_{\text{Stopf}}$ | Stopfschneckendrehzahl                                         |
| sog.               | sogenannte/r                                                   |
| t                  | Tiefe                                                          |
| T                  | Temperatur                                                     |
| Tab.               | Tabelle                                                        |

---

|                   |                                                              |
|-------------------|--------------------------------------------------------------|
| u.a.              | unter anderem                                                |
| $U_{\text{mess}}$ | gemessenes Spannungssignal                                   |
| USB               | Universal Serial Bus                                         |
| UpM               | Umdrehungen pro Minute                                       |
| V                 | Volumen                                                      |
| V                 | Volt                                                         |
| vgl.              | vergleiche                                                   |
| $v_{\text{circ}}$ | Umdrehungsgeschwindigkeit                                    |
| $v_{\text{roll}}$ | Rollendrehzahl [UpM]                                         |
| V/t               | Volumen pro Zeit [ml]                                        |
| W                 | Walzenbreite [cm]                                            |
| z.B.              | zum Beispiel                                                 |
| $\alpha$          | Einzugswinkel                                                |
| $\varepsilon$     | Porosität                                                    |
| $\mu\text{m}$     | Mikrometer                                                   |
| $\pi$             | Kreiszahl (3,14159...)                                       |
| $\rho$            | scheinbare Dichte [ $\text{g}/\text{cm}^3$ ]                 |
| $\rho_0$          | wahre Dichte/Partikeldichte                                  |
| $\rho_r$          | relative Dichte                                              |
| $\sigma_0$        | tensile strength [ $\text{N}/\text{mm}^2$ ] <i>od.</i> [MPa] |
| °                 | Winkelgrad                                                   |
| %                 | Prozent                                                      |