

Bestimmung mechanischer Eigenschaften feuchter Granulate

Hausarbeit im Rahmen der ersten Staatsprüfung für das
Lehramt an Gymnasien

Vorgelegt von:

Michael Sipahi

Prüfer:

Prof. Dr. Stephan Herminghaus

Inhaltsverzeichnis

<u>Inhaltsverzeichnis</u>	2
<u>1. Einleitung</u>	3
<u>2. Theorie</u>	4
<u>2.1 Packungsdichte</u>	4
<u>2.2 Trockenes Granulat</u>	7
<u>2.3 Oberflächenspannung von Wasser</u>	8
<u>2.4 Benetztes Granulat</u>	11
<u>3. Bestimmung mechanischer Eigenschaften</u>	15
<u>3.1 Statistische Auswertung mit Mikroskop und Kamera</u>	15
<u>3.1.1 Kugeldurchmesser</u>	15
<u>3.1.2 Kontaktwinkel</u>	18
<u>3.2 Die Fluidisierung</u>	19
<u>3.3 Die Zentrifuge</u>	22
<u>3.4 Röntgentomographie</u>	23
<u>3.5 Scherexperimente</u>	24
<u>4. Aufbau und Datenverarbeitung</u>	27
<u>4.1 Aufbau und Steuerung</u>	27
<u>4.2 Datenaufnahme</u>	27
<u>4.3 Datenverarbeitung</u>	29
<u>4.4 Fehlerquellen und Fehlervermeidung</u>	35
<u>5. Messergebnisse und Diskussion</u>	39
<u>5.1 Vorbereiten der Probe</u>	39
<u>5.2 Die Messungen</u>	40
<u>5.2.1 Die Abhängigkeit der Scherfestigkeit von der Schergeschwindigkeit</u>	41
<u>5.2.2 Die Abhängigkeit der Scherfestigkeit von der Scheramplitude</u>	42
<u>5.2.3 Die Abhängigkeit der Scherfestigkeit vom Flüssigkeitsanteil</u>	43
<u>5.2.4 Die Abhängigkeit der Scherfestigkeit vom Absolutdruck</u>	46
<u>5.4 Der kleine Peak</u>	48
<u>6. Literaturverzeichnis</u>	52
<u>7. Danksagung</u>	54
<u>Selbstständigkeitserklärung</u>	55

1. Einleitung

Die zwei häufigsten Elemente der Erdkruste sind nach Massevorkommen Sauerstoff und Silizium. Die Verbindung von beiden ergibt Siliziumdioxid und bildet den Hauptbestandteil der Erdkruste. Bei einer experimentellen Untersuchung von mechanischen Eigenschaften granularer Materie kommt man um Siliziumdioxid, welches auch den Hauptbestandteil von Sand ausmacht, nicht herum. Granulare, also rieselfähige Materie kommt also überall vor.

In einer Übersetzung [SPE 22] von H.A. Janssens Arbeit über Druck von Getreidekörnern [JAN 9] beschrieb der Autor M. Sperl, dass Janssens Arbeit bis zum ersten September 2005 insgesamt 375 mal zitiert wurde. Hiervon entfallen aber nur 40 Zitierungen auf die Zeit vor 1978, was der Autor als ein klares Zeichen dafür wertet, dass das wissenschaftliche Interesse an granularer Materie steigt.

Doch Janssen war nicht der erste. Schon 1839 hatte G.H.L. Hagen den Druck von trockenem Sand in Rohren beschrieben [HAG 6]. Dass es dennoch großen Forschungsbedarf gibt, das kann man an der Zahl moderner Arbeiten sehen, die sich auf experimentellen Wege [NAS 14], [SCH 21] oder durch aufwendige Simulation [WAL 24] dem Thema nähern.

Ähnliches gilt für feuchte Granulate, wobei hier eine große Bandbreite an physikalischen Phänomenen abgedeckt werden möchte. Ob sich nun Teams um Einzelaspekte kümmern, wie in [MAS 13], versuchen mit experimentellen Mitteln theoretische Modelle für einen größeren Zusammenhang zu finden, wie in [FOU 2] oder auch hier über Simulationen versuchen Antworten zu finden [GRÖ 5], immer wieder zeigt die granulare Materie ein unerwartetes Verhalten und wirft neue Fragen auf.

Trotz seiner seiner Häufigkeit könnte man meinen, dass Sand, oder granulare Materie, den Menschen erst sehr spät aufgefallen ist. Der Weg zum besseren Verständnis der feuchten Granulate wurde gerade erst betreten. Man darf gespannt sein, wie es weitergeht.

2. Theorie

2.1 Packungsdichte

Betrachtet man Schneekristalle, so wird man, trotz der feinen Unterschiede, die zwischen allen Schneekristallen bestehen, eine grundlegende Gemeinsamkeit bemerken können. Jeder dieser Schneekristalle ist ein sechseckiger Stern, bevor er sich mit anderen Kristallen zu Schneeflocken zusammenballt.

Nach H.C. von Baeyer [BAE 1] war diese Symmetrie der Schneekristalle schon vor über 2000 Jahren chinesischen Gelehrten bekannt. Der Astronom und Mathematiker Johannes Kepler war somit nicht der erste, der sich mit diesem Phänomen beschäftigte, doch ist sein Aufsatz *Strena sue de nive sexangula* [KEP 27] vielleicht der berühmteste von vielen. Auf der Suche nach Analogien kommt man schnell auf die Struktur der Bienenwaben oder auf Münzen, die in der Ebene eng aneinander liegen. Hierbei wird eine Münze immer von sechs anderen berührt. Kepler schloss in seinen Überlegungen von der Ebene auf den Raum und beschrieb dies mit den Staplungsmöglichkeiten von Kanonenkugeln.

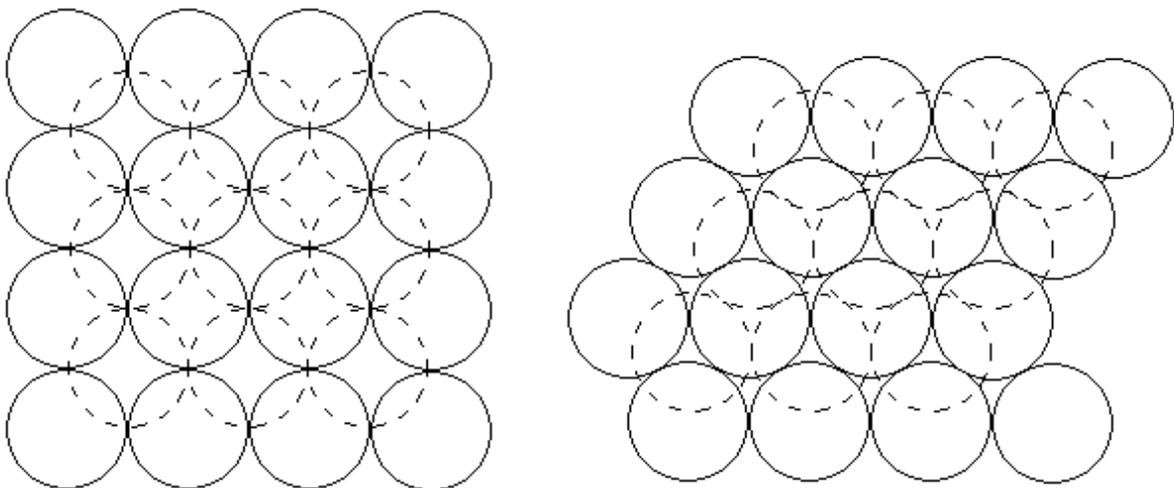


Abbildung 2.1: Kugelpackungen gleich großer Kugeln. Die linke Seite zeigt eine kubische Packung, die rechte Seite eine hexagonale Packung. Die Kugeln in der darunter liegenden Schicht sind gestrichelt dargestellt.

Nach Kepler kann man Kugeln auf zwei verschiedene Arten stapeln und zwar als kubische oder als hexagonale Packung. Bei der ersten Packungsart erhält man bei der Stapelung von Kanonenkugeln ein Tetraeder, bei der zweiten Möglichkeit eine reguläre Pyramide mit

quadratischem Grundriss. Bei beiden Packungsarten haben ideale Kugeln im Inneren der Stapel Kontakt zu zwölf umliegenden Kugeln, das heißt ihre Ordnungszahl N , Anzahl der Kontakte, ist gleich zwölf.

Bestimmt man nun die Dichte, die man mit diesen Packungen erreichen kann, also das Volumen, welches die Kugeln in diesen Körpern einnehmen, so vermutete Kepler richtig, dass jede dichteste Kugelpackung eine mittlere Dichte von

$$\frac{\pi}{\sqrt{18}} \approx 0,74048 \quad (2.1)$$

besitzt. Die Zahl, gelesen als Prozentangabe, sollte somit die theoretisch obere Packungsdichte darstellen, die man mit gleich großen Kugeln erreichen kann. Man kann diese Art der Packungen in Kristallen wiederfinden, wo sie durch Laue-Interferenzen [GER 4], [TIP 23] Anfang des letzten Jahrhunderts nachgewiesen worden sind.

Betrachtet man zufällig aufgenommenen Sand, so wird man unter dem Mikroskop feststellen, dass die einzelnen Sandkörner sich erheblich in ihrer Größe und Form voneinander unterscheiden. Solch eine Mischung kann durch Auffüllung der kleinen Zwischenräume durch kleinere Sandkörner eine sehr viel höhere Packungsdichte erreichen, als jene mit gleich großen Kugeln. Für die durchschnittliche Ordnungszahl heißt das, dass der Wert $N = 12$ keine obere Grenze mehr darstellt.

Auch für die Messungen der vorliegenden Arbeit sind Kugeln benutzt worden, deren Durchmesser nicht immer gleich sind. Die Durchmesser der benutzten Glasproben kommen somit innerhalb eines Intervalls mit einer gewissen Verteilung vor. Auch haben die einzelnen Glaskugeln mitunter keine perfekte Kugelgestalt. Man kann somit nicht von den Bedingungen ausgehen, die Kepler annahm. Die Wahl einer solchen Kugelprobe wurde schon bei [GER 3] gerechtfertigt, da gleich große Kugeln innerhalb einer Probe sich zufällig wie die Moleküle in einem Kristall anordnen könnten. Eine solche Kristallisation der Probe ist nicht gewollt.

Versuche haben gezeigt, dass es möglich ist, in einer zufälligen Kugelprobe mit ähnlichen Durchmesserverteilungen wie die verwendete, zwei verschiedene Extremfälle als Packungsdichte zu finden. Zum einen die so genannte lose Packung mit einer Dichte von 60 %, die sich einstellt, wenn man Kugeln auf einen Haufen oder in ein Behältnis kippt, und zum anderen die dichte Packung mit 64 %. Der Unterschied zwischen den beiden Packungen wird durch Verdichten der losen Kugelpackung überwunden. Hierzu genügt es, gegen das Behältnis zu klopfen, was die lose Kugelpackung verdichtet wie in [FRO 26] und [WEB 28] beschrieben.

Einen gegenteiligen Effekt haben die Vibrationen, wenn man die Amplitude verstärkt. Genauso wie bei der Scherung von Granulat nimmt hierbei die Packungsdichte bei genügender mechanischer Anregung ab [GER 3], [SCH 19]. Diese, zuerst von Osborne Reynolds erkannte Eigenschaft, der Verkleinerung der Packungsdichte in einem Granulat, nennt man Dilatanz. Die Dilatanz macht es möglich, eine Schaufel in einen trockenen Sandhaufen zu stecken, ohne dass sie umkippt. Der Sand wird beim Hineinstecken des Schaufelblatts geschert und damit lokal verdichtet. Die Schaufel steckt danach fest wie in einer Schraubzwinde, und man kann sich sogar auf sie stützen, ohne dass sie sehr viel weiter einsinkt.



Abbildung 2.2: Mit Sand gefüllte Ballons¹. Der Ballon auf der rechten Seite behält seine Form, nachdem er auf den Fußboden geworfen wurde.

Hierzu lohnt es sich, ein Schulexperiment² zu betrachten: Ein Luftballon wird mit Sand gefüllt und unter Spannung zugeknotet. Lässt man diesen Ballon nun auf den Fußboden fallen, so verformt er sich und behält danach seine Form bei. Der Sand in dem Ballon wird bei dem Aufprall geschert und verringert seine Packungsdichte. Die Sandkörner nehmen dabei ein größeres Volumen ein, welches gegen die Spannung der Gummimembran des Luftballons erarbeitet werden muss. Diese Membran übt nun ihrerseits einen Druck auf den Sand aus, der dadurch geschert werden würde, wenn er sein Volumen noch weiter vergrößern könnte (Abb. 2.2). Der gefüllte Ballon wird damit starr und behält seine Form bei.

¹ Das Foto wurde der Handreichung [WEB 28] entnommen.

² Das beschriebene Experiment ist der Handreichung [WEB 28] entnommen.

2.2 Trockenes Granulat

Wenn Sand durch eine Sanduhr rieselt, dann kann man im unteren Glas beobachten, wie sich ein kleiner Sandhaufen bildet, an dessen Hängen sich von Zeit zu Zeit Lawinen lösen. Durch den nachrieselnden Sand wächst dieser Haufen an. Doch seine eigentliche Form ändert sich dabei nicht. Auch ist der Fluss durch das Uhrglas immer der gleiche, unabhängig von der Füllhöhe im oberen Glas. Dies liegt daran, dass der Druck unter dem Granulat nicht mit dem Druck einer Wassersäule zu vergleichen ist, welcher explizit über die Höhe errechnet werden kann. Ähnliches hatte auch schon G.H.L. Hagen 1839 [HAG 6] für durch Rohre fließenden Sand feststellen können.

Der Sandhaufen in dem unteren Teil des Stundenglases besitzt an seiner Basis einen charakteristischen Winkel, den man Ruhewinkel nennt [FRO 26]. Dieser Winkel ist abhängig von der Gestalt der Granulatpartikel.

Im oberen Glas hingegen bildet sich über der Öffnung ein Trichter, an dessen Hängen sich ebenfalls Lawinen bilden, die Sand von den Rändern hin in die Mitte bringen. In beiden Fällen spielen sich die lawinenartigen Bewegungen nur an der Oberfläche ab, das Volumen bleibt in Ruhe. Die Beschränkung der Bewegung auf die Oberfläche ist charakteristisch für granulare Materie [SAN 18].

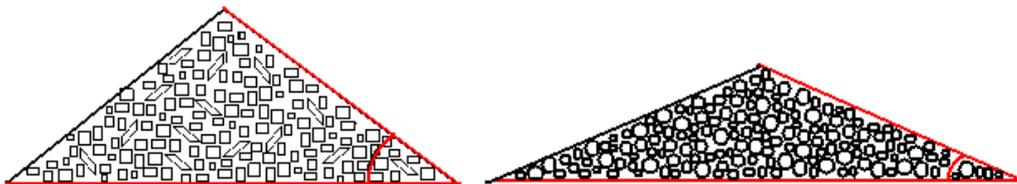


Abbildung 2.3: Ruhewinkel von kantigen und von glatten Materialien (In der Zeichnung übertrieben dargestellt).

Bei weniger guten Sanduhren kann es zur Verstopfung der Trichteröffnung kommen, die man durch leichtes Klopfen lösen kann. Ein Grund hierfür liegt in der Verkantung einzelner Sandkörner über der Öffnung. Bei genauer Betrachtung bilden die Sandkörner Bögen, wie sie auch aus der Architektur von Torbauten und Brücken bekannt sind [WEB 28]. Diese Bögen und Verkantungen stellen Kraftbrücken dar, die schon seit über hundert Jahren bis in die heutige Zeit ein Thema von Forschungsarbeiten sind [HAG 6], [JAN 9], [WAL 24]. Die Gewichtskraft des darüber liegenden Sands wird von den Kraftbrücken an die Wände abgeleitet. Mit diesem Wissen kann man sich erklären, warum das Rieseln des Sandes in einer weniger gut gearbeiteten Sanduhr ins Stocken gerät. Die trichterförmigen Wände sollen eine solche Brückenbildung gerade verhindern. Hat sich der Sand dennoch soweit ineinander

verkantet, dass der Fluss gestoppt wird, so liegt dies an einem falsch gewählten Winkel für den obigen Trichter.

Versucht ein Statiker nun anhand der Höhe und der Grundfläche des Sandhaufens den Bodendruck festzulegen, so spielen ihm die oben erwähnten Kraftbrücken einen Streich. Die Kraftbrücken bilden sich nämlich auch in größeren Granulatanhäufungen und machen daher unter anderem das Bauen auf sandigem Untergrund schwer. Bei kleineren Erschütterungen oder Erdstößen können sich vorhandene Kraftbrücken auflösen, der Untergrund verliert seine Steifigkeit und kommt ins Fließen. Simulationen haben gezeigt, dass die einzelnen Granulat Körner hierbei den direkten Kontakt zueinander verlieren [KAR 10]. Hierdurch nimmt die Koordinationszahl N jeweils ab.

Eine weitere interessante Eigenschaft von trockenen Granulaten ist der Paranus-Effekt. Hierbei handelt es sich um eine Entmischung unterschiedlich großer Granulate, deren Physik noch nicht vollständig verstanden worden ist. Dieses Phänomen ist ein Problem in allen technischen Bereichen, in denen es auf eine homogene Mischung von Granulaten ankommt. Der Effekt ist Gegenstand modernster Forschungen [FRO 26], die besonders in der Pharma- und chemischen Industrie Anwendung finden. Gerade in diesen Industriezweigen ist eine möglichst homogene Mischung von verschiedenen Granulaten erforderlich, um die Güte der Produkte zu garantieren.

2.3 Oberflächenspannung von Wasser

Legt man eine Nadel vorsichtig auf eine Wasseroberfläche, so sinkt die Nadel nicht auf den Boden, sondern wird von der Oberfläche des Wassers getragen. Der Grund für dieses Phänomen liegt in den Kohäsionskräften zwischen den Wassermolekülen; die Moleküle ziehen sich gegenseitig an. Die Nadel drückt nun die Moleküle an der Oberfläche leicht nach innen, so dass sich durch die benachbarten Moleküle und die gegenseitige Anziehung eine rückstellende Kraft einstellt, die nach oben, also gegen die Schwerkraft, gerichtet ist [GER 4]. Auf Moleküle, die sich tief in der Flüssigkeit befinden, ist die resultierende Gesamtkraft gleich Null. Nur auf Moleküle am Rand, beziehungsweise an der Oberfläche, wirkt eine resultierende Kraft, die nach innen in das Volumen hineingerichtet ist. Schon ein zwei Molekülschichten unterhalb der Oberfläche ist von dieser Oberflächenspannung nichts mehr zu spüren, da die Kohäsionskräfte eine nur geringe Reichweite von 10^{-9} Metern haben.

Die Wasseroberfläche wirkt der Gewichtskraft der Nadel entgegen wie eine gespannte Membran. Die potentielle Energie E_p dieser gedachten Membran ist proportional zur Wasseroberfläche A_{Fl} :

$$E_p = \gamma \cdot A_{Fl} \quad (2.2).$$

Die Konstante γ in der Gleichung ist die spezifische Oberflächenenergie oder Oberflächenspannung der Flüssigkeit. Sie kann durch die potentielle Energie der Oberfläche oder durch die Arbeit W_{Ob} definiert werden, die nötig ist, die Flüssigkeitsoberfläche zu vergrößern:

$$\gamma = \frac{dE_p}{dA_{Fl}} = \frac{dW_{Ob}}{dA_{Fl}} \quad (2.3).$$

Um die Energie zu minimieren, muss die Oberfläche der Flüssigkeit minimiert werden. Für ein beliebiges Flüssigkeits- oder Wasservolumen ist die Kugelform somit die energetisch günstigste Form. Eine Vergrößerung der Oberfläche muss gegen die Kraft W_{Ob} erwirkt werden, die über einen Druck p_L bestimmt wird. Dieser Druck ist der Laplace-Druck. Der Laplace-Druck bestimmt sich aus der Oberflächenspannung γ und der mittleren Krümmung der Flüssigkeitsoberfläche K :

$$p_L = \gamma \cdot K \quad (2.4),$$

$$\text{wobei gilt: } K = \frac{d^2z}{dx^2} + \frac{d^2z}{dy^2} = \frac{1}{r_1} + \frac{1}{r_2} \quad (2.5).$$

Allgemein gilt, dass an Grenzflächen beliebiger, nicht mischbarer Stoffe eine Oberflächenspannung zu finden ist. Diese kann negativ sein, was der Fall ist, wenn zum Beispiel ein Feststoff (solid) die Moleküle einer Flüssigkeit (liquid) stärker anzieht, als diese einander.

Die Oberflächenspannungen bewirken, dass sich benetzende Flüssigkeiten in einem Glas am Rand etwas hinaufziehen, also im Querschnitt eine konkave Oberfläche bilden, während sich nicht benetzende Flüssigkeiten unter gleichen Bedingungen am Gefäßrand absenken. Dabei entsteht eine konvexe Oberfläche. Betrachtet man den Kontaktrand einer Flüssigkeit in einem Glas, so stellt die Form ein Gleichgewicht zwischen auftretenden Kräften dar. Genau genommen zerren die Oberflächenspannungen an dem Grenzlinienstück der Länge l mit den Kräften

$$F_{gs} = \gamma_{gs} \cdot l \text{ nach oben,}$$

mit $F_{ls} = \gamma_{ls} \cdot l$ nach unten

und mit der Kraft $F_{gl} = \gamma_{gl} \cdot l$

in Richtung des Winkels, den die Flüssigkeitsoberfläche mit der Wand bildet.

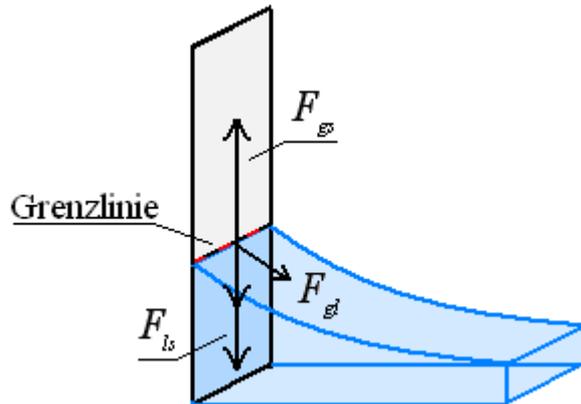


Abbildung 2.4: Eine benetzende Flüssigkeit steigt an der Wand hoch, bis die Kräfte ausgeglichen sind. Als Pfeile sind die drei auftretenden Kräfte eingezeichnet.

Auch für die Form eines Tropfens auf einer Unterlage sind die Oberflächenspannungen verantwortlich. Hier ist die Grenzlinie die Umrandung des Tropfens. Die sich einstellende Form ist wieder ein Gleichgewicht zwischen den Kräften, oder besser, da diese Kräfte sich alle auf dieselbe Grenzlinie beziehen, ein Gleichgewicht zwischen den Oberflächenspannungen. Die Spannungen bestimmen den Durchmesser des Tropfenvolumens in der Abbildung 2.5, welches in diesem Fall an seinem Rand einen charakteristischen Kontaktwinkel θ aufweist.

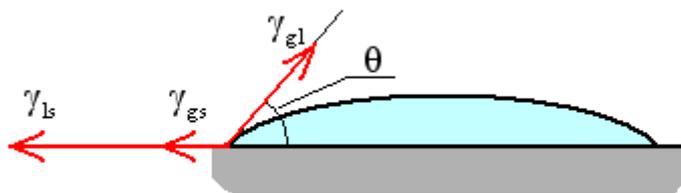


Abbildung 2.5: Der Kontaktwinkel als Resultat der drei Oberflächenspannungen.

Es gilt hierbei folgende Beziehung zwischen den Oberflächenspannungen und dem Kontaktwinkel, aus der man die Youngsche Gleichung (2.7) gewinnt:

$$\gamma_{ls} - \gamma_{gs} = -\gamma_{gl} \cdot \cos(\theta) \quad (2.6)$$

$$\cos(\theta) = \frac{\gamma_{gs} - \gamma_{ls}}{\gamma_{gl}} \quad (2.7)$$

Durch die Oberflächenspannungen ist das Benetzungsverhalten der Flüssigkeit vorgegeben. Dabei gibt es zunächst Fälle, in denen die obige Gleichung (2.7) mit einem Winkel θ erfüllt werden kann:

$$\theta \text{ zwischen } 0^\circ \text{ und } 90^\circ ,$$

hierbei spricht man von teilweise benetzenden Flüssigkeiten, sowie

$$\theta \text{ zwischen } 90^\circ \text{ und } 180^\circ ,$$

wobei man diese Flüssigkeiten als teilweise nicht benetzend bezeichnet.

In dem Fall, dass $\gamma_{gs} - \gamma_{ls} > \gamma_{gl}$ gilt, gibt es für die Gleichung (2.7) keine Lösung. Der Feststoff wird nun vollständig benetzt, und der Kontaktwinkel geht gegen Null. In dem Fall $\gamma_{gs} - \gamma_{ls} < -\gamma_{gl}$, bildet sich zwischen Flüssigkeit und Wand eine Luftschicht.

Sind die Wände des Behältnisses sehr nah beieinander, so kann sich eine benetzende Flüssigkeit über ihre Oberflächenspannung gegen ihre eigene Gewichtskraft noch oben ziehen. Gut beobachten kann man dies mit einem Glasröhrchen mit Radius r , in dem eine benetzende Flüssigkeit nach dem Eintauchen eine bestimmte Strecke h aufsteigt. Die Flüssigkeitssäule, die dabei entsteht, wird hierbei nur von der Kraft gehalten, die sich an der Kontaktlinie $2\pi \cdot r$ einstellt wo die Oberflächenspannung wirkt. Betrachtet man die Gewichtskraft G der Flüssigkeitssäule und die Oberflächenspannung γ , so kann man eine maximale Höhe angeben, welche die Flüssigkeit in dem Glasröhrchen aufsteigen kann:

$$G = \pi \cdot r^2 h g \cdot \rho = \gamma \cdot 2\pi \cdot r \quad (2.8)$$

$$\Rightarrow h = \frac{2\gamma}{rg \cdot \rho} \quad (2.9).$$

Hierbei ist ρ die Dichte der Flüssigkeit [GER 4]. Auf dem gleichen Weg kann sich eine Flüssigkeit auch in einem Schwamm oder feinporigen Gesteinen ausbreiten und diese bei genügend Flüssigkeitsvolumen vollständig benetzen und durchdringen.

2.4 Benetztes Granulat

Im benetztem Granulat wirkt nun die oben vorgestellte Physik zusammen und zeigt dabei einige interessante Eigenschaften, die man aus den einzelnen Teilaspekten nicht erwartet.

Gibt man eine benetzende Flüssigkeit, zum Beispiel Wasser, zu einer vorher trockenen Granulatprobe, so dringt die Flüssigkeit aufgrund ihrer benetzenden Eigenschaft in die Poren zwischen den Granulatkörnern vor. Bei genügend Flüssigkeitsvolumen bildet eine benetzende Flüssigkeit an den Kontaktstellen von zwei oder mehreren Körnern einen Ring um diese Stelle, den man über Röntgentomographien gut sichtbar machen kann, wie sie in den Arbeiten [HER 8] und [SCH 20] beschrieben werden.

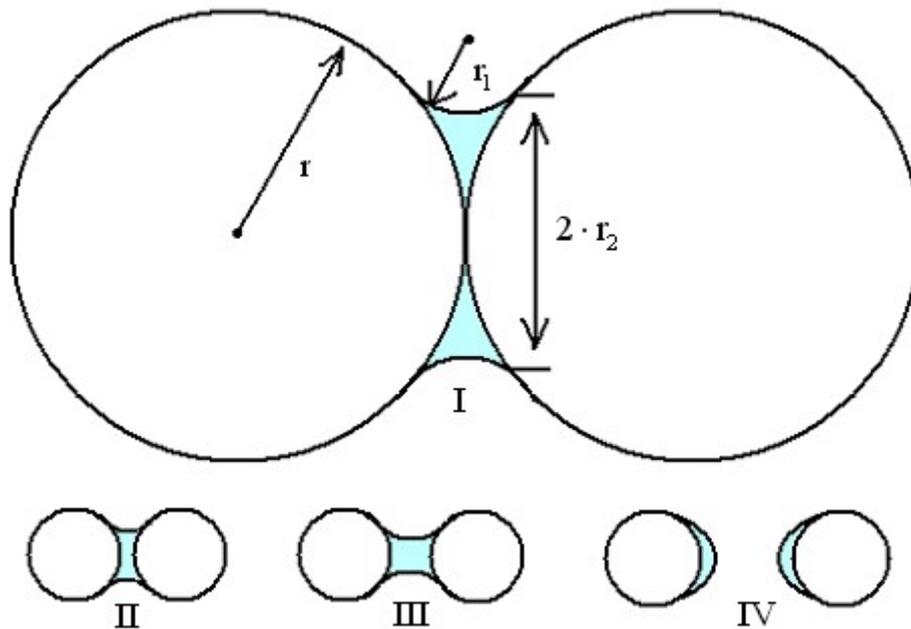


Abbildung 2.6: Flüssigkeitsbrücke zwischen zwei Kugeln. In Teil I sind die wichtigsten Abmessungen eingezeichnet. Teil II – IV zeigen die Form der gedehnten Flüssigkeitsbrücke bis zum Abriss.

Verlieren die Körner den direkten Kontakt, so schließt sich dieser Ring und bildet eine Flüssigkeitsbrücke zwischen den Körnern. Vergrößert sich der Abstand noch weiter, so reißt diese Brücke schließlich ab (siehe Abb. 2.6). Hierbei ist die Abrissdistanz nach [WIL 25] hauptsächlich abhängig vom Abstand und vom Flüssigkeitsvolumen. Da die Form der Flüssigkeitsbrücke über das Flüssigkeitsvolumen und den Laplace-Druck (2.4) bestimmt wird, ist in Abbildung 2.6 mit den Radien r_1 und r_2 alles nötige gegeben, um die mittlere Krümmung (2.5) zu bestimmen.

Es existiert eine große Anzahl von Untersuchungen über solche Flüssigkeitsbrücken, da sie das Verhalten von Granulaten stark beeinflussen. Mit zu wenig Wasser im Sand lässt sich mit diesem keine noch so einfache Sandburg bauen und mit zu viel Wasser zerfließt die einfachste modellierte Form; Treibsand ist nie trocken, er benötigt einen immensen Feuchtigkeitsanteil.

Hierin liegt auch der Hauptunterschied zwischen trockenen und feuchten Granulaten begründet. Erst die Flüssigkeitsbrücken machen aus einer Vielzahl von losen Granulatkörnern ein Ensemble, welches über die Oberflächenspannung einen Zusammenhalt aufweist.

Durch die Oberflächenspannung des Wassers nimmt die entstehende Brücke immer eine Minimalfläche ein und zieht über die Kontaktspannung an den Körnern mit einer gewissen Kraft, die über das benetzende Flüssigkeitsvolumen bestimmt wird [KOH 11], [MAS 12]. Die Oberflächenspannung liefert somit den Mechanismus, der feuchte Granulate zusammenhalten kann und Clusterbildung ermöglicht. Aus diesem Grund ist es auch nicht möglich, eine Sanduhr mit feuchtem Sand zu betreiben.

Der für Untersuchungen einfachste Fall betrifft gleich große glatte Kugeln, die mit einer Flüssigkeit, zumeist Wasser, benetzt werden und sich dabei berühren. In diesem Fall hängt die Kraft F_{kap} , die durch die Flüssigkeitsbrücken ausgeübt wird, nicht vom Flüssigkeitsvolumen ab, da mit wachsendem Volumen auch der Laplace-Druck über die Flüssigkeitsoberfläche abnimmt [HAL 7], [HER 8]. Nur die Oberflächenspannung γ und der Kontaktwinkel θ gehen in die Formel mit ein:

$$F_{\text{kap}} = 2\pi \cdot r \cdot \gamma \cdot \cos(\theta) \quad (2.10).$$

In der Arbeit von C.D. Willet et al. wird die Gültigkeit von (2.10) auf kleine Flüssigkeitsvolumen eingeschränkt. Für den Fall, dass $r_2 \gg r_1$ aus Abbildung 2.6 nicht mehr erfüllt ist, ist das Flüssigkeitsvolumen V in der Formel (2.10) zu berücksichtigen:

$$F_{\text{kap}} = 2\pi \cdot r \cdot \gamma \cdot \cos(\theta) \cdot \frac{1}{1 + 1,05 \cdot \sqrt{\frac{r}{V}} + 2,5 \cdot \frac{r}{V}} \quad (2.11).$$

Da aber die Oberflächenbeschaffenheit der verwendeten Kugeln die Benetzung bei gleichem Flüssigkeitsvolumen stark beeinflusst, können für sonst gleiche Kugeln unterschiedlich viel Flüssigkeit zur Brückenbildung zur Verfügung stehen. Abbildung 2.6 gibt somit eine Idealbild wieder. Eine Untersuchung für geringe Flüssigkeitsmengen wurde in [HAL 7] durchgeführt und später mit [HER 8] ausgearbeitet. Für einen sehr geringen Wasseranteil wurden in [HAL 7] zunächst drei Regime angegeben, welche bezogen auf das Wasservolumen einen Anstieg der Kraft vorhersagen.

In dem ersten Regime konzentriert sich die Flüssigkeit vollständig um kleine Erhebungen auf der Partikeloberfläche, die für den direkten Kontakt zwischen zwei Granulatpartikeln verantwortlich sind. Wird weitere Flüssigkeit hinzugefügt, so dringt diese weiter vor, und nimmt weitere Unebenheiten und auch die dazwischenliegenden Poren ein. Erst im dritten

Regime, welches zwischen einem Flüssigkeitsanteil von ein bis drei Prozent existiert, ist soviel Flüssigkeit vorhanden, dass allein die Krümmung des Partikels die Form der Flüssigkeitsbrücke bestimmt.

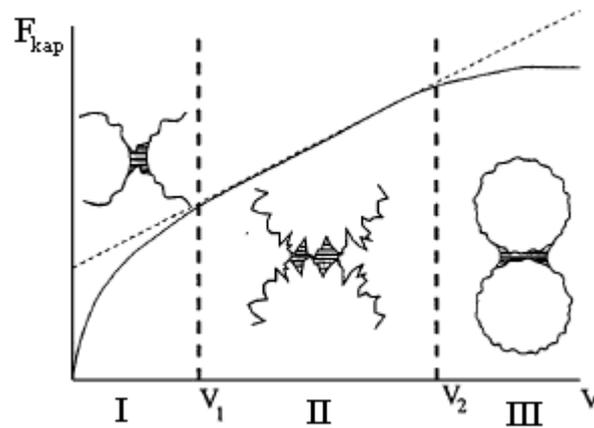


Abbildung 2.7: Die Kraft zwischen zwei rauen Granulatpartikeln, aufgetragen über das benetzende Flüssigkeitsvolumen³.

Demnach nimmt eine raue Oberfläche während der Benetzung viel von dem Wasservolumen auf, welches, gebunden in der Oberfläche der Kugeln, nicht bei der Brückenbildung zur Verfügung steht. Für größere Wasservolumen sei hier auf die Arbeit [HER 8] verwiesen, in der die auftretenden Kräfte von der Brückenbildung bis zum Unterwasserfall⁴ hin besprochen werden. Hierbei wird das Modell um zwei weitere Regime erweitert. Ungefähr ab einem Flüssigkeitsanteil von 3 % fangen die einzelnen Flüssigkeitsbrücken an, sich vereinzelt zu größeren Flüssigkeitsclustern zu verbinden. Hierbei werden vermehrt drei und mehr Partikel zu Clustern verbunden. Die Räume zwischen den Partikeln werden dabei vollständig mit Flüssigkeit aufgefüllt. Sind nun diese Cluster zu wenigen großen zusammengewachsen, so kann sich die Flüssigkeit problemlos in den Räumen zwischen dem Granulat bewegen. Dies geschieht während des letzten Regimes, ab einem Flüssigkeitsanteil von ungefähr 10 % bis hin zum Unterwasserfall.

Beschränkt sich das oben Besprochene nur auf gleich große Kugeln, so haben C.D. Willet, et al. auch die Kräfte zwischen Kugeln mit verschiedenen Radien untersucht. Hierbei wurden auch die Abstände bestimmt, bei denen solche Flüssigkeitsbrücken abreißen, wobei hier nur geringe Unterschiede zu gleich großen Kugeln festgestellt werden konnten. In gewissen Grenzen kann man somit auf gleiche Größen bei den Partikeln verzichten.

³ Die Abbildung 2.7 wurde der Veröffentlichung [HAL 7] entnommen.

⁴ Beim Unterwasserfall sind die Hohlräume zwischen den Kugeln vollständig mit Wasser gefüllt.

3. Bestimmung mechanischer Eigenschaften

Bei den hier vorgestellten Messtechniken handelt es sich um Verfahren, die zur Erstellung der vorliegenden Arbeit genutzt wurden. Darüber hinaus werden Techniken vorgestellt, deren Ergebnisse für das Verständnis der Scherexperimente hilfreich sind. Da die weitergehende experimentelle Arbeit hauptsächlich mit der Scherzelle vorgenommen wurde, werden die hiermit erzielten Ergebnisse und die Besonderheiten der Scherzelle in Kapitel 4 und 5 ausführlich vorgestellt.

3.1 Statistische Auswertung mit Mikroskop und Kamera

Mit diesem Verfahren werden mehrere Parameter der Glas- und Basaltkugeln auf statistischem Wege bestimmt. Hierzu gehörten die Verteilung der Kugeldurchmesser innerhalb des angegebenen Intervalls und der Kontaktwinkel der Kugeln mit Wasser.

Eine Anzahl Kugeln wird mit klarsichtigem Tape auf einem Objektträger fixiert. Dieser wird unter einem Mikroskop der Marke Leica betrachtet⁵. Dabei können schon Auffälligkeiten notiert werden, welche die Größe und auch die Form der verwendeten Kugeln betreffen. Der betrachtete Ausschnitt kann mit der auf dem Mikroskop angebrachten Kamera als Bild im angeschlossenen Rechner zur späteren Auswertung gespeichert werden. Da man mit der Auswahl der Bilder die spätere Auswertung schon mit beeinflusst, sollte hier möglichst nicht eine Sortierung erfolgen, die durch persönliche Kriterien geleitet wird. Die ausgewählten Bilder sollen die gesamte Probe repräsentieren und nicht einen geschönten Ausschnitt liefern. Da beide Methoden spätere eine statistische Auswertung ermöglichen sollen, ist es notwendig, möglichst viele Kugeldurchmesser und Kontaktwinkel zu untersuchen.

3.1.1 Kugeldurchmesser

Die Basalt- und Glaskugeln, mit denen die späteren Experimente gemacht worden sind, haben jeweils nicht den gleichen Durchmesser. Dieses hat zweierlei Gründe. Zunächst ist eine Probe mit gleichem Durchmesser im Anschaffungspreis ungleich teurer, da die Sortierung sehr aufwendig ist. Ein weiterer Grund liegt darin, dass bei den Scherexperimenten eine solche reine Probe zur Kristallisation neigt, was man vermeiden will. Für die verwendeten

⁵ Verwendet wurde ein Leica DM 4000 B

Proben gibt die Herstellerfirma ein Intervall an, in dem die Durchmesser liegen. Wie die Verteilung in diesem Intervall im Einzelnen aussieht, das wird bei dieser Messung bestimmt.

Bei der Verteilung kann sich herausstellen, dass die Auftragung der Anteile über die Durchmesser ein oder mehrere Peaks aufweist. Im Falle eines Peaks spricht man von Monodispersität. Dabei sieht der zugehörige Graph im Idealfall wie eine Gaußverteilung aus. Weist die Verteilung zwei oder mehrere Peaks auf, so spricht man von einer Bi- oder Polydispersität. Gerade bi- oder polydisperse Größenverteilungen in den Kugelproben wirken sich verzerrend auf die folgenden Experimente aus. Aus diesem Grund wurden solche Proben nicht weiter verwendet.

Auf dem Objektträger werden mittels des Mikroskops geeignete Areale gesucht, auf denen sich mehrere Kugeln ohne allzu viele Überlappungen befinden. Diese Areale werden mit der Kamera abgelichtet und zwischengespeichert. Nach der Vermessung des Kugeldurchmessers werden die Teilintervalle festgelegt, um nicht jede Kugel individuell wiederzugeben und zu vergleichen. Über einen solchen Vergleich kann man bei genügend Bildern der Glas- oder Basalkugeln eine Verteilung erstellen und die Angaben des Herstellers in gewissen Grenzen überprüfen.

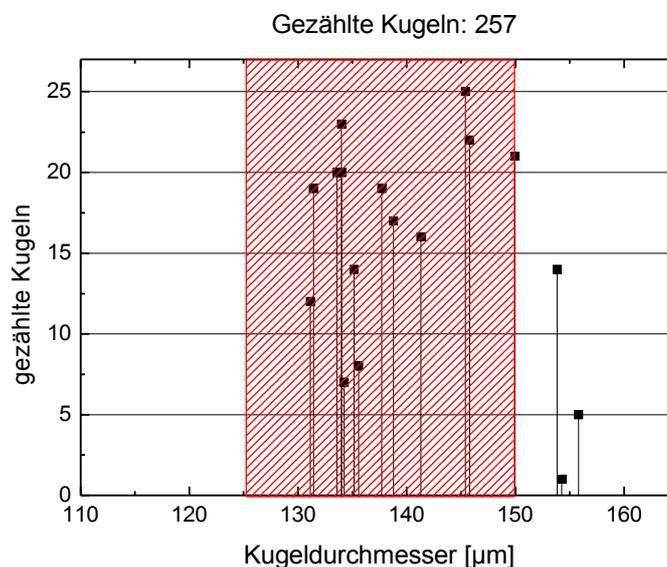


Abbildung 3.1: Die Verteilung der gemessenen Kugeldurchmesser für Glas in gezählten Kugeln. In den Graphen eingeblendet ist das Intervall der Hersteller. Die Streuung der Kugeldurchmesser hielt sich bei den Glaskugeln in Grenzen.

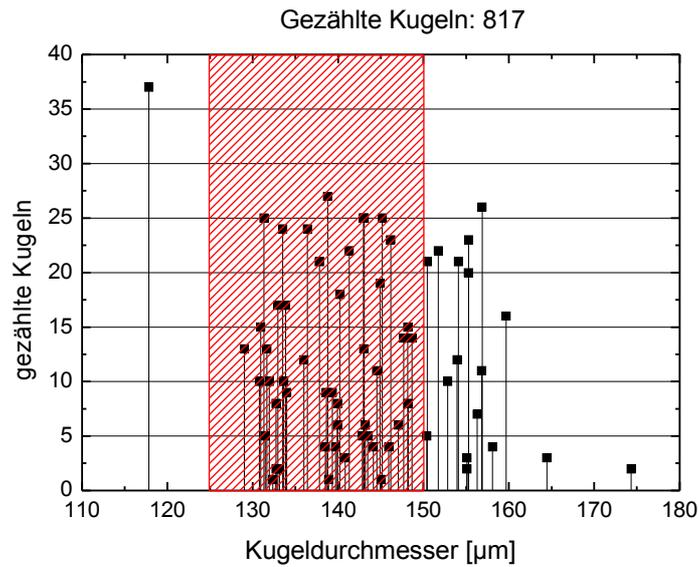


Abbildung 3.2: Die Verteilung der gemessenen Kugeldurchmesser für Basalt in gezählten Kugeln. In den Graphen eingeblendet ist das Intervall der Hersteller. Hier ist deutlich die Streuung der Basaltkugeldurchmesser zu erkennen. Unter Berücksichtigung der großen Anzahl kommt die vermessene Probe auf einen durchschnittlichen Wert von ungefähr 143 µm als Durchmesser.

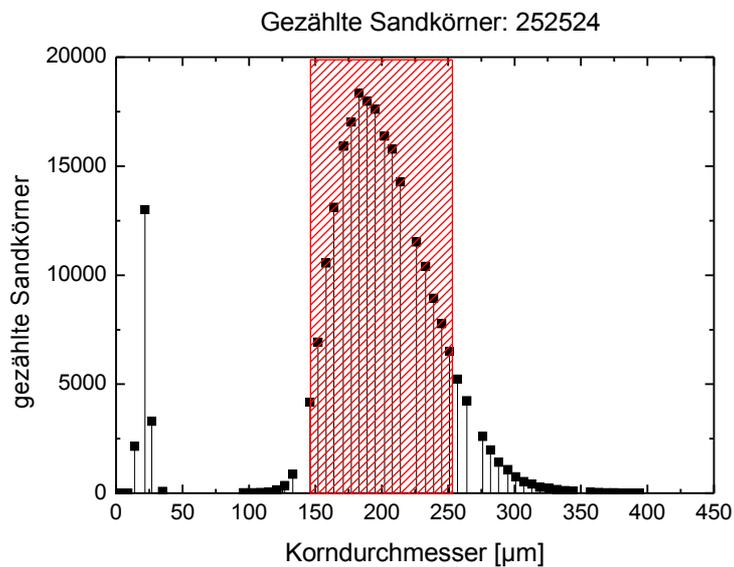


Abbildung 3.3: Die Verteilung einer zuvor gesiebten Sandprobe. Diese Verteilung wurde bestimmt und freundlicher Weise zur Verfügung gestellt von Herrn Dr. Schröter. Die durch die Siebung beabsichtigte Verteilung ist in den Graphen eingeblendet.

Die Graphen in Abbildung 3.1 und 3.2 geben die gemessenen Verteilungen⁶ der für die Scherexperimente verwendeten Kugeln wieder. Während bei den Glaskugeln kaum größeren Durchmesser als 150 μm gemessen wurden, so waren bei der Basaltprobe einige sehr große Kugeln in der Probe, deren Durchmesser deutlich über das angegebene Intervall hinausgingen. Bei einer Basaltprobe mit 150 – 180 μm des gleichen Herstellers konnte sogar deutlich eine Bidispersität festgestellt werden, die verbunden mit etlichen ovalen Basaltstückchen jede weitere Messung mit dieser Probe ausschloss. Die Vermessung der Sandprobe wurde nicht am Max-Planck-Institut durchgeführt.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass die Glaskugeln in einer viel besseren Qualität geliefert wurden, was Form und Durchmesser betrifft. Die Basaltkugeln, die später für die Scherexperimente benutzt wurden, wiesen wie die oben beschriebene Basaltprobe ovale Formen auf. Da diese Formen jedoch in deutlich geringerer Zahl gefunden wurden, wurde die Probe für Messungen benutzt.

3.1.2 Kontaktwinkel

Bei der Bestimmung der Kontaktwinkel θ sind die Glas- und Basaltkugeln zuvor mit Wasser zu benetzen. Die so benetzten Kugeln werden wieder mit Tesafilm auf einem Objektträger fixiert und dann durch das Mikroskop betrachtet. Da sich während der Suche nach geeigneten Flüssigkeitsbrücken Feuchtigkeit sowohl am Objektträger, als auch am Tesafilm niederschlägt, muss man sich mit der Suche und den Aufnahmen etwas beeilen. Mitunter ist es erforderlich, mehrere Objektträger zu präparieren.

Bei der Messung des Kontaktwinkels θ ist es wichtig zu beachten, dass der Winkel davon abhängig ist, ob sich die Flüssigkeit, in diesem Fall Wasser, auf der Oberfläche ausbreitet (advanced) oder zurückzieht (recedes). Beide Fälle können in einer präparierten Probe auftreten. Allgemein kann man für die auftretenden Winkel zeigen, dass gilt:

$$\theta_{\text{adv}} > \theta > \theta_{\text{rev}} \quad (3.1),$$

was in der folgenden Abbildung verdeutlicht wird.

⁶ Im weiteren Verlauf wird nicht mehr das Intervall, sondern der mittlere Radius der Kugeln genannt.

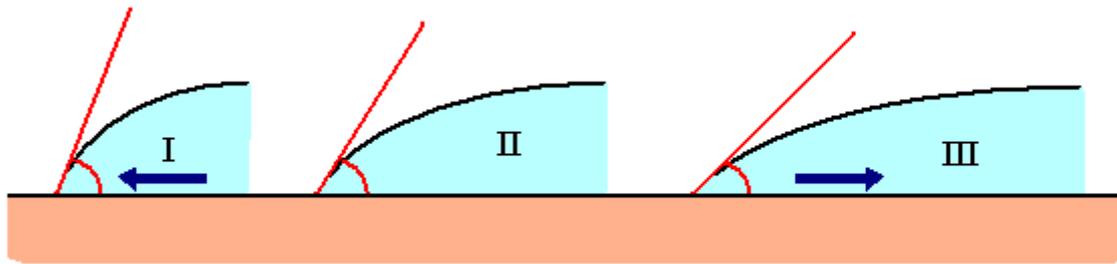


Abbildung 3.4: die verschiedenen Kontaktwinkel einer Flüssigkeit. Fall I zeigt eine sich ausbreitende Flüssigkeitsfront, Fall II den Kontaktwinkel bei ruhender Flüssigkeit und Fall III den Winkel einer sich zurückziehenden Flüssigkeit.

Die eigentliche Bestimmung der Kontaktwinkel erfolgte ebenso wie für die Durchmesser der Proben über eine Verteilung, wobei für die Basaltproben ein Wert von $\theta \cong 70^\circ$ und für die Glasproben ein Wert von $\theta \cong 5^\circ$ gefunden wurde.

3.2 Die Fluidisierung

Rührt man mit einem Löffel den Kaffee in einer Tasse um, so bleibt der Kaffee auch dann noch in Bewegung, wenn man den Löffel schon wieder herausgenommen hat. Anders als der Kaffee reagiert ein Granulat. Rührt man mit seinem Löffel zum Beispiel in der Zuckerdose, so kommen die kantigen Zuckerkörner gleich nach dem Entfernen des Löffels zur Ruhe. Das Gleiche könnte man auch für rundliche Granulate beobachten. Granulare Materie hat quasi die Eigenschaft, eine mechanische Anregungen zu verschlucken, oder besser ausgedrückt, sie hat die Eigenschaft, Energie zu dissipieren. Diese Eigenschaft wird im Wesentlichen durch die Reibung der Körner untereinander und die Elastizität des Materials bestimmt. Hinzu kämen in dem obigen Beispiel noch die Reibung am Löffel und an der Zuckerdose, sowie der Einfluss der Gravitation.

Bei der Fluidisierung wird das Verhalten von Granulaten durch eine andauernde mechanische Anregung untersucht. Hierbei zeigt sich, dass die Granulatprobe nur ein gewisses Maß an Energie dissipieren kann. Dazu wird eine bestimmte Menge an Granulat, in diesem Fall Glaskugeln mit einem Radius von $280 \mu\text{m}$, in ein Glasgefäß gefüllt. Durch leichte Vibrationen verdichtet sich diese Probe bis zu einer gewissen Packungsdichte. Das Granulat zeigt hiernach keinerlei Reaktion mehr auf die Anregung. Nun wird die Amplitude A bei festen Frequenzen ν schrittweise verstärkt. Ab einem gewissen Schwellenwert der

mechanischen Anregung ist dabei eine Abnahme der Packungsdichte festzustellen. Die Granulatprobe kann die Anregungsenergie nicht mehr so gut verteilen. Die einzelnen Kugeln stoßen heftiger aneinander, wodurch sich das von der Probe eingenommene Volumen vergrößert. Je nach Zusammensetzung der Granulatprobe kann das eingenommene Volumen der Probe dabei um 10 % bis zu 27 % zunehmen [GER 3]. Den einzelnen Kugeln steht somit für eigene Bewegungen mehr Platz zur Verfügung als im verdichteten Fall, womit vor allem die Kugelkontakte und mit ihnen die Reibung in der Probe herabgesenkt werden.

Die Kugeln können sich innerhalb des Glasgefäßes fortbewegen, ähnlich wie Moleküle in einer Flüssigkeit. Dabei stellt sich ein bestimmtes Bewegungsmuster ein, welches abhängig ist von der Oberflächenbeschaffenheit der Wände des Glasgefäßes und der Richtung, aus der die Anregung kommt. Weiter kann die Probe mit verschiedenen Wasseranteilen benetzt werden, um die Wirkung von Flüssigkeitsbrücken zu untersuchen, oder es kann ein anderer Kugeldurchmesser benutzt werden.

Die vertikale Anregung, die für die Messung benutzt wurde, bewirkt eine Konvektionsbewegung innerhalb der Granulatprobe, wobei für deren Aussehen die Reibung verantwortlich ist. Die Fluidisierung eignet sich daher auch hervorragend, um den Paranusseffekt zu beobachten.

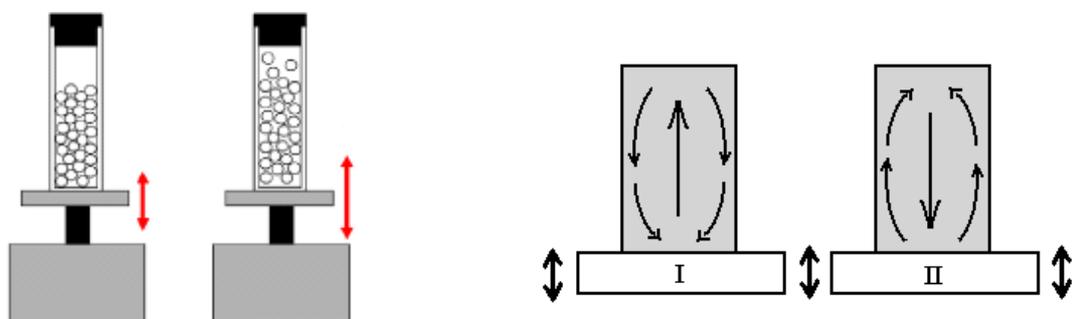


Abbildung 3.5: Rechte Seite: Versuchsaufbau für die Fluidisierung⁷. Linke Seite: Konvektionsbewegung innerhalb des Glasgefäßes nach [FRO 26]. **I**: Die Reibung zwischen Granulat und Behälterwand ist größer als zwischen den Granulatpartikeln. **II**: Die Reibung zwischen den Granulatpartikeln ist größer als zwischen Behälterwand und Granulat.

Um nun die Fluidisierung zu initialisieren, muss dem Granulat eine bestimmte Beschleunigung a_{fl} gegeben werden. Unter dieser Beschleunigung wird jegliche Anregung

⁷ Der Versuchsaufbau wurde der Veröffentlichung [SCH 19] entnommen.

verschluckt. Diese Beschleunigung ist abhängig von der Art der Anregung, die in diesem Fall sinusförmig war. Die Anregung kann dementsprechend wie folgt beschrieben werden:

$$A \cdot \sin(2\pi \cdot \nu t) = A \cdot \sin(\omega t) \quad (3.2),$$

wobei ω die Kreisfrequenz ist. Die Beschleunigung a_{fl} kann nun unter Berücksichtigung der Erdbeschleunigung g beschreiben durch:

$$a_{fl} = \frac{A \cdot \omega^2}{g} \quad (3.3)$$

Ist das Granulat benetzt, so wirken sich die Flüssigkeitsbrücken dämpfend auf die Konvektion aus. Die Fluidisierungsbeschleunigung a_{fl} muss erhöht werden, damit das Granulat den Übergang vom ruhenden Granulat zum fluidisierten Zustand zeigt. Hierbei müssen die Flüssigkeitsbrücken zunächst gegen die Oberflächenspannung gedehnt werden, um dann eventuell zu zerreißen oder um sich umzuverteilen.

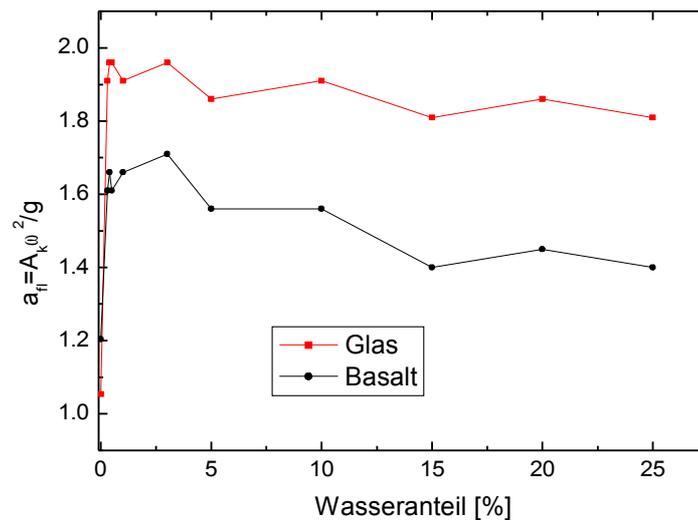


Abbildung 3.6: Die Fluidisierungsbeschleunigung a_{fl} über den zugefügten Wasseranteil am Gesamtvolumen der Probe. Die verwendete Frequenz lag bei 250 Hz und der Kugelradius betrug 280 μm (die y-Achse beginnt nicht bei 0).

In der Abbildung 3.4 kann man sehr gut erkennen, dass der Anstieg von a_{fl} bis zu einem Wasseranteil von 0,1 % sehr steil verläuft. Zu einer ähnlichen Aussage kam auch D. Geromichalos in seiner Dissertation [GER 3]. Sehr deutlich kann auch das unterschiedliche Verhalten von Glas- und Basaltkugeln verfolgt werden, was zu einem großen Teil an den bestimmten Kontaktwinkeln liegt, da über diese die Brückenkraft bestimmt wird (2.10).

3.3 Die Zentrifuge

Dieser Versuch dient der Bestimmung der Streckspannung eines Granulatvolumens. Die Streckspannung ist definiert als die maximale Zugkraft, die ein Material aushalten kann ohne dabei zu zerreißen. Da dieser Begriff normalerweise in der Materialwissenschaft auf Festkörper wie Metalle angewandt wird, ist seine Verwendung auf ein Ensemble von Teilchen, wie es eine Granulatprobe darstellt, nicht ohne Einschränkung zu machen. Eine frühere Arbeit zur Streckspannung einer Granulatprobe hatte dementsprechend auch einen Aufbau, der an die Messung der Streckspannung bei Metallstäben erinnert, in der die Proben zerrissen werden [PIE 15]. Da benetztes Granulat nicht zu greifen ist, wird es mithilfe einer Zentrifuge zerrissen.

Für den Versuch, wie er für diese Arbeit vorgenommen wurde, wird zunächst eine Granulatprobe wie in der Abbildung 3.5 in einen Glas- oder Spritzenkolben gegeben und mit einem Stempel verdichtet. Hierbei muss darauf geachtet werden, dass der Spritzenkolben hinter der Rotationsachse nur bis zu einer vorher bestimmten Länge r_z befüllt wird. Der Kolben wird danach auf einer drehbar gelagerten Scheibe fixiert, die mit einem Motor verbunden ist, der über eine Umdrehungskontrolle verfügt. Es empfiehlt sich schon vorab, mittels Markierungen das Finden der genauen Position zu beschleunigen.



Abbildung 3.7: Versuchsaufbau des Zentrifugenversuchs⁸.

Bei einer kritischen Umdrehungsgeschwindigkeit ω_k löst sich der der Öffnung zugewandte Teil der Probe. Je nach zugefügtem Wassergehalt und verwendeter Granulatart sind so die Werte der Umdrehungsgeschwindigkeit und mit ihr die auf die Probe wirkenden Kräfte charakteristisch für ein Ablösen der Probe. Verantwortlich für das Zerreißen der Granulatprobe ist die Kraft

$$F_z = \omega^2 \cdot r_z \quad (3.4),$$

die während des Versuchs auf die Probe wirkt. Diese Kraft muss der Summe aus Reibungskraft F_R und den zusammenhaltenden Kräften der Flüssigkeitsbrücken F_{Fl}

⁸ Der Versuchsaufbau wurde der Veröffentlichung [SCH 19] entnommen.

entsprechen, wobei F_{Fl} in diesem Versuch als die Streckspannung F_{TS} identifiziert wird, welche einen mechanischen Widerstand gegen das Zerreißen bietet:

$$F_z = F_{TS} + F_R \quad (3.5).$$

Durch Variation der Länge r_z in mehreren Messreihen, kann man die Reibungskraft aus der Bestimmung der Streckspannung eliminieren und die Ergebnisse nach dem verwendeten Wasseranteil ordnen.

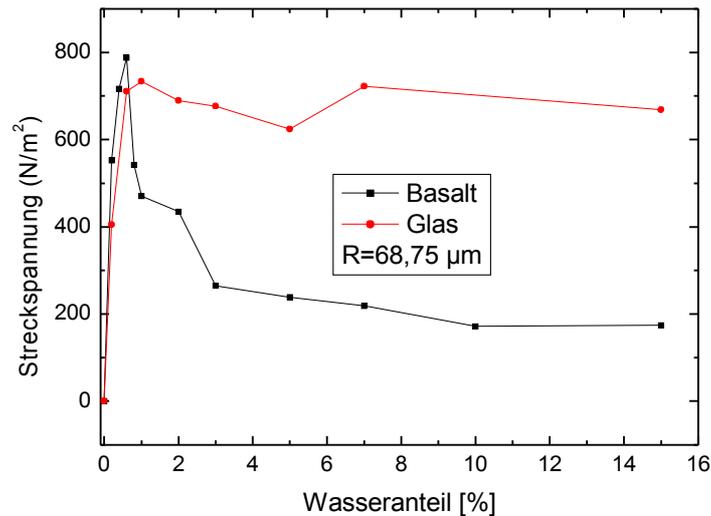


Abbildung 3.8: Ergebnis des Zentrifugenversuchs. Streckspannung von Glas- und Basaltkugeln bei verschiedenen Wasseranteilen.

Die Messung wurde mit Glas- und Basaltkugeln durchgeführt, wobei jeweils dieselbe Probe verwendet wurde wie bei den Scherexperimenten. Das Verhalten der Materialien lässt sich hier nicht allein durch einen anderen Kontaktwinkel erklären.

3.4 Röntgentomographie

Bei diesem Verfahren wird mit einem intensiven Röntgenstrahl eine kleinere Scherzelle während der Scherung durchleuchtet. Hinter der Scherzelle befindet sich ein Szintillatorschirm und eine Kamera zur Aufnahme der auf dem Schirm erscheinenden Lichtsignale. Die Scherzelle wird während der Aufnahme langsam gedreht, so dass durch rechnergesteuerte Bearbeitung der Aufnahmen ein dreidimensionales Bild der Wasserverteilung entsteht. Die Glaskugeln werden dabei aus dem Bild herausgenommen.

Die Scherung erfolgt dabei sehr langsam, damit möglichst jede Scherphase auch als dreidimensionales Bild aufgenommen werden kann. Hierbei spielt die mögliche Intensität des Strahls eine entscheidende Rolle, weshalb der Schritt hin zu hochauflösenden monochromatischen Strahlen unternommen werden soll. Da über den Röntgenstrahl auch die Maße der Scherzelle vorgegeben war, musste für diese Messung eigens eine Scherzelle entworfen werden, deren kleinere Scherkammer vollständig von dem Strahl erfasst werden kann.

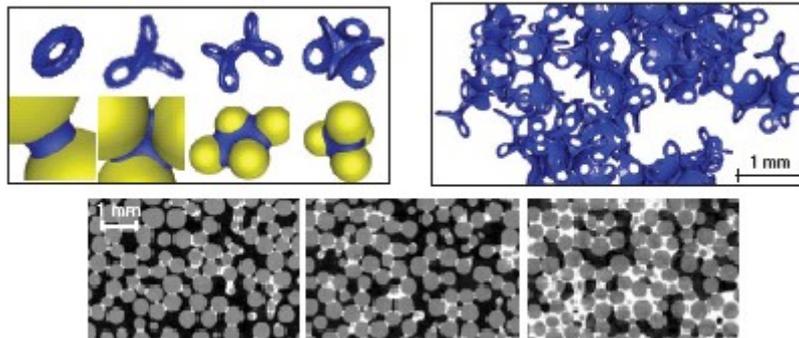


Abbildung 3.9: Errechnete dreidimensionale Flüssigkeitsverteilung in einem Kugelcluster⁹.
Darunter Clusterbildung bei verschiedenen Flüssigkeitsanteilen.

Die nötige Röntgenquelle befindet sich am *European Synchrotron Radiation Facility* in Grenoble. Die für die Abbildung 3.9 benötigten Aufnahmen wurden im Frühjahr 2008 dort gemacht. Ein weiterer Forschungsaufenthalt mehrerer Mitarbeiter des Max-Planck-Instituts für Dynamik und Selbstorganisation im Winter 2008 war bis zur Abgabe dieser Hausarbeit noch nicht vollständig ausgewertet.

3.5 Scherexperimente

Bei dieser Messmethode soll der mechanische Widerstand von einer benetzten Granulatprobe gegenüber einer Scherbewegung gemessen werden. Da dies durch verschiedenste Aufbauten realisiert werden kann, sind Vergleiche zwischen den unterschiedlichen Ansätzen nur bedingt möglich und Ergebnisse anhand ihrer Fragestellung zu lesen.

⁹ Die Abbildung wurde der Veröffentlichung [SCH 20] entnommen.

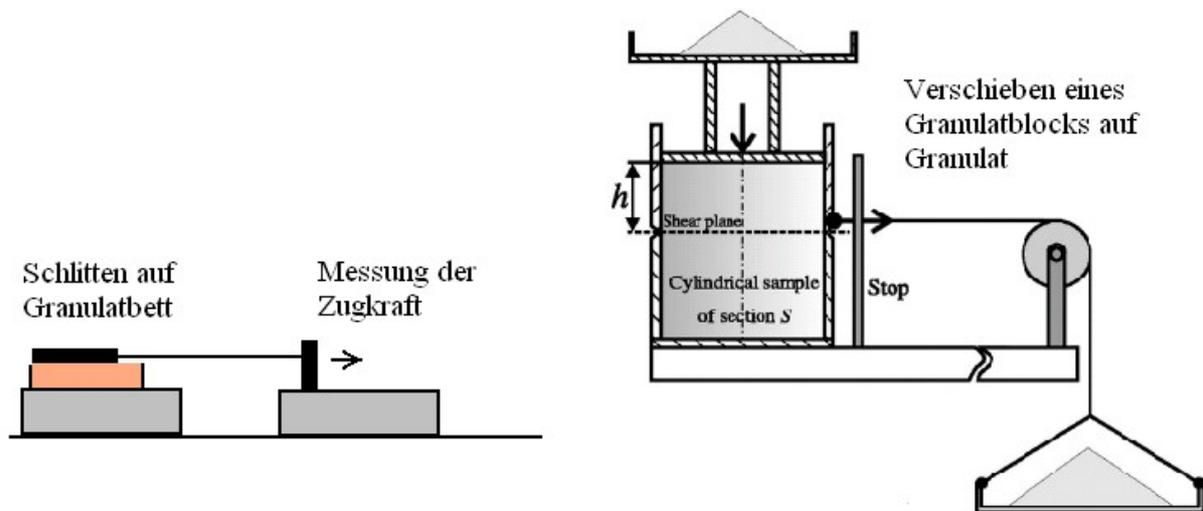


Abbildung 3.10: Aufbauten für vorherige Scherexperimente¹⁰. Links: Aufbau mit Schlitten, rechts: Aufbau mit einer ummantelten Granulatschicht.

Am Anfang solcher Messungen steht zunächst das Phänomen der Modellierbarkeit von feuchtem Sand. Anders als im trockenen Zustand widersteht eine Sandburg wegen des benetzten Sandes dem sofortigen gravitationsbedingten Zerfall, bis die natürliche Verdunstung der Flüssigkeit bewirkt, dass sich Schicht um Schicht löst. Doch auch ein zuviel an Wasser kann die Modellierbarkeit beeinträchtigen. Übertragen auf einen größeren Maßstab sind dies Ereignisse, in denen ausgelöst durch Erdbeben oder starke Regenfälle ganze Berghänge in Bewegung geraten. Aus diesen Gründen ist gerade das Scherverhalten von trockenem und feuchtem Granulat als Funktion der Reibung oder des Feuchtigkeitsgehalts Gegenstand von Forschungsvorhaben. In diesen Untersuchungen wurden belastete Schlitten [NAS 14], [PIE 16], beziehungsweise ummantelte Granulatschichten [RIC 17] über plane Granulatflächen gezogen, um dabei benötigte Kräfte zu bestimmen. Während bei trockenem Granulat die Reibung überwiegt, sind es im benetzten Fall die Kräfte der sich bildenden Flüssigkeitsbrücken, die für das Scherverhalten ausschlaggebend sind.

Eine zumindest kommerziell sehr erfolgreiche Variante stellt die Scherzelle der Firma Freeman Technology aus Großbritannien dar. Sie wurde für den Einsatz in der Pharmaindustrie optimiert, um dort mit ihr die Eigenschaften von Granulatmischungen zu untersuchen, bevor diese später zu Tabletten oder Kapseln weiterverarbeitet werden. Bei diesem Modell wird die Kraft gemessen, die an einem Rührwerk wirkt, welches sich in dem zu untersuchenden Granulat dreht. Aus dieser Messung schließt man auf das Fließverhalten und vor allem auf die Segregationseigenschaft der Granulate.

¹⁰ Die Versuchsaufbauten wurden den Veröffentlichungen [PIE 16] und [RIC 17] entnommen, bzw. nachempfunden.



Abbildung 3.11: Scherzellenmodell der Firma Freeman Technology¹¹.

Die obige Verwendung ist momentan vielleicht die wichtigste wirtschaftliche Anwendung von Scherzellen. Gerade mit dem Hintergrund, dass zum Beispiel über 60 % der Erzeugnisse der chemischen Industrie Granulate sind [WEB 28], ist das Interesse an der Erforschung ihrer Eigenschaften immens. Doch auch für das Verständnis von Lawinen und Erdbeben, die in ihrem Profil jeweils eine Scherung darstellen, sind Scherexperimente von Bedeutung.

Die Scherexperimente, welche den experimentellen Hauptteil der vorliegenden Arbeit darstellen, weichen in ihrem Aufbau und ihrer Funktionsweise von den oben vorgestellten Methoden ab. Aus diesem Grund werden Versuchsaufbau und die durchgeführten Messung in den nächsten Kapitel ausführlich vorgestellt.

¹¹ Die Abbildung wurde der Homepage der Firma unter dem Link [FRE 29] entliehenen.

4. Aufbau und Datenverarbeitung

4.1 Aufbau und Steuerung

Die gesamte Messapparatur bestand aus der eigentlichen Scherzelle, zwei rechnergesteuerten Servomotoren mit aufmontierten Spritzen und einer Platine mit drei verlöteten Drucksensoren. Diese Komponenten waren über Kunststoffschläuche, die mit Wasser gefüllt waren, miteinander verbunden.

Für die Datenaufnahme und Verarbeitung standen eine Messkarte NI DAQPad – 60 15 von National Instruments, sowie ein Rechner mit diverser Software bereit. Hierbei war die Auswertung der Daten ebenfalls überdacht und mit Hilfe der Analysesoftware Matlab R2006a automatisiert worden, so dass man den Fokus auf die Messungen legen konnte.

Die Maße der Scherzelle wichen von denen des Vorgängermodells insoweit ab, als dass die Probenkammer mit 3 cm einen größeren Durchmesser besaß und durch verschieden große Ringe der Abstand zwischen den Latexmembranen variiert werden konnte¹².

Die Motoren und mit ihnen die Spritzen wurden durch das Programm LabVIEW 8.5.1 angesteuert, welches dem Nutzer zahlreiche Optionen bereithielt. So konnte die Geschwindigkeit, die Nullposition sowie der Laufweg eines jeden einzelnen Motors individuell eingestellt und die Position der Motoren während eines Schervorgangs über eine Anzeige verfolgt werden.

4.2 Datenaufnahme

Die in den Schlauchverbindungen herrschenden Drücke wurden mit zuvor kalibrierten Druckumwandlern¹³ der Firma RS Components direkt in Spannungen transferiert und von der Messkarte mit einer Rate von 200 Datenpunkten pro Sekunde aufgenommen. Während der Messung wurden die Signale in Echtzeit über das Programm LabVIEW SignalExpress am

¹² Die Ringe haben eine Höhe von 5, 10, 15 und 20 Millimeter.

¹³ Im Folgenden werden die Druckumwandler allgemein als Drucksensoren bezeichnet. Sollte eine genauere Unterscheidung notwendig sein, so wird die Nummerierung P1, P2 und P3 aus Abbildung 4.1 benutzt. Zur Unterscheidung zwischen Drucksensoren und Drücken werden die Drücke im Text mit einem kleinem p wiedergegeben.

Bildschirm wiedergegeben. Die laufende Messung konnte so direkt überwacht und gegebenenfalls sofort gestoppt werden, falls dies notwendig erschien.

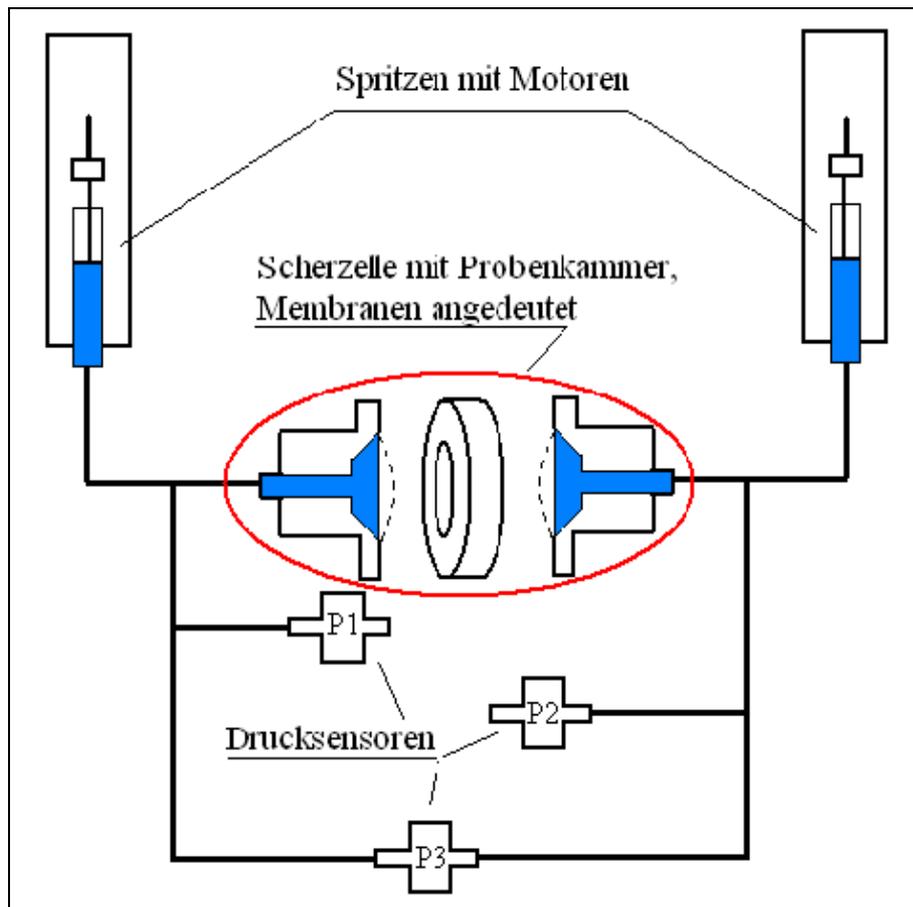


Abbildung 4.1: Zeichnung der Scherzelle mit den Servomotoren und den Drucksensoren.

Zur Kalibrierung der Drucksensoren diente eine leichtgängige Spritze als ein mit Wasser gefüllter Kolben. Über die Verwendung bekannter Massen und der Fläche des Spritzenkolbens konnten die Spannungssignale der Sensoren so mit einem geeigneten Faktor zur Kalibrierung versehen werden. Die Kalibrierung wurde bei Ausfall eines einzelnen Drucksensors auch für die zwei älteren Sensoren wiederholt. Vergleiche dieser Kalibrierungen mit der vorherigen zeigten, dass das Sensorverhalten innerhalb der Fehlergrenzen über lange Zeiträume kontinuierlich bleibt. Auch bei der Kalibrierung wurde großen Wert auf schnelle und unkomplizierte Handhabung gelegt.



Abbildung 4.2: Explosionsdarstellung eines defekten Drucksensors
 I ist eine Dichtung, II ist der Piezokristall und III ist eine leitfähige Dichtung.

4.3 Datenverarbeitung

Nach einer erfolgten Messung wurden die registrierten Spannungen von der Messkarte auf den Rechner übertragen und danach in die Analysesoftware eingelesen. Die Software rechnete nun die Spannungen mittels der Kalibrierungsfaktoren in Drücke um und trug für jeden abgeschlossenen Scherzyklus die zwei Differenzdrücke¹⁴ gegen die Zeit und damit gegen die mittlere Scherung¹⁵ des Granulats auf.

In einem zweiten Schritt wurden die Differenzdrücke einer Periode ein weiteres mal aufgetragen. Bei dieser Auftragung startete die Software bei einem Peak, und trug zunächst die Differenzdrücke gegen die Zeit bis zum nächsten negativen Peak auf. Danach wurde die zweite Hälfte der Scherperiode mit negativer Zeitauftragung dem Graphen hinzugefügt. Bedingt durch die Schersteifigkeit erhielt man eine Hystereseschleife. Aus einem Mittelbereich der entstehenden Hystereseschleifen wurde nun die Schersteifigkeit d_p durch Messung des Abstandes der beiden Äste der Hystereseschleifen bestimmt. Diese Schersteifigkeit d_p stellt die charakteristische Kenngröße dar, die in den meisten Schermessungen bestimmt wurde.

Das folgende Diagramm soll zur weiteren Verdeutlichung der Auswertung dienen und stellt die einzelnen Rechen- und Ausgabeschritte von Matlab dar.

¹⁴ Im Folgenden werden diese Differenzdrücke zusätzlich mit Δp bezeichnet.

¹⁵ Die mittlere Scherung betrug ungefähr 780 μm .

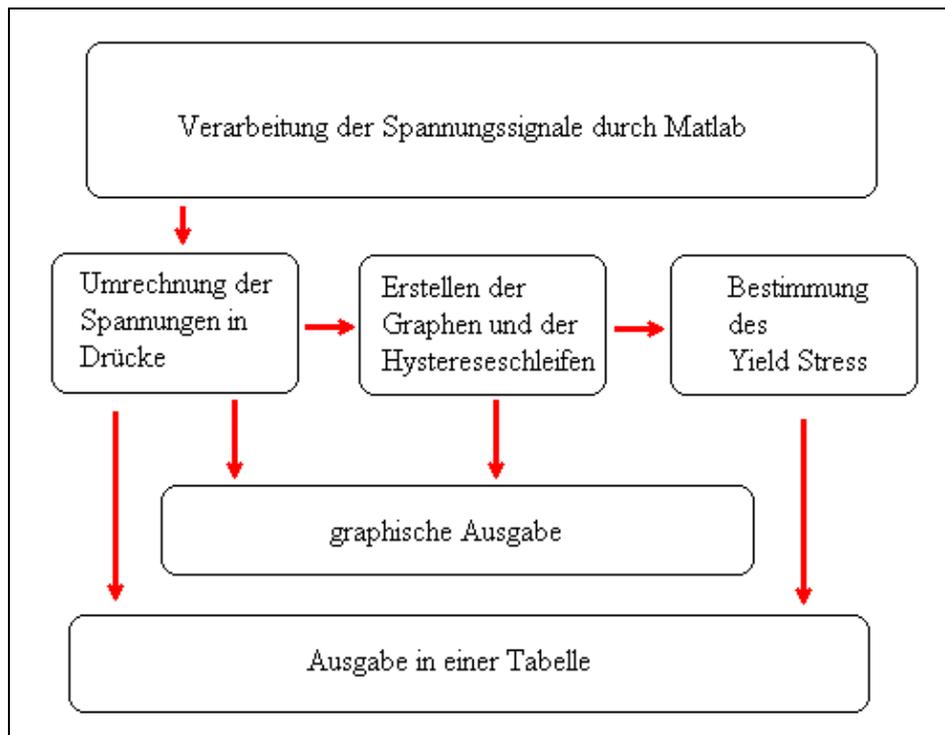


Abbildung 4.3: Schema der Datenverarbeitung. Die Bearbeitung der Daten wurde durch die Analysesoftware Matlab erheblich vereinfacht.

Die Software schnitt automatisch die ersten drei Scherzyklen einer Messung ab, um die leichten Schwankungen am Anfang einer Messung nicht in die Auswertung mit einfließen zu lassen. Später wurden Messungen mit zwölf und mehr Scherzyklen für eine bessere Fehlerminimierung unternommen. Um die reine Rechenzeit zu verkürzen, war es nötig, der Software die ungefähren Abstände der zu erwartenden Spannungsspitzen mitzuteilen, die sich aus dem Laufweg und der Geschwindigkeit der Scherungen ergaben. Dabei wurde zunächst nach den Spannungsspitzen gesucht. Durch Vorgabe der ungefähr zu erwartenden Abstände zwischen den Spannungsspitzen konnte die Effizienz der Software gesteigert werden.

In weiteren Schritten bestimmte das Programm den durchschnittlichen Druck pro Scherzyklus im Messaufbau und erstellte aus den zwei gewonnenen Differenzdrücken für jeden Scherzyklus zwei Hystereseschleifen. Hierbei wurden die Differenzdrücke über die mittlere Scherung des Granulats aufgetragen.

Das Programm gab die gemessenen Drücke, die Differenzdrücke Δp und die Hystereseschleifen in drei Grafiken wieder, die zur Illustration hier wiedergegeben werden.

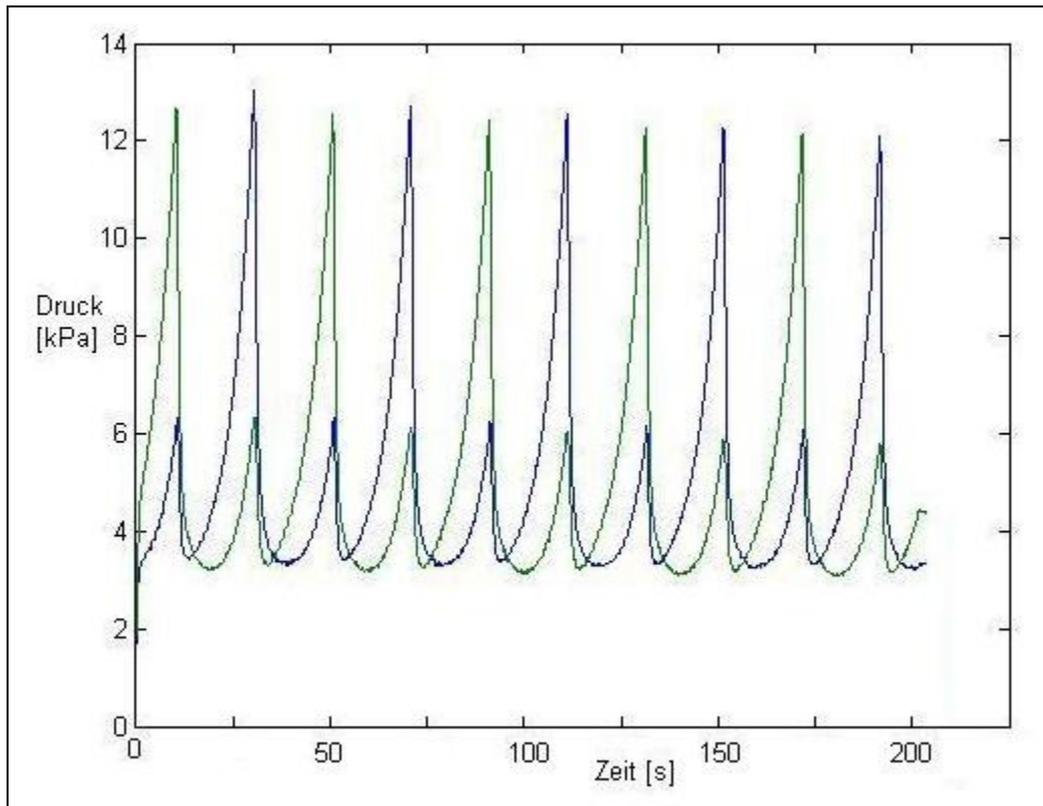


Abbildung 4.4: Drucksignal der zwei Sensoren als graphische Ausgabe von Matlab. Deutlich sichtbar sind der An- und Abstieg des Drucks.

Während auf der y-Achse der graphischen Ausgabe von Matlab schon der Druck in kPa wiedergegeben wurde, gab die Software auf der x-Achse die Anzahl der Datenpunkte an. Über die Aufnahmezeit der Messkarte konnte so die x-Achse zu einer Zeitachse umgeschrieben werden.

Die grüne Kurve in Abbildungen 4.5 ist aus den beiden Drucksignalen erstellt, die in Abbildung 4.4 zu sehen sind. Bedingt durch die Vorgabe an die Software, dass sie das blaue Signal aus 4.4 von dem grünen Signal aus 4.4 abziehen sollte, ergaben sich fünf Peaks in positiver Ausrichtung und fünf negative Peaks.

Die folgenden Abbildungen 4.5 und 4.6 geben die Differenzdrücke Δp und die aus ihnen bestimmten Hystereseschleifen wieder. Die Farbgebung bei Abbildung 4.4 und Abbildung 4.5 kann irreführend wirken, da bei der Ausgabe der graphischen Daten auf explizite Farbwahl verzichtet wurde.

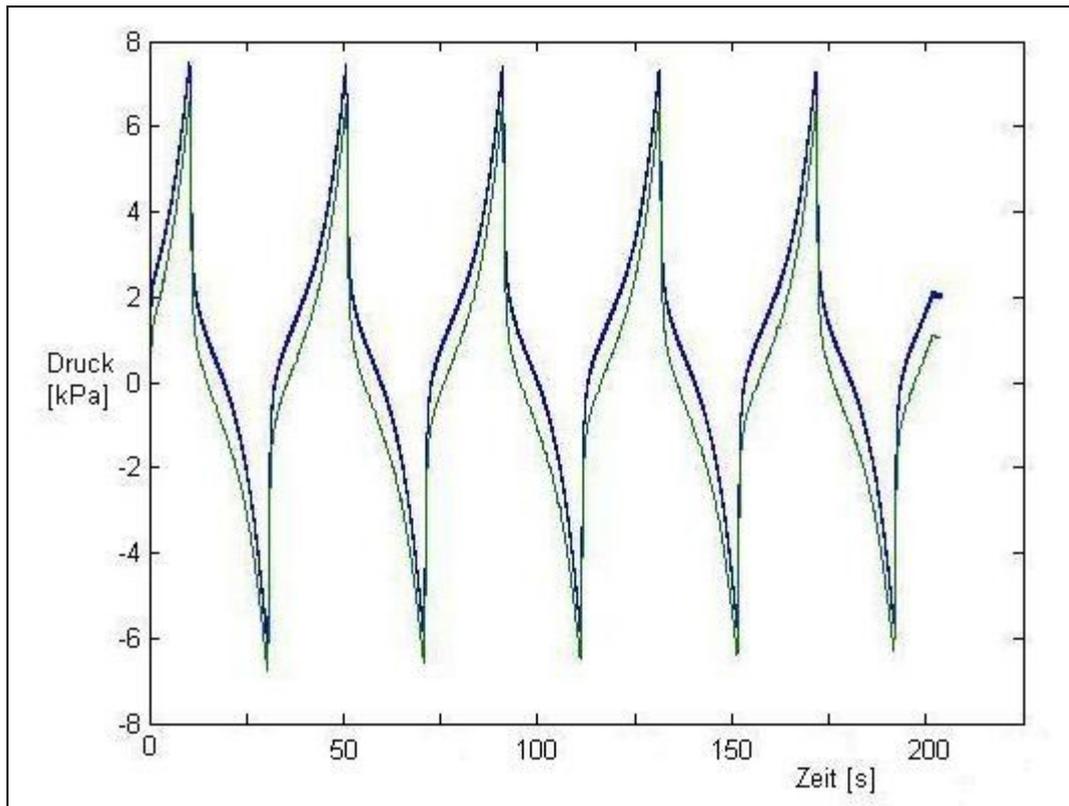


Abbildung 4.5: Der Differenzdruck Δp , der sich aus den unterschiedlichen Drücken in den Verbindungsschläuchen während der Scherungen ergibt. Die grüne Kurve errechnet das Programm aus den beiden Einzeldrücken, die blaue Kurve wurde mit dem Differenzdrucksensor gemessen.

Wie man aus der Grafik ersehen kann, stimmen die errechneten und die gemessenen Werte für den Differenzdruck sehr gut überein, auch wenn es zwischen den zwei Kurven einen geringeren Abstand gibt. Diese Übereinstimmung rechtfertigt damit das Heranziehen des errechneten Differenzdrucks Δp , um pro Messung einen zweiten Wert für die Schersteifigkeit zu erhalten. In Abbildung 4.6 wurde eine vollständige Periode der Drucksignale mit dem aus ihnen errechneten Differenzdruck gegenüber gestellt. Aus dem errechneten und dem gemessenen Differenzdrucksignal wurden in einem weiteren Arbeitsschritt die Hystereseschleifen erstellt.

Die Hystereseschleifen dienen nun zur Bestimmung der Schersteifigkeit, indem der Abstand zwischen dem oberen und dem unteren Ast gemessen und danach über mehrere Abstände gemittelt wurde. Dies wird in der Grafik 4.7 durch die eingefügten Pfeile symbolisch dargestellt.

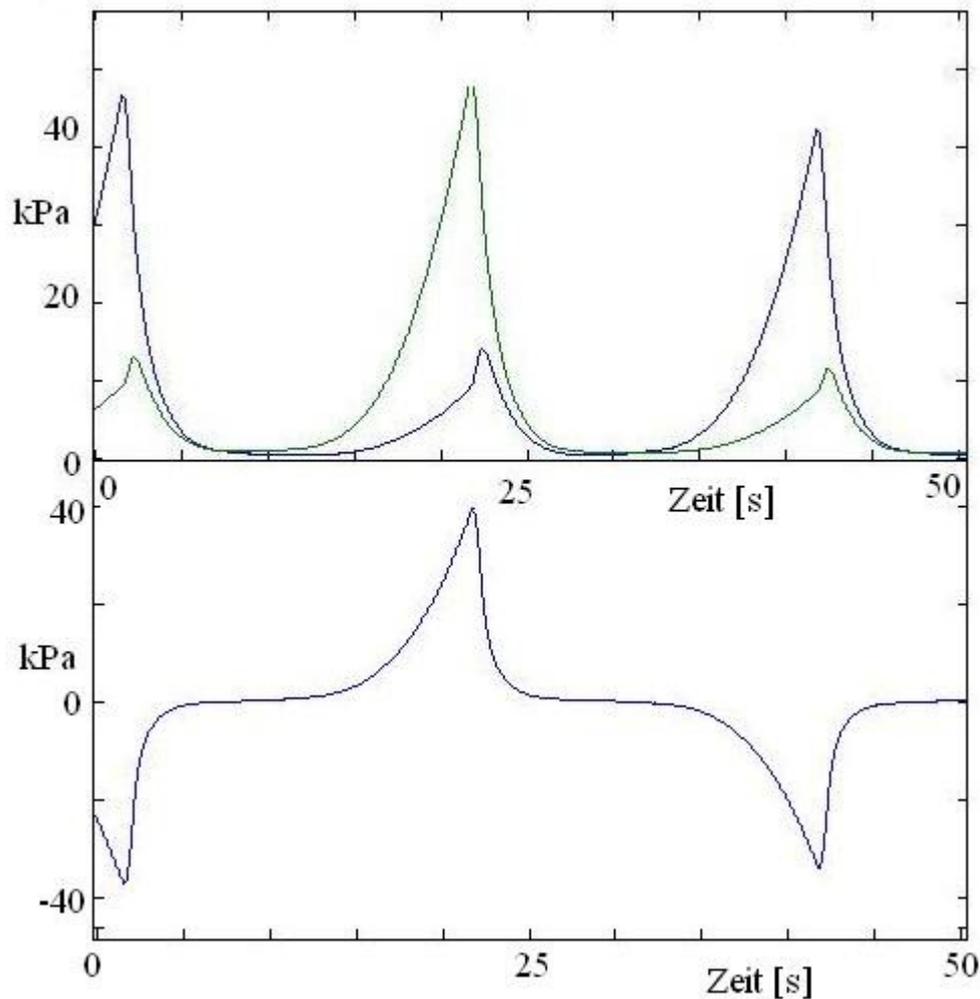


Abbildung 4.6: Zeitgleiche Abbildung der Drücke, die von den Drucksensoren registriert wurden und der aus beiden Drücken errechnete Differenzdruck.

Da die Messungen im Prinzip über die Änderungen von Volumina laufen, war es notwendig, das System so steif wie möglich zu halten. Ein Nachteil dieser Methode war, dass die erreichten Druckspitzen die Hystereseschleifen an ihren Enden nach oben, bzw. nach unten zogen. Eine Auswertung dieser Bereiche hätte zur Verfälschung des Ergebnisses geführt. Daher wurde der Auswertungssoftware mit der Eingabe der Abstände der Spannungsspitzen gleichzeitig ein Längenbereich vorgegeben, der rechts und links von der x-Nullposition der Hystereseschleife für die Auswertung genutzt werden sollte. Somit konnten die Schwankungen zwischen den gemittelten Ausgabewerten gering gehalten werden.

Über eine geeignete Kalibrierung hätte man die beiden Hystereseschleifen auch übereinander legen können. Da die Schersteifigkeiten aber aus dem absoluten Abstand der beiden Hystereearmen bestimmt wurde, hätte diese Maßnahme nichts am Ergebnis verbessert und wurde daher nicht weiter verfolgt.

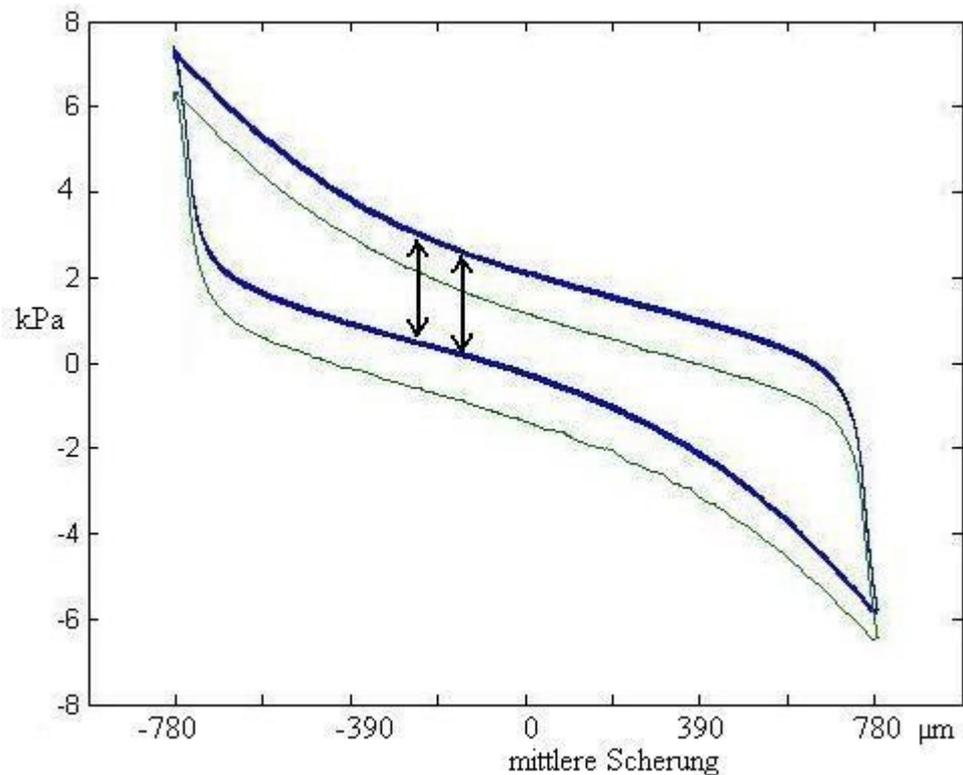


Abbildung 4.7: Die von Matlab erarbeiteten Hystereseschleifen.

Blau die Hysterese, die direkt aus dem Differenzdrucksensor P3 gewonnen wird, grün die Hysterese, aus der Differenz von P1 und P2.

Nachdem die Software die Graphen ausgegeben hatte, erstellte sie noch eine Tabelle, welche die wichtigsten Daten enthielt. Dies waren die gewonnene Schersteifigkeit dp aus beiden Hystereseschleifen, die durchschnittlichen Drücke $p1$ und $p2$, welche die Sensoren P1 und P2 in einem Scherzyklus gemessen haben und der gemittelte Druck aus diesen beiden Werten.

$dp1$ aus der Blauen	$dp2$ aus der Grünen	$\langle p1 \rangle$	$\langle p2 \rangle$	$\left\langle \frac{p1 + p2}{2} \right\rangle$
1.7638951	1.8632146	4.5331736	4.0693606	4.3012671
1.7429587	1.8258664	4.4823636	4.0631623	4.2727630
1.7146047	1.7934789	4.4476789	4.0467464	4.2472127
1.6934481	1.768329	4.4277391	4.0379029	4.2328210
1.6868659	1.7628704	4.4094821	4.0204181	4.2149501

Abbildung 4.8: Werte aus einer Ausgabetabelle mit Bezeichnung.

Alle Werte sind in Kilopascal angegeben.

Da bei all diesen Werten die Dehnung der Membranen mitgemessen wurde, war es unerlässlich diese nochmals direkt aufzunehmen. Dazu wurde der Ring, der zwischen den

Membranen die Probenkammer bildete, entfernt und beide Membranen aufeinander gebracht. Mit den Motorpumpen wurden nun die Membranen mit der gleichen Amplitude gedehnt, die auch bei den Scherexperimenten verwendet wurde. Dadurch konnte gezeigt werden, dass die Membranen zumindest bei den verwendeten Scheramplituden dem Hookschen Gesetz folgen.

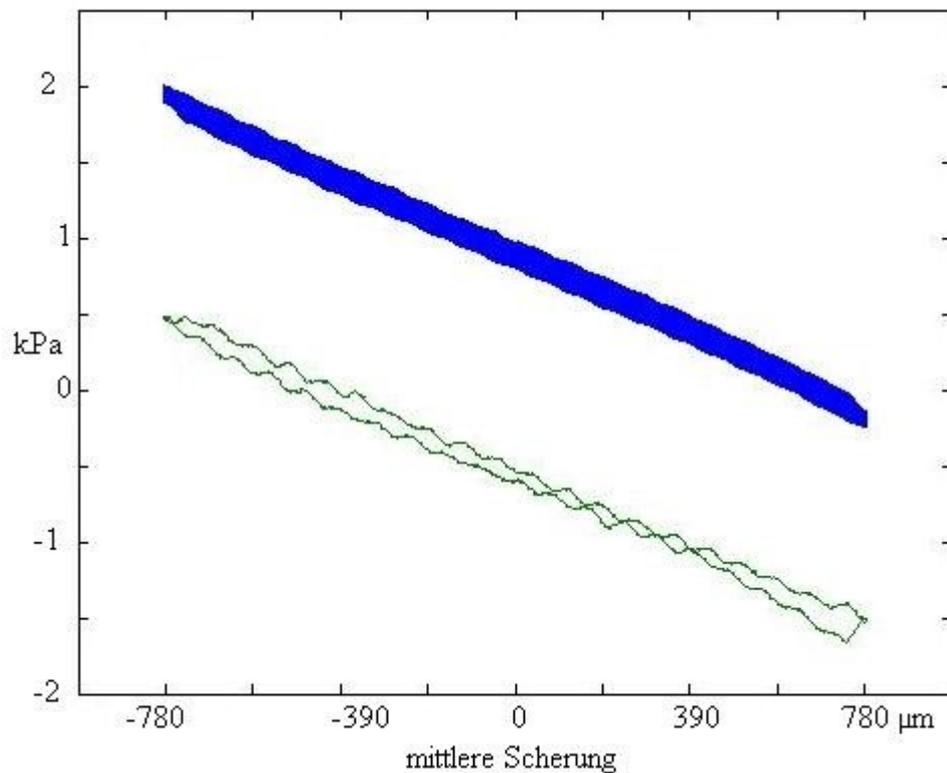


Abbildung 4.9: Die Hystereseschleife aus der Messung der Membrandehnung.

4.4 Fehlerquellen und Fehlervermeidung

Als eine der größten Fehlerquellen muss man bei diesen Messungen die Befüllung der Scherzelle ansehen. Es ist nicht möglich, eine homogene Packungsdichte während dieses Vorgangs zu erreichen, doch mit ein bisschen Übung kann man zumindest den systematischen Fehler gering halten.

Beim Befüllen sollte besonders das benetzte Granulat nicht zu locker in die Scherzelle eingebracht werden. Ein wiederholtes vorsichtiges Verdichten von geringen Mengen mit einem Teflonstempel hat hier gute Resultate geliefert. Diese Art der Verdichtung kann man direkt über die Drucksignale am Bildschirm verfolgen. Ist eine Probe zu sehr verdichtet, den Ausschlag hierzu liefern hauptsächlich Erfahrungswerte, dann ist die Zelle zu entleeren und der Befüllvorgang zu wiederholen. Abschließend muss das überschüssige Granulat vorsichtig entfernt werden, so dass die Probe keinerlei Wölbung aufweist. Auch das Zusammensetzen

der Scherzelle nach der Befüllung kann die späteren Ergebnisse beeinflussen. Durch ein ungleichmäßiges Anziehen der Feststellschrauben kann sich ein hoher Druck innerhalb der Scherzelle aufbauen. Ein Teil dieses Drucks wird während der Einscherphase durch eine Umsortierung des Granulats abgebaut, doch ist es ratsam, den Druck auf die Membranen mittels der Spritzensteuerung schon vorher zu verringern, damit die Apparatur keinen Schaden nimmt.

Während einer laufenden Messung sollte die Scherzelle ruhig liegen und stoßfrei gelagert werden. Bewegungen mit nicht allzu großen Beschleunigungen können ohne große Probleme durchgeführt werden, doch sollte hierbei immer das hohe Maß an Sensitivität der Scherzelle, welches durch die Steifigkeit des Aufbaus erreicht wird, berücksichtigt werden.

Eine Fehlerquelle stellt die Steifigkeit des Systems dar. Sie schlägt sich in den lang gezogenen Spitzen der Hystereseschleifen nieder. Um bei der Auswertung hierdurch keinerlei fehlerhaften Werte für den Yield Stress zu bekommen, ist in der Auswertungssoftware ein Intervall vorzugeben, das für die Auswertung herangezogen werden soll. In den meisten Auswertungen bezeichnete dieses Intervall den Bereich von ungefähr $\pm 100 \mu\text{m}$ um den Nulldurchgang.

Für die Umwandlung von Drücken in Spannungen wurden nichtkompensierte Druckumwandler benutzt. Diese sind nach ihrer Verlotung noch zu kalibrieren. Hierbei wurden mehrere Möglichkeiten nach ihrer Genauigkeit und Praktikabilität hin untersucht. Zunächst wurden bekannte Gewichte direkt auf die Membran gebracht und über den Vergleich des Solldrucks zum errechneten Druck aus den abgegebenen Spannungen der Sensoren ein Faktor gewonnen. Dieser Faktor wurde durch die Auswertungssoftware in die Umrechnung der aufgenommenen Spannungen mit einbezogen. Da die gesamte Messapparatur auf die Änderung von Volumina reagiert, war diese Methode nicht geeignet, da die Verformungen der Membranen Abweichungen bis zu 15 % verursachten. Die daraufhin praktizierte Methode bestand darin, eine besonders leichtgängige und mit Wasser gefüllte Spritze mit dem Schlauchsystem ohne die Membranen zu verbinden und den Spritzenkolben mit den Gewichten zu belasten. Wieder wurden Solldruck und errechneter Druck miteinander verglichen und über einen Fit ein Kalibrierungsfaktor für die Umrechnung gefunden. Wie im Graph 4.9 deutlich wird, ist die so durchgeführte Kalibrierung erheblich besser geeignet.

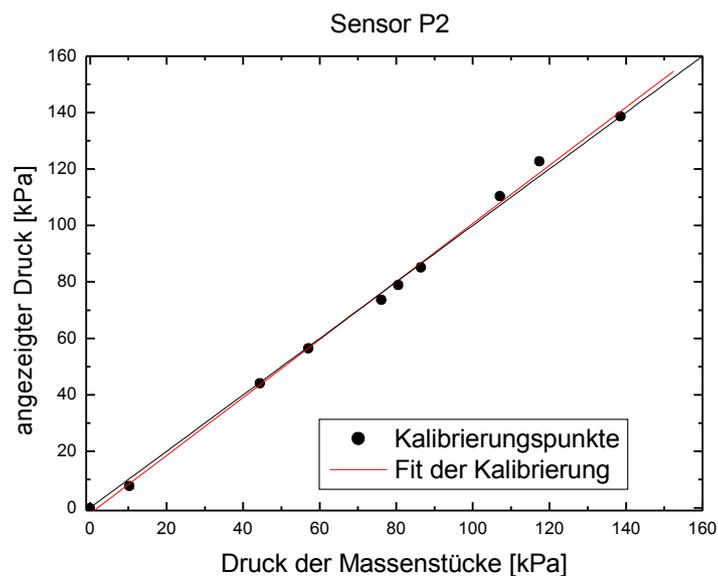
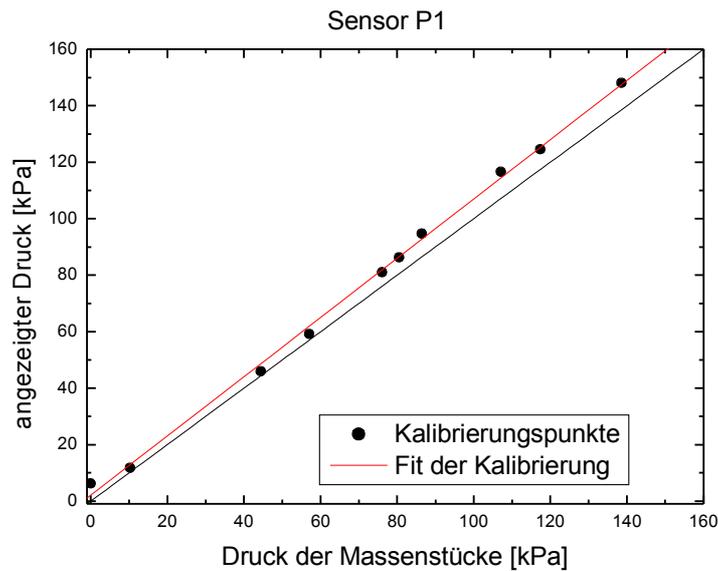


Abbildung 4.10: Kalibrierung der Drucksensoren P1 und P2 mit denen gemessen wurde.

Die schwarze Linie zeigt den Idealfall an, bei dem die Drücke gleich sind.

Die Drucksensoren waren nicht kompensiert. Registrierte die Messkarte von einem Sensor keine Spannung, dann war dies nicht gleichbedeutend damit, dass der Sensor keinen Druck registrierte. Diese Nullposition des Sensors wurde daher ebenfalls in der beschriebenen Kalibrierung vorgenommen. Hierzu wurde das Sensorsignal der Sensoren aufgenommen, wenn sie nicht mit dem System über die Druckschläuchen verbunden waren. In diesem Fall herrschte auf beiden Seiten des Drucksensors der Atmosphärendruck. Der hierbei ermittelte

Spannungswert, welcher der tatsächlichen Nullposition des Sensors entsprach, wurde mit der Analysesoftware später vom aufgenommenen Spannungssignal des Sensors wieder abgezogen. Im oberen Graphen von Abbildung 4.10 ist deutlich zu sehen, dass der erste Messpunkt nicht auf der Null liegt. Für jeden neu verwendeten Sensor wurde die Kalibrierung wiederholt, da sich die baugleichen Sensoren nicht unbedingt gleich verhielten. Jedoch blieben die Schwankungen in dem vom Hersteller angegebenen Bereich.

Bei den gedehnten Membranen der Scherzelle wurde eine sphärische Form angenommen. Um diese Annahme zu überprüfen, wurde das gepumpte Wasservolumen mit dem Volumen einer Kugelkappe mit bestimmter Höhe verglichen, wobei die Höhe der Membranform bei gleichem gepumptem Volumen direkt gemessen wurde.

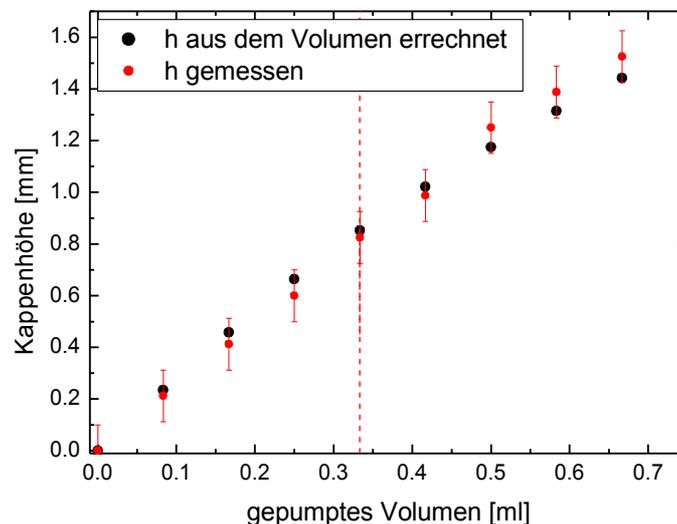


Abbildung 4.11: Die Höhe der Membrankappe, aufgetragen über das gepumpte Volumen. Das regulär gepumpte Flüssigkeitsvolumen ist markiert.

Da das gepumpte Volumen mittels der Motorsteuerung sehr genau vorgegeben werden konnte, wurden für diese Werte kein Fehler veranschlagt. Die Annahme einer Kugelkappe wurde so durch die Ergebnisse in Abbildung 4.11 gerechtfertigt und konnte so zur Bestimmung der Scheramplitude herangezogen werden.

5. Messergebnisse und Diskussion

Die für die Messungen genutzte Scherzelle war eine Weiterentwicklung des Aufbaus und der Scherzelle, die von Dr. Geromichalos für seine Dissertation verwendet wurde. Bei dem neuen Entwurf wurde großer Wert auf eine unkomplizierte Handhabung gelegt, ohne dabei zu Lasten der Ergebnisse Abstriche machen zu müssen. Der eigentliche Schervorgang ist jedoch identisch mit dem dort beschriebenen, so dass die von Dr. Geromichalos [GER 3] getätigten Messungen mit genaueren Ergebnissen nicht nur wiederholt werden konnten, sondern auch Versuchsreihen durchgemessen werden konnten, die mit dem älteren Modell nicht denkbar waren.

Die Unterschiede zur alten Scherzelle bestehen in den Abmessungen, der Verwendung von Servomotoren statt Schrittmotoren für die Spritzen und der Messung des Drucks auf beiden Membranen über Drucksensoren. Die hierdurch gewonnene zweite Bestimmung des Differenzdrucks diente zur Kontrolle des Signals des Differenzdrucksensors und ergänzte die Auswertung um einen zweiten Wert der Schersteifigkeit.

5.1 Vorbereiten der Probe

Für die Messungen wurden Glas- und Basaltkugeln der Firma Whitehouse Scientific mit verschiedenen Radien¹⁶ genutzt. Jede der verwendeten Proben ist vor dem Befüllen der Scherzelle zunächst gründlich mit Wasser und danach mit Ethanol gereinigt worden, so dass nach dem Trocknen für die Benetzung möglichst ideale Bedingungen vorlagen.

Zur Messung von Eigenschaften feuchter Granulate musste zudem der Probe ein genauer Volumenanteil an Benetzungsflüssigkeit, zumeist Wasser, hinzugefügt werden. Der Anteil wurde dabei prozentual am Volumen einer verdichteten vorgegebenen Probenmenge abgemessen. Durch kräftiges und andauerndes Rütteln sowie einer Durchmischung mit einem Rührlöffel konnte die Flüssigkeit annähernd homogen in dem Granulat verteilt werden.

Gut verschlossen ist eine so präparierte Probe nach kurzer erneuter Durchmischung noch ein bis zwei Tage verwendbar. Danach sollte eine neue Probe angesetzt werden. Besonders kritisch ist der Vorgang des Befüllens der Scherzelle. Hierbei wurde möglichst schnell immer die gleiche Menge an Granulat in die Probenkammer eingebracht, wobei mittels eines

¹⁶ Die Durchmesserangaben des Herstellers lauten 125 – 150 μm für beide Kugelarten. Für eine weitergehende Untersuchung der Radienverteilung innerhalb der Proben wird hier auf das Kapitel 3 verwiesen.

Teflonstempels die Probe vorsichtig verdichtet wurde. Da diese Art der Befüllung einen großen Unsicherheitsfaktor darstellt, wurden mehrere Füllungen nach erfolgter Messung in getrocknetem Zustand mit einer Feinwaage gewogen. Dabei zeichnete sich ab, dass bei einer Befüllung mit trockenen Glaskugeln eine Packungsdichte relativ zum Scherzellvolumen von 0,602 erreicht wurde. Dieser Wert scheint akzeptabel, da er knapp unter dem einer losen Packung liegt. Mit einem Wasseranteil von 5 % wurde hingegen eine Packungsdichte von nur 0,561 erreicht, was trotz Verdichten mittels eines Teflonstempels sehr gering erscheint. Um die Ergebnisse nicht durch individuelle Befüllmengen zu verfälschen wurde diese Arbeit durchgehend von der gleichen Person durchgeführt. Für kommende Messreihen könnte eine bessere Kontinuität erreicht werden, wenn man diesen Vorgang stärker automatisieren würde.

5.2 Die Messungen

Die gemachten Messungen sind im Grunde Wiederholungen der Messungen, welche in der Dissertation [GER 3] beschrieben wurden. Jedoch konnte durch das vereinfachte Design und modifizierte Auswertung der Ausstoß an Daten vervielfacht werden. Durch Versuche wurden die Grundparameter gefunden, die in den Messungen variiert werden konnten. So wurden eine mittlere Scheramplitude von ungefähr 780 μm , eine Schergeschwindigkeit von 78 μm pro Sekunde und ein Wasseranteil von fünf Prozent am Gesamtvolumen gewählt. Als Granulat wurden, bis auf die unten erwähnte Ausnahme, Glaskugeln der Firma Whitehouse verwendet, die auch schon bei den anderen Experimenten benutzt wurden.

Auf eine halbstündige Einscherphase, wie sie in [GER 3] beschrieben wurde, konnte verzichtet werden. Da die eigentliche Benetzung und Durchmischung außerhalb der Scherzelle in einem Glascontainer erfolgte, benötigte man lediglich einige Scherzyklen, um das Granulat einzuscheren. Überprüft wurde die Einscherung des eingefüllten Granulats zunächst am Bildschirm, wo die Signale der Drucksensoren verfolgt werden konnten, und darauf hin noch mal nach der Auswertung anhand der graphischen Ausgabe derselben Signale und der aus ihnen bestimmten Schersteifigkeit. Ein Vergleich der Drucksignale zwischen nicht eingesichertem und eingesichertem Granulat zeigt die folgende Abbildung einer Scherung. Hierbei wurde die neu eingefüllte Granulatprobe in einer Langzeitmessung so lange geschert, bis die Scherung ein reproduzierbares Verhalten zeigte.

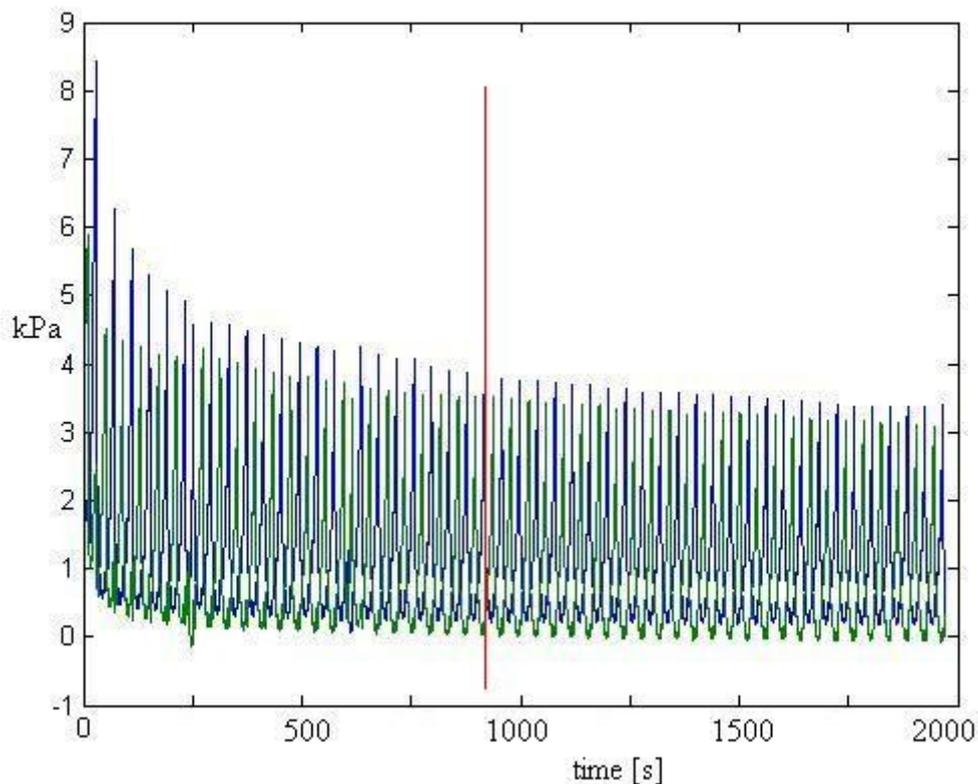


Abbildung 5.1: Aufzeichnung des Drucksignals über 50 Scherzyklen.

Beachtenswert sind die deutlich abfallenden Druckspitzen während der Einscherung der Messung (rote Linie). Erst hiernach kann die eigentliche Messung beginnen.

Die obige Abbildung 5.1 dient nur zur Illustration. Die Einscherung der Granulatprobe erfolgte in mehreren Schritten, um den Absolutdruck anzupassen. Der Absolutdruck betrug während der Messungen vier Kilopascal mit einer maximalen Abweichung von 0,3 Kilopascal.

5.2.1 Die Abhängigkeit der Scherfestigkeit von der Schergeschwindigkeit

Bei dieser Messung wurde eine Probe Glaskugeln mit einem mittleren Radius von 68,75 μm mit verschiedenen Geschwindigkeiten geschert. Die Scheramplitude und der Wasseranteil von 5 % am Gesamtvolumen wurden nicht verändert. Leider ließen sich durch geringe Gangunterschiede der Motoren keine kleineren Fehlerbalken realisieren, doch ist eine annähernde Linearität über einen großen Geschwindigkeitsbereich noch gut zu erkennen.

Die Messung wurde von großen Geschwindigkeiten hin zu kleineren aufgenommen. Eine früherer Messung, die hier nicht dokumentiert ist, zeigt für kleinere Geschwindigkeiten den gleichen leichten Anstieg der Schersteifigkeit d_p .

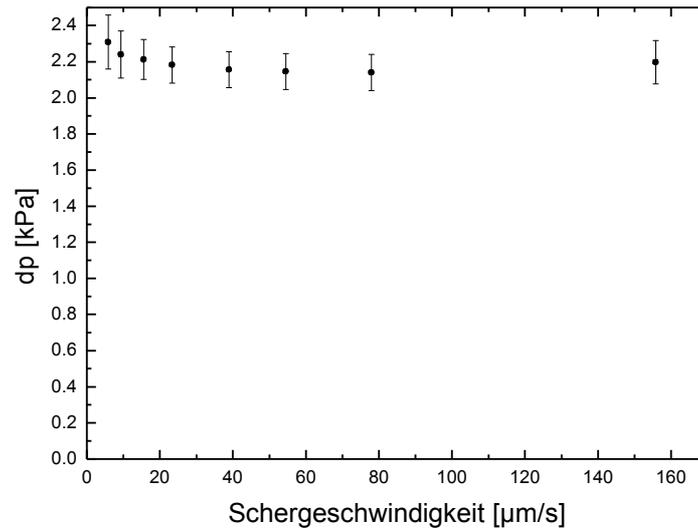


Abbildung 5.2: Abhängigkeit des Differenzdrucks dp von der Schergeschwindigkeit für Glaskugeln mit 5 % Wasseranteil am Gesamtvolumen.

Der leichte Anstieg hin zu geringeren Geschwindigkeiten kann als Hinweis darauf gedeutet werden, dass sich bei diesen Geschwindigkeiten die Schersteifigkeit erhöht. Ein Analogon findet dieses Resultat in der Plattentektonik. Bei der sehr langsamen Drift der Kontinentalplatten bauen sich auch immer wieder enorme Spannungen auf, welche ruckartig abgebaut werden.

5.2.2 Die Abhängigkeit der Scherfestigkeit von der Scheramplitude

In dieser Messreihe wurde die Scheramplitude über die Motorsteuerung variiert. Verwendet wurden Glaskugeln mit einem mittleren Radius von $68,75 \mu\text{m}$. Zum Vergleich wurden eine trockene Probe und eine Probe mit einem Wasseranteil von fünf Prozent bei sonst gleichen Verhältnissen geschert.

Die Messungen wurden von höheren Amplituden zu niedrigen getätigt, da so der Einschervorgang erheblich beschleunigt werden konnte. Messungen, bei denen von kleineren Amplituden hin zu größeren gemessen wurde, benötigten einen deutlich längeren Einschervorgang.

Diese Messung wies in den Bereichen kleiner Amplituden sowohl für benetzte, als auch für trockene Glaskugeln keinen linearen Verlauf mehr auf. Markant ist der etwas steilere Anstieg der Schersteifigkeit bei kleineren Scheramplituden unter $200 \mu\text{m}$ für benetzte Glaskugeln. Hier muss man davon ausgehen, dass die gewählten Amplituden für ein

verwertbares Resultat nicht ausreichend waren, da die Scheramplituden dem Durchmesser der gescherten Kugeln entsprachen, beziehungsweise diesen noch unterboten. In einem solchen Fall kann man nicht davon ausgehen, dass eine Glaskugel aus der Probe ihre Position verändert.

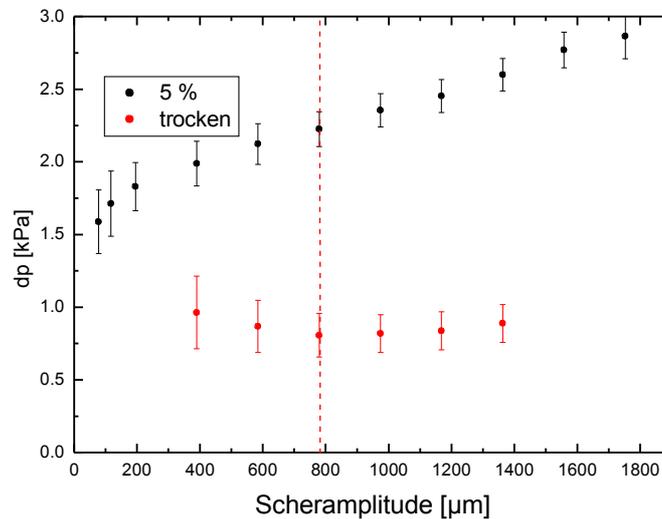


Abbildung 5.3: Abhängigkeit der Schersteifigkeit von der Scheramplitude für trockenes und für benetztes Granulat. Der in den anderen Messungen verwendete Scheramplitudenbereich von 780 µm ist markiert.

Beachtenswert ist der markierte Bereich der Scheramplituden um 800 µm, da diese Amplitude bei den folgenden Messungen als Standard gewählt wurde. Ab einer Scheramplitude um 400 µm verläuft die Steigung für das benetzte Glas etwas flacher, um bei einer Scheramplitude um 1200 µm wieder anzusteigen. Dieses Verhalten wurde während mehrerer Messungen beobachtet und ließ sich weiter nicht erklären. Die in Abbildung 5.3 gezeigten Messpunkte präsentieren einen Durchschnittswert aus ungefähr sieben Werten für die Schersteifigkeit. Die Schwankungen zwischen diesen Werten nahmen generell für kleinere Amplituden zu, was die größeren Fehlerbalken produziert.

5.2.3 Die Abhängigkeit der Scherfestigkeit vom Flüssigkeitsanteil

Die Messung mit verschiedenen Wasseranteilen im Gesamtvolumen wurde mit Glaskugeln und mit Basaltkugeln gleichen Durchmessers gemacht, da die Messungen der Streckspannung mit der Zentrifuge zwischen diesen zwei Granulaten deutliche Unterschiede zeigten. Hierbei sind die Ergebnisse der Glaskugeln mehrmals in weiteren Messungen bestätigt worden. Der

gewählte Kugeldurchmesser dieser Messreihe lag bei 125 – 150 μm , da die Basaltkugeln mit dem nächst größeren Durchmesserintervall wie oben besprochen eine schlechte Qualität aufwiesen.

Jeder Messung ging eine Präparation der Probe voraus, wobei eine wohldosierte Wassermenge dem Granulat hinzugefügt wurde, um den gewünschten Anteil am Gesamtvolumen zu erreichen. Da das Hinzufügen und das anschließende Durchmischen außerhalb der Zelle geschahen, dauerte die Aufnahme eines einzelnen Messpunktes in Abbildung 5.4 ungefähr eine Dreiviertelstunde. Um eventuelle Fehler bei dieser Messreihe zu vermeiden, wurden einige Messungen bis zu dreimal wiederholt und die Signale für gleiche Wasseranteile gemittelt. Aus diesen Wiederholungen und den anwachsenden Fehlern für den Wassergehalt resultieren die großen Fehlerbalken in y-Richtung.

Der Unterwasserfall bei ungefähr 42 % wurde dadurch erreicht, dass das jeweilige Granulat mit einem großen Wasseranteil in die Scherzelle eingebracht wurde und diese dann in ein mit Wasser gefülltes Kunststoffbecken gelegt wurde. Durch einen etwas längeren Einschervorgang konnte durch das Entlüftungsloch im Ring nun Luft entweichen und durch Wasser ersetzt werden.

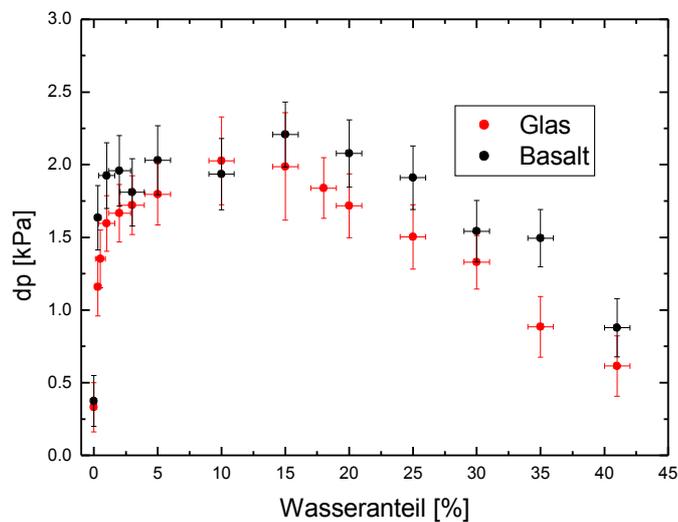


Abbildung 5.4: Abhängigkeit der Schersteifigkeit vom Wasseranteil am Gesamtvolumen für Glas- und Basaltkugeln mit einem mittleren Radius von 68,75 μm .

Der schnelle Anstieg bei geringen Wasseranteilen bis hin zu zwei Prozent Wasseranteil lässt sich sehr gut über die von Halsey et al. [HAL 7] gefundene Beziehung zwischen der Rauheit der Probe, dem Flüssigkeitsanteil und der Kraft der Flüssigkeitsbrücken erklären (siehe Abbildung 2.7). Das ähnliche Verhalten der Glas- und Basaltkugeln ist in der obigen

Abbildung gut zu sehen, doch ist die höhere Schersteifigkeit von Basalt nicht erklärbar. Betrachtet man hierzu die Messungen der Fluidisierungsbeschleunigung und der Streckspannung, so hätte man eher ein gegenteiliges Ergebnis erwartet. Bis auf den Messpunkt bei zehn Prozent lagen die gemessenen Schersteifigkeiten von Basalt über denen der Glaskugeln, wobei dieser Messpunkt als Ausreißer zu werten ist.

Ab 2-3 % bis hin zu 15 % Wasseranteil nahm die Schersteifigkeit nur noch geringfügig zu. Nach [HER 8] beginnen sich bei diesem Wasseranteil größere Flüssigkeitscluster zu bilden. Die Glaskugeln werden dabei teilweise komplett umspült. Um 15 % herum sank die Schersteifigkeit bei beiden Materialien wieder, womit dies eine Bestätigung des in [HER 8] Beschriebenen zu sein scheint. Bei der Scherung sind die meisten Kugeln nun von Flüssigkeit umspült. Es können sich daher keine Flüssigkeitsbrücken mehr ausbilden.

Diese Messung wurde auch mit einer Sandprobe nach einer Siebung mit 255 μm und 140 μm Sieben unternommen, wobei sich die Form der Sandkörner erheblich von der bei Glas und Basalt verwendeten Kugelform unterschied¹⁷. Auch konnte bei dem Sand von einer sehr viel raueren Oberfläche ausgegangen werden, was in einer erhöhten Reibung und sehr viel mehr unterschiedlicheren Flüssigkeitsbrücken resultieren müsste. So betrachtet sind die größeren Schwankungen in der unten gezeigten Messkurve bei dem verwendeten Sand zu vertreten. Lässt man die Ausreißer bei 5 %, 30 % und 35 % außer Acht, so zeigt auch der Sand ein Verhalten, welches dem der Glaskugeln entspricht.

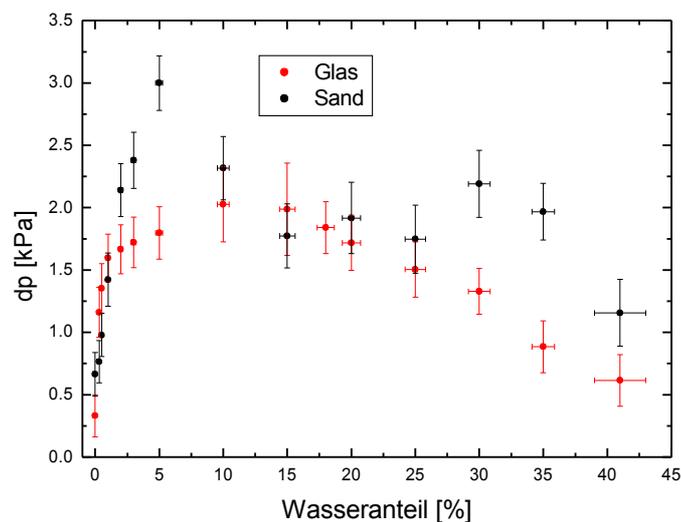


Abbildung 5.5: Ein Vergleich zwischen der Schersteifigkeit von Glaskugeln mit einem mittleren Radius von 68,75 μm und Sand.

¹⁷ Für die Durchmesserverteilung wird auf Abbildung 3.3 verwiesen.

Während aller Messungen wurde ein Absolutdruck von vier Kilopascal festgestellt, wobei die maximale Abweichung von 0,3 Kilopascal akzeptiert wurde. Für diese Messung wurden die mittleren Wasseranteile sowohl mit 10 ml Granulat, als auch mit 20 ml Granulat als Probe angesetzt, um einen eventuellen Fehler bei der zugefügten Wassermenge zu halbieren. Dies erwies sich jedoch im weiteren Verlauf der Messungen als unnötig, da das Hinzufügen von definierten Wassermengen mittels Hamiltonspritzen sehr genau geschehen konnte.

5.2.4 Die Abhängigkeit der Scherfestigkeit vom Absolutdruck

In den vorangestellten Messungen wurde der Absolutdruck mit 4 kPa und einem Fehler von 0,3 kPa auf gleichem Niveau gehalten. Die folgenden Messreihen sollten Aufschluss über das Scherverhalten von Glaskugeln geben, wenn der Absolutdruck ansteigt und die Granulatprobe einem hohen Druck unterliegt. Hierzu wurden trockene und benetzte Glaskugeln mit einem mittleren Radius von 68,75 μm zunächst bei sehr geringem Absolutdruck geschert und die erhaltenen Werte für die Schersteifigkeit über den aufgenommenen Absolutdruck aufgetragen. Danach wurden die Membranen über die Motorsteuerung aufeinander zu bewegt und der Druck auf die Glaskugeln so schrittweise verstärkt.

Die Wassermengen, die hierzu gepumpt wurden, betragen im Mittel 3-5 μl . Eine noch geringere Wassermenge und damit eine geringere Drucksteigerung wären mit kleineren Spritzen möglich gewesen, dies hätte aber die Messung sehr viel zeitaufwendiger gestaltet.

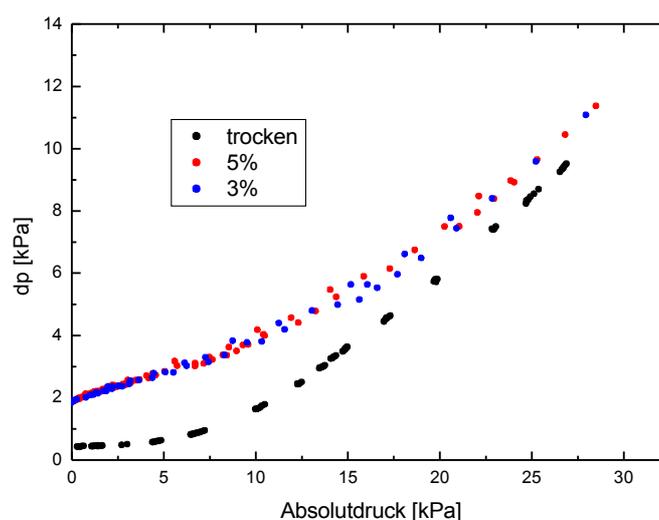


Abbildung 5.6: Auftragung der Schersteifigkeit über den Absolutdruck für trockene und mit Wasser benetzte Glaskugeln (3 % und 5 % Wasseranteil).

Die Abbildung 5.6 gibt die erste Messung wieder, die mit Sensoren getätigt wurde, deren Messbereich in den erreichten Druckspitzen vollständig ausgereizt wurde. Um zu klären, was bei noch größerem Druck geschieht, wurden Sensoren mit einem Messbereich von ± 210 kPa in die Apparatur eingebaut. Drei mögliche Szenarien waren in dieser Ausgangssituation denkbar:

- Das Signal des trockenen Granulats bleibt unter dem Signal des benetzten Granulats.
- Das Signal des benetzten Granulats bleibt ab einem bestimmten Absolutdruck unterhalb des Signals des trockenen Granulats.
- Beide Signale fallen zusammen.

Die mit diesen Sensoren gemachten Messungen waren weniger sensitiv, doch konnten sie zeigen, dass sich innerhalb der Fehlergrenzen die Signalkurven angleichen. Auch konnte gezeigt werden, dass der Anstieg der Kurven mit einer anwachsenden Steigung versehen ist und nicht linear erfolgt, wie man zunächst meinen könnte. Eine weitere Drucksteigerung wäre prinzipiell möglich, doch treten unter solch extremen Bedingungen Lecks an den Verbindungsstellen zutage, deren Auswirkungen die Messungen beeinträchtigen können. Auch können die Scherzelle oder die verwendete Spritzen Schaden nehmen. Die verwendeten Drucksensoren besaßen zwar einen Überdruckbereich bis zu 420 kPa, doch wurden diese Werte über kurze Zeiträume in den Druckspitzen erreicht, was eine weitere Steigerung des Absolutdrucks nicht ratsam erscheinen ließ.

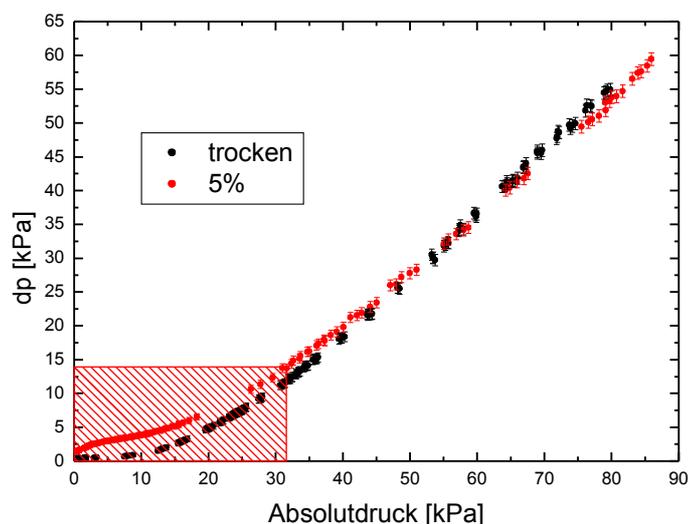


Abbildung 5.7: Auftragung der Schersteifigkeit über den Absolutdruck für trockenes und mit Wasser benetztes Granulat bei der Verwendung von Drucksensoren mit einem größeren Messbereich. Der Messbereich der Abb. 5.6 ist markiert.

Diese Messung wurde nur mit einem Wassergehalt von 5 % gemacht, da die vorherige Messung zeigte, dass sich kaum Unterschiede zwischen 3 % und 5 % Wasseranteil ergeben, was man anhand der Abbildung 5.4 schon erahnen konnte. Eine Messung mit deutlich größerem Flüssigkeitsanteil wäre wünschenswert gewesen, diese wurde jedoch hinsichtlich der Fehlfunktion eines Drucksensors und der anstehenden Messfahrt nach Grenoble aufgegeben.

5.4 Der kleine Peak

Da das Volumen zwischen den Membranen durch die Motorsteuerung konstant gehalten wird, ist theoretisch zu erwarten, dass bei einer mit nicht kompressiblem Wasser gefüllten Scherzelle das Verlaufsbild der gemessenen Drücke von den Drucksensoren P1 und P2 gleich der Bewegung der Spritzenmotoren gegenläufig erscheint. Dabei wird nur der Verformungswiderstand der Membranen wiedergegeben. Dieses Verhalten lässt sich jedoch nicht beobachten, wenn statt Wasser ein Granulat in der Scherzelle ist. In diesem Fall erhält man keinen gegenläufigen Druckverlauf, sondern es zeigt sich ein kleiner Druckanstieg hinter der Membran, die sich vor dem Granulat fortbewegt. Dieser kleine Druckanstieg hat sein Maximum kurz hinter den Wendepunkten der Servomotoren.

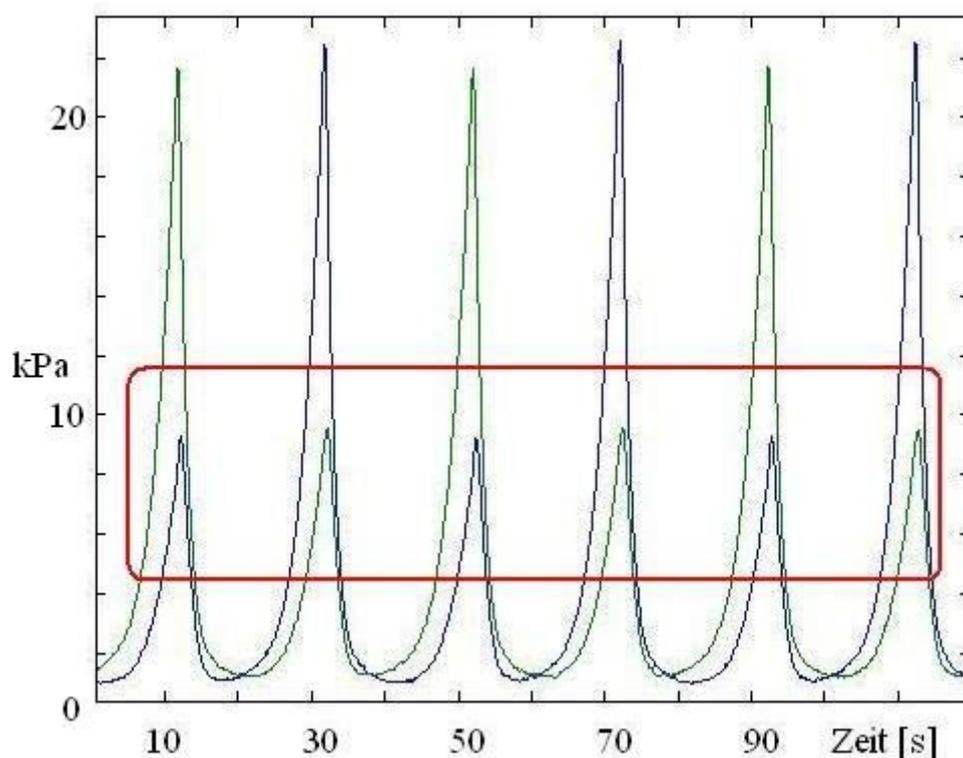


Abbildung 5.8: Unterhalb der Druckkurven zeichnet sich ein weiterer kleinerer Peak ab, der wahrscheinlich durch die Dilatanz des Granulats entsteht (Glaskugeln, $R=68,75 \mu\text{m}$).

Die wahrscheinlichste Erklärung liegt in der Eigenschaft von Granulaten, unter Einwirkung von Scherkräfte ihre Packungsdichte zu verringern und so ihr Volumen zu vergrößern. Während also der Sensor P1 der schiebenden Membran einen deutlichen Druckanstieg registriert, sorgt die Dilatanz dafür, dass das Granulat ein größeres Volumen einnimmt, was den Druck hinter beiden Membranen erhöht. Das zusätzliche Volumen wird auf Kosten der beiden elastischen Membranen der Scherzelle gewonnen. Da hinter den Membranen unterschiedliche Drücke herrschen, ist die Annahme gerechtfertigt, dass die Volumenvergrößerung dadurch erreicht wird, dass hauptsächlich die Membran verformt wird, hinter der ein geringerer Druck herrscht.

Die große Sensitivität der Messapparatur ist der Grund, warum diese Verformung durch den zweiten Drucksensor P2 ebenfalls als Druckanstieg registriert wird. Wenn man nun diesen Druckanstieg mit einem Volumen verknüpfen kann, dann hat man die Möglichkeit, die Änderung der Packungsdichte bezogen auf die ganze Scherzelle zu bestimmen. Hierzu wurde der Absolutdruck durch zusammenschieben beider Membranen schrittweise erhöht und über die Motorsteuerung das hierbei gepumpte Volumen notiert. Eine eigentliche Scherung der Glaskugeln kam somit nur durch das Zusammenschieben der Membranen zustande.

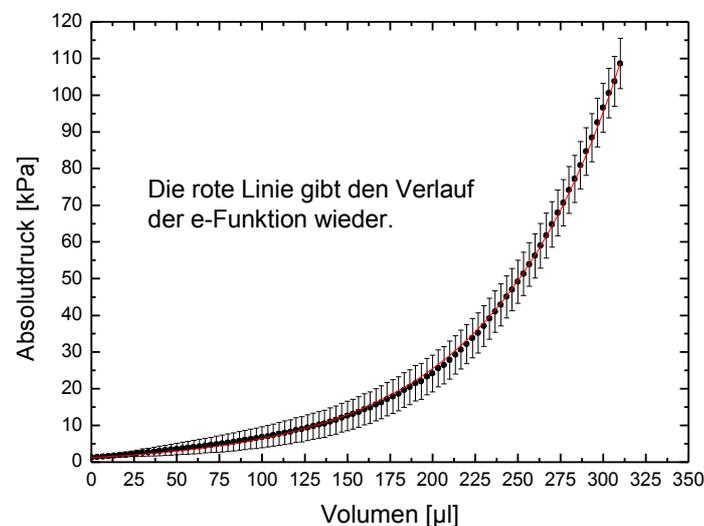


Abbildung 5.9: Mit steigendem gepumptem Volumen wächst der Absolutdruck wie die rot eingefügte e-Funktion. Der Graph wurde mit benetzten Glaskugeln ($R=68,75 \mu\text{m}$) erstellt.

Eine Beziehung zwischen Volumen und registriertem Druck gab die Auftragung des Absolutdrucks über das gepumpte Volumen. Der Kurvenverlauf entspricht einer e-Funktion¹⁸,

¹⁸ Die folgende Funktion wurde durch einen Fit gefunden: $1,8 \cdot \exp\left(\frac{x}{76,1}\right) - 1$.

so dass es theoretisch möglich ist, über eine Rekursivformel jedem Druckunterschied ein bestimmtes Volumen zuzuordnen. Dieses Volumen stellt eine Änderung des Gesamtvolumens der Scherkammer zwischen den beiden Membranen dar.

Die durchschnittliche Packungsdichte nach dem Befüllen wurde nun mit der angenommenen Packungsdichte verglichen, die sich während eines Scherzyklus an den Wendepunkten der Spritzenmotoren einstellt. Aus diesem Vergleich erhielt man Werte zwischen 0,5 bis 1 % als Änderung der Packungsdichten, je nach Größe des kleinen Peaks in kPa. Dabei muss man berücksichtigen, dass während einer Scherung die Drücke immer größer als Null sind. Die Höhe der kleinen Peaks ist dementsprechend zu korrigieren.

Durch die Verwendung eines Rings mit einer kleineren Höhe¹⁹ bei der Scherzelle wurde der kleine Peak im Vergleich zum großen Peak geringer, was unter Umständen dadurch erklären lässt, dass sich in diesem Ring durch die geringere Granulatschicht mehr Brückeneffekte aufbauen konnten, welche die Dilatanzerscheinung überlagerten.

Höhe in kPa	Volumen in [μ l]	% vom Zellvolumen	Neue Packungsdichte[%]	Änderung in [%]	Fehler
6	95,51379	0,13336	0,55253	0,00787	0,00067
7	106,19829	0,14828	0,55171	0,00873	0,00070
8	115,57517	0,16137	0,55099	0,00949	0,00073
10	131,46355	0,18356	0,54978	0,01077	0,00077

Abbildung 5.10: Tabelle mit einigen Beispielen für den kleinen Peak und die daraus errechneten Änderungen der Packungsdichte für benetzte Glaskugeln mit $R=68,75 \mu\text{m}$.

Die in Abbildung 5.10 wiedergegebene Tabelle gibt die Größe des kleinen Peaks und das dazu ermittelte Wasservolumen in μl wieder. Die dritte und vierte Spalte beziehen sich auf das Volumen der Probenkammer in der Scherzelle. Mit der durchschnittlichen ermittelten Packungsdichte für benetzte Glaskugeln, bei 5 % Wasseranteil entsprach die mittlere Packungsdichte 0,561, wurden die Änderung der Packungsdichte und ihr Fehler bestimmt.

¹⁹ Hierzu wurden ein Ring mit 10 mm und ein Ring mit 15 mm Höhe verwendet.

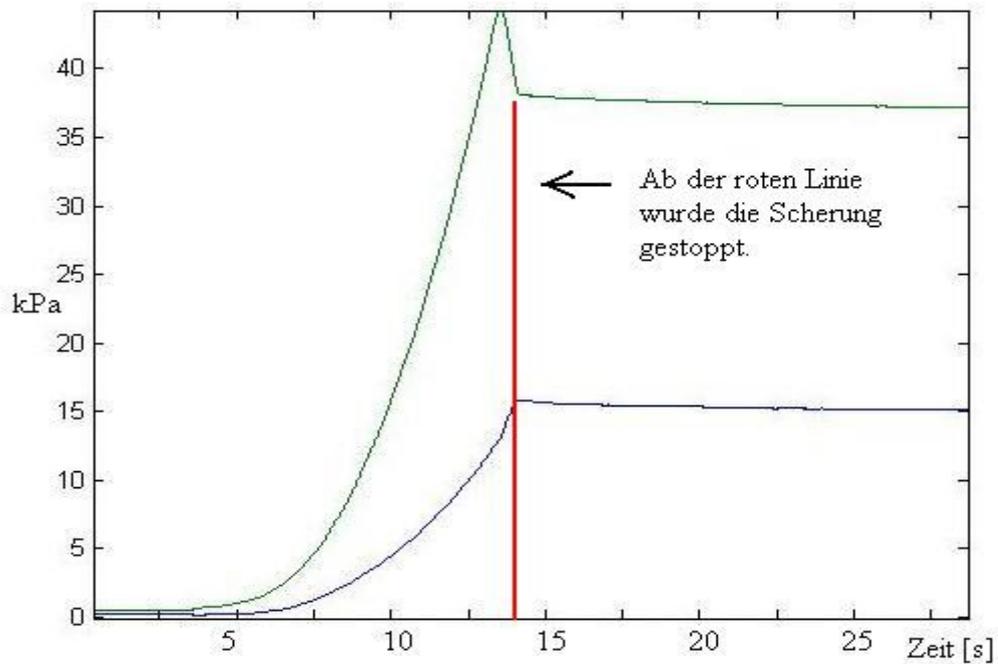


Abbildung 5.11: Druckverlauf nach nach gestoppter Scherung.

Da es leider nicht möglich ist, während der Scherzyklen in die Scherzelle zu schauen, sind die gemachten Annahmen bezüglich der Dilatanz zunächst nicht weiter zu verifizieren. Doch haben Versuche gezeigt, dass sich die Scherzelle in gewissen Grenzen wie der in Abbildung 2.2 gezeigte Ballon verhält. Hierzu wurde die Motoren gestoppt, als sich die am Bildschirm beobachteten Drücke ihrem Maximum näherten. Die Drucksignale wurden dabei weiter aufgezeichnet und zeigten, dass sich nach dem Stopp die Drücke hinter beiden Membranen nicht unmittelbar abbauten. Analog zur Erklärung der Formfestigkeit des Ballons aus Abbildung 2.2 wurde der kleine Peak daraufhin als ein Dilatanzeffekt eingestuft.

6. Literaturverzeichnis

Verwendete Literatur:

- [1] von Baeyer, H.C., Regenbogen, Schneeflocken und Quarks. Deutsche Erstausgabe Rowohlt Taschenbuchverlag Hamburg (1996).
- [2] Fournier, Z., et al., Mechanical properties of wet granular materials. *J. Phys.: Condens. Matter* **17** S. 477 (2005).
- [3] Geromichalos, D., Dynamik feuchter Granulate. Dissertation, Universität Ulm 2004.
- [4] Gerthsen, C. et al., Physik, Ein Lehrbuch zum Gebrauch neben Vorlesungen. 17. Auflage Springer Verlag Berlin Heidelberg New York (1993).
- [5] Gröger, T., Tüzün, U., Heyes, D.M., Modelling and measuring of cohesion in wet granular materials. *Powder Technology* **133** S. 203 (2003).
- [6] Hagen, G.H.L., Über den Druck und die Bewegung des trockenen Sandes. Bericht über die zur Bekanntmachung geeigneten Verhandlungen der Königlich Preußischen Akademie der Wissenschaft zu Berlin S. 35 (1852).
- [7] Halsey, T.C., Levine, A.J., How Sandcastles Fall. *Physical Review Letters* **80** S. 3141 (1998).
- [8] Herminghaus, S., Dynamics of wet granular matter. *Advances in Physics* **54** S.221 (2005).
- [9] Jansen, H.A., Versuche über Getreidedruck in Silozellen. *Zeitschrift des Vereins deutscher Ingenieure* **39** S. 1045 (1895).
- [10] Karrech, A., et al., A discrete element study of settlement in vibrated granular layers: role of contact loss and acceleration. *Granular Matter* **10** S. 369 (2008).
- [11] Kohonen, M.M., et al., On capillary bridges in wet granular materials. *Physica A* **339** S. 7 (2004).
- [12] Mason, G., Clark, W.C., Liquid bridges between spheres. *Chemical Engineering Science* **20** S. 859 (1965).
- [13] Mason, T.G., Levine, A.J., Ertas, D., Halsey, T.C., Critical angle of wet sandpiles. *Physical Review E* **60** R5044 (1999).
- [14] Nasuno, S., Kudrolli, A., Gollub, J.P., Time-resolved studies of stick-slip friction in sheared granular layers. *Physical Review* **58** S. 2161 (1998).
- [15] Pierrat, P., Caram, H.S., Tensile strength of wet granular materials. *Powder Technology* **91** S. 83 (1997).
- [16] Pierrat, P., Agrawal, D.K., Caram, H.S., Effect of moisture on the yield locus of granular materials: theory of shift. *Powder Technology* **99** S. 220 (1998).

- [17] Richefeu, V., El Youssoufi, M.S., Farhang, R., Shear strength properties of wet granular materials. *Physical Review E* **73** 051304 (2006).
- [18] Sanfratello, L., Caprihan, A., Fukushima, E., Velocity depth profile of granular matter in a horizontal rotating drum. *Granular Matter* **9** S. 1 (2007).
- [19] Scheel, M., et al., Liquid distribution and cohesion in wet granular assemblies beyond the capillary bridge regime. *J. Phys.: Condens. Matter* **20** 494236 (2008).
- [20] Scheel, M., et al., Morphological clues to wet granular pile stability. *Nature Materials* **7** S. 189 (2008).
- [21] Schröter, M., Nägele, S., Radin, C., Swinney, L., Phase transition in a static granular system. *EPL* **78** 44004 (2007).
- [22] Sperl, M., Experiments on corn pressure in silo cells – translation and comment of Jansses` s paper from 1895. *Granular Matter* **8** S. 59 (2006).
- [23] Tipler, P.A., *Physik*. Spektrum Akademischer Verlag Heidelberg Berlin (1994).
- [24] Walsh, S.D.C., Tordesillas, A., Peters, J.F., Development of micromechanical models for granular media, The projection problem. *Granular Matters* **9** S. 337 (2007).
- [25] Willet, C.D., Adams, M.J., Johnson, S.A., Seville, J.P.K., Capillary Bridges between Two Spherical Bodies. *Langmuir* **16** S. 9396 (2000).

Verwendete Links:

- [26] <http://www.physik.uni-bielefeld.de/didaktik/Experimente/FeuerraederCD05.pdf> Fromme, B., Feuerräder, Zebraestreifen und Lawinen –Experimente mit granularer Materie-, zuletzt abgerufen am 22.01.2009.
- [27] <http://diglib.hab.de/wdb.php?dir=drucke/nx-22-3> Kepler, J., Strena sue de nive sexangula (Über die sechseckige Schneeflocke), zuletzt abgerufen am 22.01.2009.
- [28] http://www.uni-kiel.de/piko/downloads/Granulare_Materie.pdf Weber, S.M., Granulare Materie I, Schüttgut in Ruhe – ein ungewöhnlicher Festkörper, zuletzt abgerufen am 22.01.2009.
- [29] <http://www.freemantech.co.uk/> Homepage der Firma Freeman Technology mit zahlreichen Abbildungen und Publikationen, zuletzt abgerufen am 22.01.2009.

7. Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich bei der ganzen Abteilung von Herrn Professor Herminghaus am Max-Planck-Institut für Dynamik und Selbstorganisation bedanken.

In den zurückliegenden sechs Monaten durfte ich den Rhythmus und auch die Herzlichkeit einer international gemischten Arbeitsgruppe erleben. Und nicht zuletzt der exzellente Espresso (24 Stunden, an sieben Tagen in der Woche) half dabei, den aufkommenden Stress in neuen Schwung umzuwandeln. Wo immer eine Türe offen stand fand ich Gehör für Fragen oder gewann neue Anregungen, die zum Gelingen dieser Arbeit erheblich beigetragen haben.

Ist sie denn gelungen?

Nun, für meinen Teil kann ich nur sagen, dass die Erfahrung, die ich aus diesen sechs Monaten gezogen habe, schwerer wiegt, als die Arbeit die daraus entstanden ist. Und dass es mir sehr viel Spaß gemacht hat! Dafür nochmals vielen Dank.



Selbstständigkeitserklärung

Ich versichere, dass ich die Arbeit selbstständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Hilfsmittel benutzt habe.
