

Einfluss der Reibung auf strukturelle und mechanische Eigenschaften von Kugel- und Ellipsoidpackungen

Masterarbeit aus der Materialphysik

Vorgelegt von
Simon J. A. Weis
Erlangen, 3. März 2015

Institut für Theoretische Physik
Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg



Betreuer:
PD Dr. Gerd E. Schröder-Turk
PD Dr. Matthias Schröter
Dipl.-Phys. Fabian Schaller

Friedrich-Alexander-Universität Erlangen–Nürnberg
Institut für Theoretische Physik
Simon J. A. Weis simon.weis@physik.uni-erlangen.de

Bearbeitungszeitraum 15.03.2014 bis 15.03.2015
Stand 02.03.2015

Satz $\text{\LaTeX} 2_{\epsilon}$: pdfTeX 3.1415926-2.4-1.40.13 (TeX Live 2012/Debian)
Gesamtherstellung Johannes Hielscher und Simon Weis

Abstract

Reibung ist ein wichtiger Parameter für die Stabilität und strukturellen Eigenschaften granularer Packungen. Es werden Packungen von Kugeln und total asphärische Ellipsoide (zwei verschiedene Sätze an Aspektverhältnissen) mit unterschiedlichen Reibungskoeffizienten auf ihre strukturellen und mechanischen Eigenschaften untersucht.

Die Reibung der Teilchen wird durch Schleifen mit verschiedenen Schleifmitteln erhöht oder durch die Auftragung von Silikonspray erniedrigt. Der Reibungskoeffizient μ wird für die so behandelten Teilchen auf einer schiefen Ebene gemessen, wobei eine signifikante Änderung des Reibungskoeffizienten gemessen werden kann. Der Bereich an zugänglichen Reibungskoeffizienten liegt, bezogen auf den Wert der unveränderten Teilchen, zwischen -22% und $+30\%$. Die Rauigkeit der Oberfläche wird untersucht, wobei mit den hier durchgeführten Tomogrammen der Teilchenoberfläche keine Korrelation der Rauigkeit zu den veränderten Reibungsmessungen gefunden werden kann.

Verschiedene Packungen der so behandelten Teilchen werden in einem zylindrischen Container bei unterschiedlichen Packungsdichten im Bereich von 60% bis 70% präpariert und mit Röntgentomographie vermessen. Aus den so erhaltenen Tomogrammen werden die Größen, die Positionen und die Orientierungen der Teilchen bestimmt. Für diese Daten wird das Set-Voronoi-Diagramm als Verallgemeinerung des Punkt-Voronoi-Diagramms für anisotrope Teilchen berechnet. Mittels Minkowski-Tensoren der Voronoi-Zellen wird die Struktur und Anisotropie der Packung untersucht.

Die Reibung der Teilchen beeinflusst die Kontaktzahl, wobei Packungen mit niedrigerer Reibung im Mittel mehr Kontakte für eine stabile Packung benötigen. Dies kann sowohl in der globalen als auch in der lokalen Kontaktzahl von Kugeln beobachtet werden. Zusätzlich wird gezeigt, dass die Packungen der total asphärischen Ellipsoiden hyperstatisch sind. Im Kontrast dazu zeigt die Änderung der Reibung keinen signifikanten Einfluss auf die Anisotropiemaße der Packungen. Diese spiegeln insbesondere nicht die Änderung der Kontaktzahlen wieder. Generell kann gezeigt werden, dass sich die total asphärischen Ellipsoide bezüglich der Kontakte und Anisotropiemaße in Abhängigkeit des Aspektverhältnisses wie ihre prolaten und oblaten Gegenparts verhalten: Ein höheres Aspektverhältnis bedingt mehr Kontakte und niedrigere Anisotropiemaße. Die Ergebnisse der Kugelpackungen dieser Arbeit werden mit verschiedenen DEM- und LS-Simulationen verglichen.

Zur Messung der mechanischen Eigenschaften von granularen Packungen wird im Rahmen dieser Arbeit ein Scherzellenaufbau verwendet. Die Anbindung an den PC und die Software zur Ansteuerung wird im Rahmen dieser Arbeit entwickelt. Es werden erste Messungen mit dem Aufbau durchgeführt, wobei ein Schwerpunkt dieser Arbeit auf der Programmierung und Kalibrierung liegt.

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung	5
2. Eigenschaften und Struktur ungeordneter Packungen	7
2.1. Kugel- und Ellipsoidpackungen	7
2.2. Voronoidiagramme als natürliche räumliche Aufteilung der Packung	11
2.3. Minkowski-Tensoren und andere morphologische Maße zur strukturellen Analyse	13
2.3.1. Minkowski-Tensoren zur strukturellen Analyse anisotroper Strukturen	13
2.3.2. Andere morphologische Maße granularer Materie	15
3. Methoden und Experimente	16
3.1. Verwendete Teilchen	16
3.1.1. Kugeln	17
3.1.2. Total asphärische Ellipsoide	18
3.2. Reibung	20
3.2.1. Reibungsmessung auf schiefer Ebene	20
3.2.2. Methoden zur Veränderung des Reibungskoeffizienten	23
3.2.3. Oberflächenanalyse der Teilchen	25
3.3. Präparation von Packungen	28
3.3.1. Lose Präparation der Packungen im Zylinder	28
3.3.2. Kompaktifizierung durch Tapping	28
3.4. Röntgentomographie	30
3.5. Bildverarbeitung und Teilchendetektion	33
3.6. Scherzelle	36
3.6.1. Aufbau	36
3.6.2. Kompaktifizierung durch Scherung	39
3.6.3. Kalibrierung und Korrekturen der Kraftmessung	40
4. Untersuchung der Packungseigenschaften	44
4.1. Veränderung des Reibungskoeffizienten	44
4.2. Paarkorrelation und Contact Number Scaling	47
4.3. Kontaktzahlen	52
4.3.1. Globale Analyse	52
4.3.2. Lokale Analyse der Kontakte	54
4.4. Homogenität	56
4.5. Anisotropiemaße	58
4.6. Kugelpackungen im Vergleich mit DEM und LS Simulationen	62
4.7. Kraftantwort auf Scherung und deren Probleme	65
5. Zusammenfassung und Ausblick	68
A. Anhang	71

1. Einleitung

Möglichst dichte und stabile Packung von Schüttgut sind beispielsweise in der Logistik sehr gefragt, da aus Kostengründen möglichst viel Material in einem vorgegebenen Volumen ohne die Gefahr des Verrutschens transportiert werden soll. Die mechanische Stabilität von Packungen ist auch bei Dünen und Wanderdünen zu sehen. Die dort auftretenden Packungen sind meist ungeordnet. Das heißt, dass keine regelmäßigen Strukturen (beispielsweise kristallin oder nematisch) auftreten. Weitere Beispiele für ungeordnete Packungen sind zum Beispiel Pistazien in einer Tüte oder Sand auf einem Haufen. Diese Beispiele aus Technik und Natur werden unter dem Begriff der granularen Packungen zusammengefasst.

Granulare Packungen sind athermisch: Das bedeutet, dass ihre thermische Energie $k_B T$ klein ist im Vergleich zur Änderung ihrer Energie bei Bewegung unter Gravitation. Sie zeigen damit nur aufgrund äußerer Anregung innere Dynamik. Es wird angenommen, dass die Geometrie und Struktur der untersuchten Systeme der wichtigste Einfluss ist [RRBD05].

Die hier behandelten Packungen sind mechanisch stabil, was mit dem Einsetzen einer endlichen Scherspannung bei der sogenannten *jamming transition* zusammenhängt [SWM08]. Die Reibung spielt für das Kriterium der mechanischen Stabilität eine wichtige Rolle [Sch14]. Durch sie entstehen zusätzliche Tangentialkräfte zwischen den Teilchen, die die Freiheitsgrade des Systems einschränken und somit die Stabilität beeinflussen.

Kugeln als simples geometrisches Objekt stellen das einfachste Modellsystem für granulare Packungen dar. Viele der experimentellen [WA08, BM60, Ber64, SK69] und simulativen [SEG⁺02, SWM08, Sil10] Untersuchungen zu granularen Packungen konzentrieren sich deshalb auf Kugeln. Verschiedene Eigenschaften der Packung, beispielsweise die Packungsdichte, Kontaktzahl und die Geometrie der Packungen wurden bereits untersucht.

Die sinnvolle Verallgemeinerung von einfachen Kugeln hin zu asphärischen Teilchen sind rotations-symmetrische Ellipsoide. Bei diesen stimmen zwei Achsenlängen überein, während die dritte Achse die Rotationsachse des Teilchens darstellt. Damit ist es durch das Achsenverhältnis der untersuchten Teilchen möglich, die Form an die von realen Objekten, wie beispielsweise Smarties oder M&Ms, anzupassen. Zu diesen rotations-symmetrischen Ellipsoiden existieren Simulationen [DCS⁺04, DC10] sowie einige wenige experimentelle Untersuchungen [DDMA10, Sch12, SNS⁺13b, SKH⁺14].

Eine weitere Verallgemeinerung der rotations-symmetrischen Teilchen sind total asphärische Ellipsoide, die drei unterschiedlich lange Achsen haben. Durch diesen zusätzlichen Parameter kann ein noch breiteres Feld an realen Teilchen abgedeckt werden. In dieser Arbeit werden solche total asphärische Ellipsoide mit zwei verschiedenen Sätzen von Achsenverhältnissen untersucht. In [DCS⁺04] werden Simulationen zur Kontaktzahl und Packungsdichte dieser Teilchen durchgeführt. Experimentell wurden diese total asphärischen Ellipsoide noch nicht ausführlich untersucht.

Wie bereits oben erwähnt, spielt die Reibung eine wichtige Rolle für die mechanische Stabilität der Packung. Beispielsweise hängt die Steilheit von Sandhügeln oder Dünen von der Reibung der Sandkörner untereinander ab. Die Reibung der Teilchen ermöglicht es, nicht nur die Untersuchung der Struktur um einen weiteren Parameter zu erweitern, sondern auch, die mechanischen Eigenschaften mit der Struktur zu verknüpfen.

Nach dieser Einleitung stellt Kapitel 2 zunächst die Grundlagen vor. Es wird ein Überblick über granulare Medien gegeben, wobei ein Bezug zu relevanten experimentellen, simulativen und theoretischen Ergebnissen verschiedener Veröffentlichungen geknüpft wird. Weitere Punkte sind die Vorstellung von Punkt- und Set-Voronoi-Diagrammen, sowie die Quantifizierung von Geometrie mittels Minkowski-Tensoren und weiterer Ordnungsmaße.

In Kapitel 3 werden die durchgeführten Experimente und Methoden zur Verarbeitung und Auswertung der Daten vorgestellt. Es wird dabei auf die Messung und Veränderung der Reibung der Teilchen eingegangen, sowie die Oberflächenanalyse der Teilchen vorgestellt. Daran anschließend wird die Präparation von Packungen, die strukturelle Untersuchung dieser Packungen mittels Röntgentomographie und die Auswertung der so erhaltenen Daten beschrieben. Den Abschluss dieses Kapitels bildet die Beschreibung des Messaufbaus für die mechanischen Eigenschaften granularer Packungen,

Kapitel 4 stellt die Ergebnisse der durchgeführten Experimente zunächst im Hinblick auf die strukturellen Untersuchungen der Packungen vor und geht dabei detailliert auf die Paarkorrelation und Kontaktzahlen ein. Der wichtigste Punkt, die Analyse der Minkowski-Tensoren zur morphologischen Analyse der Anisotropie, findet ebenfalls hier statt. Außerdem werden die strukturellen Ergebnisse mit numerischen Daten verglichen, sowie eine Analyse der Kraftantwort unter Scherung durchgeführt. Den Abschluss bildet die Zusammenfassung und der Ausblick.

2. Eigenschaften und Struktur ungeordneter Packungen

Dieses Kapitel gibt in Abschnitt 2.1 zunächst einen Überblick über granulare Materie im allgemeinen und granulare Packungen im speziellen. Es wird dabei auf relevante Eigenschaften von Kugel- und Ellipsoidpackungen eingegangen. Zur Charakterisierung der räumlichen Struktur einer Packung sind Voronoi-Diagramme ein nützliches Werkzeug. Diese werden in Abschnitt 2.2 besprochen. Es wird auf den Unterschied zwischen Punkt-Voronoi-Diagrammen und Set-Voronoi-Diagrammen eingegangen und die zur Berechnung verwendete Software vorgestellt. Abschnitt 2.3 beschäftigt sich mit strukturellen Ordnungsmaßen. Im Detail werden die Minkowski-Tensoren eingeführt und erklärt. Auf eine Reihe von weiteren Maßen zur strukturellen Charakterisierung der Anisotropie wird ebenfalls eingegangen.

2.1. Kugel- und Ellipsoidpackungen

Granulare Medien (siehe Abbildung 2.1) sind Ansammlungen makroskopischer Partikel [vH07], wie beispielsweise Sand, Kiesel, Murmeln, Orangen, Pistazien, Kaugummis oder M&Ms. Als interessantes Forschungsgebiet sind sie für verschiedenste physikalische und industrielle Anwendungen wichtig [WA08]. Sie ermöglichen ein tieferes Verständnis von Flüssigkeiten, Jamming und Glasübergängen und helfen bei der Beschreibung von komplexeren Materialien. Granulare Medien sind darüber hinaus Grundlage für Modellsysteme kolloidaler Suspensionen oder Schäume [LN98].

Ein gutes Beispiel für granulare Medien unter Gravitation ist die Sanduhr [Utt12] (Abbildung 2.1 links oben). Der Sand im Stundenglas nimmt drei unterschiedliche Zustände ein: Den Zustand, wenn der Sand durch die Engführung fließt, des granularen Gases, wenn der Sand im freien Fall ist und den der granularen Packung im unteren Teil, wenn sich der Sandhügel anhäuft. Diese Arbeit konzentriert sich auf granulare Packungen, deswegen ist der letzte Zustand von besonderem Interesse.

Die perfekte kristalline Packung Bereits Kepler (1611) [TS10] wurde nach der dichtest möglichen Packung von Kanonenkugeln gefragt. Die sogenannte Packungsdichte ist unter Ausschluss von Randeffekten als das Verhältnis der Volumen der Kugeln zum Gesamtvolumen und damit als

$$\Phi_g = \frac{V_{\text{Teilchen}}}{V_{\text{total}}} \quad (2.1)$$

definiert. Bei der Packungsdichte wird zwischen der globalen Packungsdichte Φ_g , die das Verhältnis des Volumens aller Teilchen zum Gesamtvolumen der Packung angibt, und der lokalen Packungsdichte Φ_l unterschieden. Die lokale Packungsdichte errechnet sich lokal für jedes Teilchen aus dem Verhältnis von Teilchenvolumen zu seiner umgebenden Voronoi-Zelle. Kepler lieferte mit dem *FCC*-Gitter (*face centered cubic*) mit einer Packungsdichte von $\Phi_g = 0,74$ [TM15] die korrekte Antwort.



Abbildung 2.1.: Beispiele granularer Medien. **Oben links:** Sand in einem Stundenglas [wik15]. **Oben rechts:** Ein Stapel Orangen (hcp) [wik15]. **Unten links:** Kaugummi in einem Kaugummiautomaten [WA08]. **Unten rechts:** Ellipsoidpackung in einem zylindrischen Container [Sch12].

Gauß konnte 1831 zeigen [TS10], dass das FCC-Gitter die dichtest mögliche auf Bravais-Gitter basierende Packung [TM15] ist. Erst 2005 konnte Hales [Hal05] beweisen, dass es kein anderes Gitter in drei Dimensionen gibt, das dichter als das FCC-Gitter ist. Dies legt nahe, dass die Frage nach der „dichtesten“ Packung zwar leicht gestellt werden kann, sie aber nur schwer zu beantworten oder gar zu beweisen ist [TS10], [WA08] und [DCS⁺04].

Ungeordnete Packungen Im Rahmen dieser Arbeit liegt der Fokus auf ungeordneten Packungen von ideal harten Kugeln und Ellipsoiden. Über eine robuste Definition von ungeordneten Packungen wird seit langem diskutiert [BM60, Our72]. Die Entropie spielt hierbei eine wichtige Rolle. Bei statistischer Betrachtung ungeordneter Packungen gilt es nicht nur, die Frage zu stellen: „Gibt es dichtere oder losere Packungen?“, sondern auch: „Gibt es genug Konfigurationen, sodass diese Systeme statistisch eine signifikante Rolle spielen?“.

Diese ungeordneten Packungen zeigen einige generelle Eigenschaften [Sch14]. Sie sind *athermisch* und *dissipativ*. Ersteres bedeutet, dass die thermische Energie der Umgebung nicht ausreicht, die makroskopischen Teilchen der Packungen zu bewegen. Zweiteres heißt, dass Interaktionen zwischen den Teilchen oder zwischen Teilchen und Wand, wie beispielsweise Stöße oder Rutschen, zu einem Energieverlust führen. Beide Effekte führen dazu, dass für eine dynamische Umordnung von außen Energie zugeführt werden muss.

Das Interesse hier liegt auf *jammed packings* [LN98]. Die sogenannte *jamming-transition* bezeichnet ganz allgemein den Übergang eines Vielkörper-Systems von einem fließenden zu einem statischen, geblockten Zustand, der weit vom thermodynamischen Gleichgewicht entfernt ist [HW04]. In den hier untersuchten granularen Packungen ist der Übergang dadurch gekennzeichnet, dass das Schermodul der Packung, also der Widerstand gegen Scherung, einen endlichen Wert annimmt. Dieser Übergang tritt in vielen Systemen auf, beispielsweise in Staus (englisch *traffic jam*) oder in der eingangs erwähnten Sanduhr, wenn der Sandhügel, der sich bildet, nicht weiter rutscht, sondern einen statischen Zustand erreicht.

Ungeordnete Kugelpackungen sind in der Literatur gut untersucht, da Kugeln als simple geometrisches Objekt das einfachste Modellsystem darstellen. Experimentell können ungeordnete und mechanisch stabile Kugelpackungen Packungsdichten im Bereich von $\Phi_g = 0,55$ für das sogenannte *Random Loose Packing* (RLP) bis hin zu $\Phi_g = 0,64$ für das sogenannte *Random Close Packing* (RCP) annehmen.

RLP beschreibt per Definition die loseste ungeordnete Packung, die mechanisch stabil ist und vorkommen kann [Sil10]. Es ist experimentell schwer, Packungen in der RLP Konfiguration zu erzeugen. Zur Präparation müssen spezielle Methoden, beispielsweise Sedimentierung, genutzt werden. Siehe [FMM10]. Die Definition von RCP ist die einer dichtesten ungeordneten Packung bei $\Phi_g = 0,64$, siehe hierzu [Ric44], [BM60] und [SK69]. Experimentell wurde dies in [BM60] und [BF67] untersucht.

Bei Packungsdichten oberhalb von RCP setzt Kristallisation ein, was mit dem Konzept der ungeordneten Packungen nicht vereinbar ist [KMMST12]. Neben Kristallisation kann es weitere Ordnungseffekte geben, wie beispielsweise die Ordnung in nematischen (Anordnung der Teilchen durch ihre Orientierung, nicht aber durch ihre Position) oder smektischen (Anordnung in Schichten) Phasen. Solche Effekte werden hier lediglich als zu vermeidende Randeffekte behandelt.

Die Definitionen von RLP und RCP sind somit phänomenologisch gewählt. Es gibt Versuche, robustere Definitionen der Zustände zu erstellen, beispielsweise MRJ (englisch *maximally random jammed*), welches den ungeordnetesten Zustand aller mechanisch stabilen Packungen kennzeichnet.

Reibung Darüber hinaus hängen die Eigenschaften der Packung essentiell von der Reibung der Teilchen ab. Dadurch grenzen sich granuläre Packungen von Kolloiden oder Schäumen ab. Durch die Reibung können Tangentialkräfte zwischen zwei Teilchen oder zwischen den Teilchen und der Wand auftreten. Dadurch können zusätzliche Freiheitsgrade des Systems fixiert werden, wodurch die Packung mechanisch stabiler ist als eine reibungsfreie Packung.

Viele theoretische Überlegungen zu Kugel- und Ellipsoidpackungen beschränken sich auf reibungsfreie Teilchen, so beispielsweise [SWM08]. Diese Überlegungen weichen erwartungsgemäß von experimentell zugänglichen Packungen ab. Numerisch wird der Einfluss von Reibung ausführlich in [SEG⁺02] und [Sil10] untersucht. Die Ergebnisse dieser Arbeit werden an den gegebenen Stellen mit den entsprechenden Referenzen verglichen.

Da das Kriterium der mechanischen Stabilität offensichtlich mit der Reibung zwischen den Teilchen zusammenhängt (siehe Abbildung 2.2), ist auch RLP reibungsabhängig. Für unendliche Reibung liegt Φ_{RLP} bei 0,55 [Sch14, Rut62]. Zwischen diesem Wert und $\Phi_{\text{RCP}} = 0,64$ können Packungen existieren [Sch14]. Die isostatische Kontaktzahl liegt bei Kugelpackungen mit Reibung bei $z_{\text{iso}} = 4$. Dies ist die minimale Anzahl an Kontakten, die benötigt wird, damit die Packung mechanisch stabil ist. Experimentelle Packungen sind im allgemeinen hyperstatisch und haben damit mehr Kontakte als z_{iso} [SNS⁺13b].

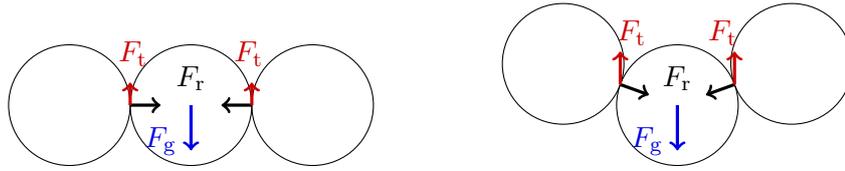


Abbildung 2.2.: Reibung spielt eine wichtige Rolle für die mechanische Stabilität von Packungen. 2D Darstellung von Kugeln in der Ebene, wobei jeweils die äußeren Kugeln fest sind. Die Pfeile stellen die radialen (schwarz) und tangentialen (rot) Kräfte, sowie die Gewichtskraft (blau) schematisch dar. In beiden Systemen wird die mittlere Kugel durch Tangentialkräfte an den Kontakten mit den äußeren Kugeln fixiert. Ohne Reibung wäre keines der beiden Systeme möglich.

Mit abnehmender Reibung steigt die Packungsdichte [SEG⁺02]. Bei reibungsfreien Teilchen fallen RLP und RCP aufeinander, wobei die Kontaktzahl in diesem Fall 6 beträgt. Hier können Packungen lediglich bei der Packungsdichte 0,64 existieren. Dieses Verhalten der Packungsdichte in Abhängigkeit der Reibung ist ebenfalls durch Simulationen von [Mak13] bestätigt worden.

In [SWM08] wird versucht, die teils phänomenologischen Definitionen von RLP und RCP bei Kugelpackungen mit einem *Mean-Field*-Ansatz zu begründen. In [BMB⁺13] wird diese Theorie auf achsensymmetrische Partikel erweitert.

Ellipsoidpackungen Dennoch sind Kugeln nur das einfachste Modell. Im Bezug auf die Formen der in der Einleitung erwähnten Objekte können Kugeln diese Anisotropie der Teilchen nicht reproduzieren. Die logische Verallgemeinerung von Kugeln sind Ellipsoide. Ein Ellipsoid ist durch seine drei Achsenlängen e_i und die daraus resultierenden Aspektverhältnisse α_j definiert, mit $i = 1, 2, 3$ und $j = 1, 2$ im dreidimensionalen Fall. Ellipsoide können in drei Kategorien eingeteilt werden [BSM12].

Oblate Ellipsoide werden durch zwei identische Achsen definiert, die größer als die dritte Achse sind. Für oblate Ellipsoide gilt $e_1 < e_2 = e_3$. Diese Ellipsoide werden auch als *Linsenform* bezeichnet.

Prolate Ellipsoide werden durch zwei identische Achsen definiert, die kleiner als die dritte Achse sind. Für prolate Ellipsoide gilt $e_1 = e_2 < e_3$. Hierbei handelt es sich um die sogenannte *Zigarrenform*.

Total asphärische Ellipsoide haben drei unterschiedliche Achsenlängen, sodass $e_1 < e_2 < e_3$ gilt. Diese Kategorie wird auch *triaxial*¹ genannt. Im Gegensatz zu den anderen beiden Kategorien sind total asphärische Ellipsoide nicht rotationssymmetrisch.

Ein erster Überblick über Ellipsoidpackungen wird in [vH09] gegeben. Ellipsoidpackungen sind experimentell und simulativ noch nicht so gut erschlossen wie Kugelpackungen. Bislang lag der Fokus der Forschung auf prolaten oder oblaten Ellipsoiden [SNS⁺13a, SNS⁺13b, SKH⁺14, Sch12]. Diese Arbeit untersucht das Verhalten von total asphärischen Ellipsoiden anhand zweier Aspektverhältnisse, sowie an Kugeln als Referenzsystem.

Simulationen zu reibungsfreien Ellipsoidpackungen sowie ein einzelnes Experiment mit einem Aspektverhältnis werden in [DCS⁺04] durchgeführt, siehe hierzu Abbildung 3.3 auf Seite 19.

¹Im Hinblick auf den Unterschied zwischen *Asphärizität* und *Anisotropie* (Siehe Abschnitt 2.3) ist der Begriff *triaxial* besser zutreffend.

Untersucht wird hier der Einfluss des Aspektverhältnis auf Packungsdichte und Kontaktzahl der Packungen. Es wird festgestellt, dass Ellipsoidpackungen *hypostatisch* sind, das bedeutet, dass sie weniger Kontakte als durch die isostatische Kontaktzahl vorgegeben, besitzen

Experimentelle Arbeiten zu Ellipsoiden sind [Sch12], [SKE⁺13], [SNS⁺13b] und [SNS⁺13a], in denen Kontaktzahlen und strukturelle Eigenschaften von Ellipsoidpackungen untersucht werden. In [DC10] werden Simulationen zu Packungen von Superellipsoiden durchgeführt. Deren Form wird durch $(x/e_1)^m + (y/e_2)^m + (z/e_3)^m = 1$ beschrieben [BSM12], wobei m ein zu den Aspektverhältnissen zusätzlicher Parameter ist.

Die Form der Teilchen weiter zu verändern, ist ein interessantes Forschungsgebiet, da bei extremen Teilchenformen unerwartete Effekte auftreten, wie in [vH07] gezeigt wird. Noch allgemeiner befasst sich [TS10] mit konvexen Teilchen.

2.2. Voronoidiagramme als natürliche räumliche Aufteilung der Packung

Das Punkt-Voronoi-Diagramm ist eine grundlegende Methode zur räumlichen Partitionierung. Es hat sich auf Kugelpackungen zur Analyse der Struktur als nützlich erwiesen [Ber64]. Dieser Abschnitt gibt eine Einführung zum Thema Voronoi-Diagramme und bezieht sich auf [OBSC00] und [SKE⁺13]. Es findet vielseitige Anwendungen in verschiedensten Bereichen, beispielsweise Als WIEGNER-SEITZ-Zellen in der Festkörperphysik oder zur räumlichen Unterteilung bei Wegfindungsalgorithmen.

Das Punkt-Voronoi-Diagramm unterteilt den Raum in *Voronozellen*. Jede Zelle ist einem Punkt zugeordnet und wird dadurch definiert, dass sie den Teil des Raums umschließt, der näher an diesem Punkt ist, als an irgendeinem anderen Punkt. Ein zweidimensionales Punkt-Voronoi-Diagramm ist im linken Teil von Abbildung 2.3 gegeben.

Durch das Punkt-Voronoi-Diagramm wird eine räumliche Unterteilung des Raums möglich, die eine lokale Analyse des zugrunde liegenden Systems ermöglicht. Im Rahmen dieser Arbeit wird das System aus den Teilchen der Packung gebildet. Bereits 1967 hat Bernal eine vorläufige Form des Punkt-Voronoi-Diagramms für RCP-Kugelpackungen verwendet um Eigenschaften der Packung zu bestimmen [BF67]. Ein dreidimensionales Voronoi-Diagramm einer echten, mechanisch stabilen Kugelpackung ist im unteren Teil von Abbildung 2.3 dargestellt. Jedes Teilchen ist komplett in seiner zugehörigen Voronozelle enthalten.

Die Konstruktion des Punkt-Voronoi-Diagramms ist lediglich auf monodispersen, sphärischen Teilchen sinnvoll. Das Zentrum des Teilchens dient hierbei als Ausgangspunkt für die Voronozelle. Mittels gewichteten Voronoi-Diagrammen können weiterhin auch polydisperse Packungen analysiert werden [AE84].

Die hier interessanten Ellipsoide als nächster logischer Schritt zur Verallgemeinerung der Kugelpackungen können mittels des *Set-Voronoi-Diagramms* untersucht werden². Dabei besteht die Voronozelle aus allen Punkten im Raum, die näher an der Oberfläche (im Gegensatz zum Zentrum) des Teilchens sind als an der Oberfläche irgendeines anderen Teilchens. Eine exemplarische Darstellung eines zweidimensionalen Set-Voronoi-Diagramms ist im rechten Teil von Abbildung 2.3 gegeben. Die Idee des Set-Voronoi-Diagramms ist nicht neu: Bereits Medvedev in [Med94]

²Das Punkt-Voronoi-Diagramm ist der duale Graph der Delaunay-Triangulation. Das Set-Voronoi-Diagramm hat nach dem aktuellen Wissensstand keinen sinnvoll definierten dualen Graphen.

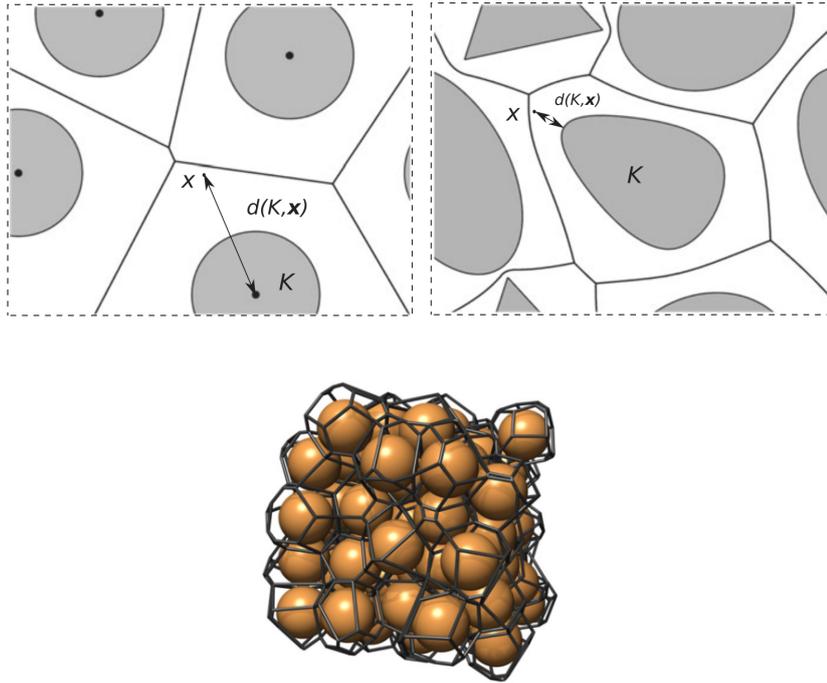


Abbildung 2.3.: **Links:** Voronoi-Diagramm von zweidimensionalen monodispersen Kugeln. Jede Zelle setzt sich aus den Punkten zusammen, die näher am Zentrum des zugehörigen Teilchens liegen als an dem Zentrum irgendeines anderen Teilchens. **Rechts:** Set-Voronoi-Diagramm von asphärischen zweidimensionalen Teilchen. Jede Zelle setzt sich aus den Punkten zusammen, die näher an der Oberfläche des zugehörigen Teilchens liegen als an der Oberfläche irgendeines anderen Teilchens. **Unten:** Ein Teil einer granularen, mechanisch stabilen Kugelpackung mit zusätzlich eingezeichneten Voronoizellen. Die Packungsdichte der Packung beträgt 0,586 %. Die beiden oberen Bilder stammen aus [SKE⁺13], das untere Bild aus [STMS⁺10].

spricht von Set-Voronoi-Diagrammen als (englisch) *voronoi S regions* und die Begriffe *navigation map* [LMOT99], *generalized voronoi diagram* [BT06] und *skeleton by zone of influence* werden ebenfalls verwendet.

Das Set-Voronoi-Diagramm ist damit die Verallgemeinerung des Punkt-Voronoi-Diagramms. Für isotrope Teilchen wie Kugeln entspricht das Set-Voronoi-Diagramm dem Punkt-Voronoi-Diagramm. Durch die Verallgemeinerung müssen die Partikel weder notwendigerweise konvex sein, noch wird gefordert, dass sie einfach zusammenhängend sind [SKE⁺13]. Die Voronoizellen können dann, selbst bei konvexen Partikeln, nicht konvex sein und die Zellen können gekrümmte Kanten besitzen.

Zur Berechnung der Set-Voronoi-Diagramme in dieser Arbeit wird das Programm qhull [BDH96] verwendet. Die Oberfläche der Teilchen wird mit einer bestimmten Anzahl Punkte gerastert. Die so abgetastete Oberfläche wird nun zu einer kleineren Parallelfäche geschrumpft, um Überlapp zwischen Teilchen in Kontakt auszuschließen. Auf den Punkten der geschrumpften Fläche wird das Punkt-Voronoi-Diagramm berechnet. Die Voronoizellen, die aus verschiedenen Punkten eines Teilchens entstehen, werden dann vereinigt. Damit ist es möglich, das Set-Voronoi-Diagramm der

Packungen zu berechnen.

2.3. Minkowski-Tensoren und andere morphologische Maße zur strukturellen Analyse

2.3.1. Minkowski-Tensoren zur strukturellen Analyse anisotroper Strukturen

Dieser Abschnitt beschreibt die Analyse der Struktur von Packungen, beziehungsweise der Voronoizellen der Packung, mittels Minkowski-Tensoren [STMK⁺11, STMK⁺13] und orientiert sich an [Sch12]. Das Voronoi-Diagramm, beziehungsweise die Voronoizellen der Packung, sind der Ausgangspunkt der Berechnung. Die Analyse räumlicher Strukturen mittels Minkowski-Tensoren ist nicht auf Voronoizellen beschränkt und kann allgemein für beliebigen Objekten durchgeführt werden [STMK⁺13]. Ziel der Analyse ist es, Informationen über einen geometrischen Aspekt eines Objekts zu erhalten. Die Objekte, auf denen die Minkowski-Funktionale in dieser Arbeit berechnet werden, sind die Voronoizellen der Packung.

Minkowski-Tensoren sind dabei die logische Verallgemeinerung skalarwertiger Minkowski-Funktionale. Die Minkowski-Funktionale sind eine etablierte Methode zur Beschreibung der Morphologie und Struktur für verschiedene physikalische Prozesse [Mec00]. Die mathematische Struktur der Minkowski-Funktionale wird im Kontext der Integralgeometrie entwickelt [Ale99]. Minkowski-Funktionale sind als skalare Größen nicht sensitiv auf Größen wie Orientierung oder Anisotropie, weswegen die Verallgemeinerung auf die tensorwertigen Minkowski-Tensoren nützlich ist.

In dieser Arbeit liegt der Fokus auf Minkowski-Tensoren mit Rang 2, obwohl eine Definition mit höheren Rang möglich ist [KMMST12, MKGM13]. Die sechs linear unabhängigen Minkowski-Tensoren $(\mathbf{W}_\nu^{r,s})_{ij}$ eines Körpers K werden in Gleichung 2.2 definiert, wobei ν, rs den Typ des Tensors kennzeichnen und i und j dessen Einträge. ν gibt den Typ des Integrals an ($\nu = 0$ Volumenintegral, $\nu = 1$ Oberflächenintegral und $\nu = 2$ und $\nu = 3$ Integral über die mit der Krümmung gewichtete Oberfläche), r und s die Potenz der Position bzw. Oberflächennormale, über die integriert wird. Nach HADWIGERS Theorem kann jede weitere strukturelle tensorwertige Eigenschaft des Körpers K , wie beispielsweise sein Trägheitstensor I_P , durch die Linearkombination der Minkowski-Tensoren dargestellt werden.

$$\begin{aligned}
 \mathbf{W}_0^{2,0}(K) &:= \int_K \mathbf{r} \otimes \mathbf{r} \, dV \\
 \mathbf{W}_1^{2,0}(K) &:= \frac{1}{3} \int_{\partial K} \mathbf{r} \otimes \mathbf{r} \, d\mathbf{A} \\
 \mathbf{W}_2^{2,0}(K) &:= \frac{1}{3} \int_{\partial K} H(\mathbf{r}) \mathbf{r} \otimes \mathbf{r} \, d\mathbf{A} \\
 \mathbf{W}_3^{2,0}(K) &:= \frac{1}{3} \int_{\partial K} G(\mathbf{r}) \mathbf{r} \otimes \mathbf{r} \, d\mathbf{A} \\
 \mathbf{W}_1^{0,2}(K) &:= \frac{1}{3} \int_{\partial K} \mathbf{n} \otimes \mathbf{n} \, d\mathbf{A} \\
 \mathbf{W}_2^{0,2}(K) &:= \frac{1}{3} \int_{\partial K} H(\mathbf{r}) \mathbf{n} \otimes \mathbf{n} \, d\mathbf{A}
 \end{aligned} \tag{2.2}$$

Hierbei ist V das Volumen des Objekts K , A seine Oberfläche. H beschreibt die mittlere

Krümmung des Objekts, G die GAUSSsche Krümmung. \otimes beschreibt das Tensorprodukt, das über $(\mathbf{a} \otimes \mathbf{a})_{ij} = a_i a_j$ für einen beliebigen Vektor \mathbf{a} definiert ist.

Es kann der Vergleich zum Trägheitstensor I_P mit $I_{P_{ij}} = \int_K -\mathbf{x}_i \mathbf{x}_j + \delta |\mathbf{x}|^2 dV$ für einen beliebigen, geschlossenen Körper K angestellt werden. Siehe hierzu Abbildung 2.4. $\mathbf{W}_0^{2,0}(K)$ entspricht dann der Verteilung der Masse in K , wenn der Körper geschlossen und homogen gefüllt ist. In gleicher Weise definiert $\mathbf{W}_1^{2,0}(K)$ die Verteilung der Massen, wenn der Körper nur aus einer infinitesimalen Oberfläche besteht. Der Tensor $\mathbf{W}_2^{2,0}(K)$ gibt das Linienintegral über die Kanten von K an und entspricht somit der Massenverteilung des „Drahtgitter-Modells“, die mit der mittleren Krümmung an der Kante gewichtet ist. $\mathbf{W}_3^{2,0}(K)$ entspricht der Verteilung der Massen auf die Ecken des Körpers, wobei mit der Gaußschen Krümmung gewichtet wird. $\mathbf{W}_1^{0,2}(K)$ beschreibt die Verteilung der Normalen und $\mathbf{W}_2^{0,2}(K)$ die Verteilung der Krümmung auf dem Körper.

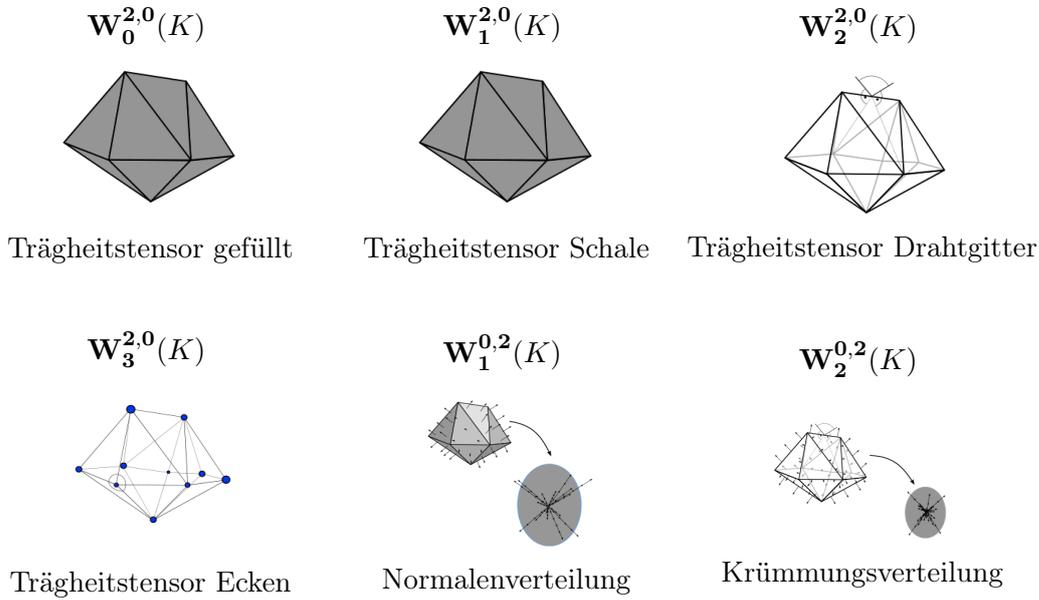


Abbildung 2.4.: Veranschaulichung der Minkowski-Tensoren aus Gleichung 2.3.1. Die Bilder stammen aus [STMK⁺11].

Zur Berechnung der Minkowski-Tensoren wird das Programm `karambola` [kar15] verwendet. Es ist als freie Software verfügbar und kann unter <http://theorie1.physik.uni-erlangen.de/research/karambola> heruntergeladen werden.

Es ist nützlich, die tensorwertigen Minkowski-Tensoren auf skalare Größen zu reduzieren. Dies geschieht über die Anisotropiemaße $\beta_{\nu}^{r,s}$, die als das Verhältnis des kleinsten zum größten Eigenwert ϵ des Tensors definiert sind:

$$\beta_{\nu}^{r,s} := \frac{|\epsilon_{\min}|}{|\epsilon_{\max}|} \in [0, 1], \quad (2.3)$$

Ein Wert von 1 entspricht einem isotropen Objekt K , niedrigere Werte kennzeichnen Anisotropie. Eine Unterscheidung muss zwischen Anisotropie und *Asphärizität* [SSDG02] getroffen werden. Asphärizität gibt die Abweichung der Form eines Körpers von einer Kugel (des gleichen Volumens) an. Würfel, Tetraeder oder andere platonische Körper sind damit asphärisch. Anisotropie charakterisiert den Körper tensorwertig. Die eben genannten Körper sind isotrop.

2.3.2. Andere morphologische Maße granularer Materie

Neben den eben besprochenen Minkowski-Tensoren gibt es weitere (morphologische) Maße, die bei der Charakterisierung granularer Packungen nützlich sind. Dieser Abschnitt gibt einen Überblick über diese Maße, wobei nicht alle im Rahmen dieser Arbeit untersucht werden.

Kontaktzahl Die in Kapitel 2.1 bereits angesprochene Kontaktzahl ist eine theoretisch wichtige Größe zur Charakterisierung von Packungseigenschaften. Viele theoretische Modelle, beispielsweise [SWM08], beinhalten die Kontaktzahl als ausschlaggebenden Parameter. In manchen Quellen wird zwischen der mechanischen und der geometrischen Kontaktzahl unterschieden. In dieser Arbeit werden experimentelle Daten untersucht, weshalb die beiden Größen äquivalent sind. Kontaktzahlen können aus Experimenten nicht direkt bestimmt werden. In dieser Arbeit wird die Kontaktzahl mit der in Abschnitt 4.2 näher erläuterten CNS-Funktion bestimmt.

Kontaktverteilung Bereits [SK69] berichtet in Kugelpackungen von einer anisotropen Verteilung der Kontakte auf der Oberfläche von Kugeln, ohne dies näher zu quantifizieren. Mittels der heute verfügbaren Analysemethoden für granulare Packungen und dem Werkzeug der stereographischer Projektion könnte diese Verteilung für Kugeln wie Ellipsoide graphisch bezüglich der Ellipsoidachsen berechnet und dargestellt werden.

Fabric Tensor Der Fabric Tensor [HW04] als dyadisches Produkt des Kontaktvektors zweier Teilchen mit sich selbst gibt Aufschluss darüber, wie die Kontakte der Packung orientiert sind. Der Fabric Tensor kann die Anisotropie des Systems nicht so gezielt beschreiben, wie die Minkowski-Tensoren, jedoch bietet er durch die Definition über Kontakte eine für diese sensitive Methode.

Packungsdichte Neben der Kontaktzahl ist die bereits in Kapitel 2.1 angesprochene lokale und globale Packungsdichte die offensichtlichsten und am einfachsten zugänglichen interessierenden Größen einer granularen Packung. Für diese Arbeit ist die globale Packungsdichte Φ_g eine zentrale Größe.

Paarkorrelationsfunktion Die aus der Streuexperimenten einfach zugängliche Paarkorrelationsfunktion [pc15] „zählt“, in welchen Abständen andere Teilchen vorkommen. Siehe hierzu auch Abschnitt 4.2.

Eigenschaften der Voronoizelle Bereits [BM60, SK69] untersuchten die Eigenschaften von Voronoizellen einer Packung. Dabei wurden statistische Größen wie die Anzahl der Flächen pro Voronoizelle und die Verteilung der Anzahl von Voronoi-Ecken auf Voronoi-Flächen untersucht.

Rang 4 Minkowski-Tensoren Wie bereits in Abschnitt 2.3 angesprochen, können Minkowski-Tensoren mit höherem Rang als zwei aufgestellt werden. Eine mögliche Anwendung findet sich mit der Untersuchung auf Kristalline Ordnung in [KMMST12].

Bond Orientational Order Metrics [SNR83] Eine ganze Familie an Ordnungsmaßen q_l kann auf Basis der nächsten Nachbarn gefunden werden. Mit diesen können die lokale Struktur der Packung untersucht werden. Die Definition der Maße ist jedoch, im Gegensatz zu den Minkowski-Tensoren, nicht auf einem mathematischen Modell begründet. Es zeigt sich, dass diese Maße teilweise *false-positives* generieren und somit kein robustes Maß angeben [KMMST12].

Ringstatistik Für Gläser und glasartige Strukturen liefert die Analyse mittels Ringnetzwerken [Zac32, ISS12] ein Kriterium dafür, wie vernetzt die Glasstruktur ist.

3. Methoden und Experimente

3.1. Verwendete Teilchen

In diesem Kapitel werden die Teilchen, die in dieser Arbeit benutzt werden, vorgestellt. Photos einiger dieser Teilchen sind in Abbildung 3.1 dargestellt.

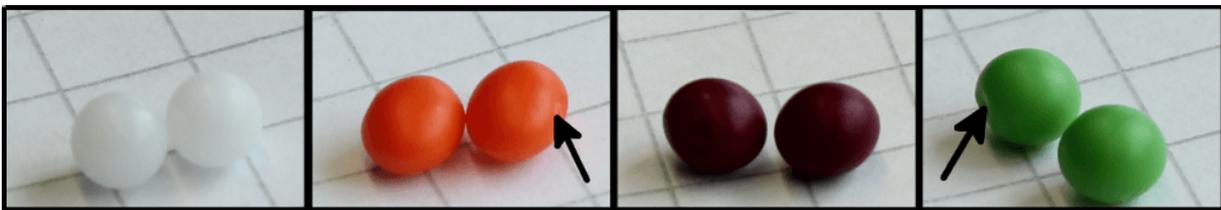


Abbildung 3.1.: Nahaufnahmen einiger Teilchen. Von links nach rechts, nach Tabelle 3.1: Kugeln mit $\langle\alpha\rangle = 1$ (weiß), triaxiale Ellipsoide: $\langle\alpha\rangle_N = 1,4$ (orange), $\langle\alpha\rangle_N = 1,1$ (lila) und $\langle\alpha\rangle_F = 1,1$ (grün). Bei den Spritzgussteilchen ist die Angusstelle mit einem Pfeil markiert.

Eine Übersicht über alle Teilchen ist in Tabelle 3.1 gegeben.

Bezeichnung ³	Farbe	Material ⁴	e_1 [mm]	e_2 [mm]	e_3 [mm]	α_1	α_2
$\langle\alpha\rangle = 1,0$	weiß	POM	1,75	1,75	1,75	1.00	1.00
$\langle\alpha\rangle_F = 1,1$	grün	MABS Terluxe	1,765	1,865*	2,00*	1.13	1.07
$\langle\alpha\rangle_N = 1,1$	lila	MABS Terluxe	1,765	1,865*	2,00	1.13	1.07
$\langle\alpha\rangle_F = 1,4$	grau	MABS Terluxe	1,500	1,875*	2,34*	1.56	1.25
$\langle\alpha\rangle_N = 1,4$	weiß	MABS Terluxe	1,500	1,875*	2,34	1.56	1.25
$\langle\alpha\rangle_N = 1,4$	orange	MABS Terluxe	1,500	1,875*	2,34	1.56	1.25

Tabelle 3.1.: Übersicht über die verschiedenen Teilchen. Die Bezeichnung wird später in den Graphen verwendet. Die Werte entsprechen den Angaben der Bestellung. Die Index N und F steht für *on*- und *off*-axis und gibt die Position der Angusstelle an. Siehe Abschnitt 3.1.2. Die mit einer Asterisk (*) markierten Achsenlängen sind die Achsen, auf denen die Angusstelle liegt.

Die Ellipsoide werden durch ihre 3 Achsenlängen e_i charakterisiert, sowie über die Verhältnisse der Achsen zueinander. Diese Verhältnisse werden Aspektverhältnisse genannt und mit α_j bezeichnet. Im folgenden gilt:

³Diese Bezeichnung wird zur Identifikation der Teilchen in den Graphen verwendet.

⁴Siehe Unterpunkt „Herstellung“ in diesem Abschnitt.

$$\alpha_1 = \frac{e_3}{e_1} \quad \text{und} \quad \alpha_2 = \frac{e_3}{e_2} \quad (3.1)$$

Sind alle drei Achsenlängen e_i unterschiedlich, so spricht man von *total asphärischen* oder triaxialen Ellipsoiden.

Zusätzlich gibt es zwei durch Material und Herstellungsverfahren unterscheidbare Teilchensorten. Die Kugeln mit $\alpha_j = 1.0$ werden aus Polyoxymethylen (POM) hergestellt [sph15a]. Sämtliche andere Teilchen (also alle Ellipsoide mit $\alpha_1 \neq \alpha_2$) werden aus MABS Terluc [mab15] im Spritzgussverfahren hergestellt.

3.1.1. Kugeln

Die Kugeln werden als Referenz gewählt, da sie die Grundlage des einfachsten Modellsystems darstellen. Außerdem gibt es, wie in Abschnitt 2.1 beschrieben, bereits publizierte Daten aus Simulationen und Experimenten mit Kugeln.

Herstellung

Die Kugeln werden von der Firma Spherotech [sph15a] bezogen und werden aus Polyoxymethylene (POM) gefertigt. Die Kugeln besitzen einen Radius von $e_1 = e_2 = e_3 = 1,75$ mm. Für eine Untersuchung der Struktur werden für eine Packung ca. 10 000 Teilchen benötigt.

Monodispersität

Es ist wichtig zu wissen, wie gut die Teilchen den idealen Kugeln ähnlich sind und ob es systematische oder statistische Abweichungen bei den Größe der Teilchen gibt. Dafür werden die aus den segmentierten Tomogrammen errechneten Achsenlängen, wie in Abschnitt 3.5 beschrieben, über alle Messungen einer Teilchensorte gemittelt.

Die Kugeln haben laut Hersteller [sph15a] einen Radius von $(1,750 \pm 0,011)$ mm [sph15b]. Misst man die Größe der Teilchen aus den aus den Tomogrammen gewonnenen Daten (Abschnitt 3.5), so erhält man einen Wert, der mit $(1,754 \pm 0,009)$ mm im Rahmen der Standardabweichung sehr gut die Angaben des Herstellers reproduziert.

Allerdings weichen ungefähr 0,1 % der Kugeln im Radius um bis zu 9 % zu kleineren oder größeren Werten ab. Dies entspricht keiner statistischen Verteilung sondern einzelnen Ausreißern mit signifikant anderem Radius. Die Verteilung der Radien der Kugeln einer exemplarischen Packung⁵ ist in Abbildung 3.2 dargestellt.

Diese Ausreißer sind weder durch die Auswertemethoden, siehe Abschnitt 3.5, bedingt, noch gibt es eine Häufung in bestimmten Bereichen des Systems (weder radial, horizontal oder azimuthal). Dies wurde erst bei der Auswertung der Daten bemerkt, nachdem sämtliche Versuche für diese Arbeit abgeschlossen waren. Für weitere Versuche wäre ein erster Schritt, die Kugeln mit einem Sieb der entsprechenden Maschenbreite zu sieben und somit die Teilchen auszusortieren. Durch die geringe Anzahl von 0,1 % wird angenommen, dass dies keinen signifikanten Einfluss auf die strukturellen oder mechanischen Eigenschaften des Systems hat. Insgesamt entsprechen diese Teilchen den Anforderungen im Rahmen der vom Hersteller angegebenen Genauigkeit.

⁵Es handelt sich hierbei um eine Packung von Kugeln, die mit Silikonspray behandelt wurden. Die Packung wurde 10 000 mal getapped und hat damit eine Packungsdichte von 63,3 %.

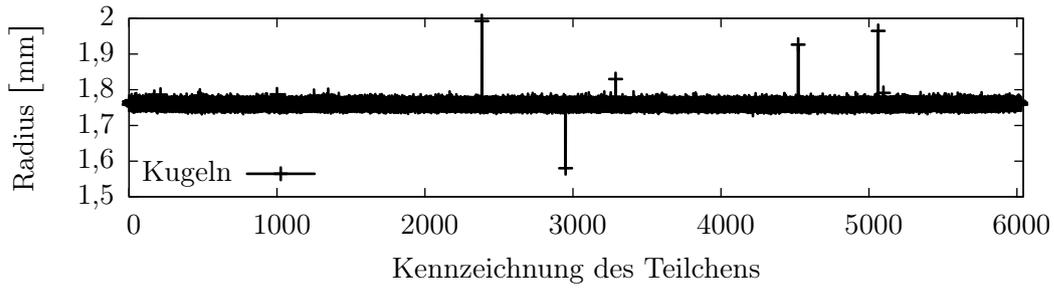


Abbildung 3.2.: Radius des Teilchens über die Kennzeichnung des Teilchens (ID, label). 0,1 % der Kugeln weichen signifikant von dem erwarteten Radius ab.

3.1.2. Total asphärische Ellipsoide

Für diese Arbeit werden total asphärische Ellipsoide mit zwei Aspektverhältnissen untersucht. Die orangen, grauen und weißen Ellipsoide mit $\langle\alpha\rangle = 1,4$, sowie die grünen und lila Ellipsoide mit $\langle\alpha\rangle = 1,1$.

Der linke Teil von Abbildung 3.3 zeigt die maximal erreichbare Packungsdichte aus Simulationen [DCS⁺04] von ungeordneten Strukturen für Ellipsoide in Abhängigkeit von deren Aspektverhältnis. Die Kurven zeigen das Verhalten für prolate, oblate und total asphärische Ellipsoide mit

$$\begin{aligned} e_1 : e_2 : e_3 &= \alpha : 1 : 1 && \text{für pro- und oblate Ellipsoide} \\ e_1 : e_2 : e_3 &= \alpha : 1 : \alpha^{-1} && \text{für triaxiale Ellipsoide} \end{aligned} \quad (3.2)$$

Die verwendeten α entsprechen den α_2 dieser Arbeit, nicht der als Bezeichnung verwendeten $\langle\alpha\rangle$. Die Kugeln mit $\langle\alpha\rangle = 1,0$ entsprechen in der Abbildung $\alpha = 1$. Die orangen, weißen und grauen Ellipsoide mit $\langle\alpha\rangle = 1,4$ entsprechen einem Aspektverhältnissen von $\alpha_2 = 1.25$ und sind als vertikale Markierung in der Abbildung eingezeichnet. Die grünen und lila Ellipsoide mit $\langle\alpha\rangle = 1,1$ entsprechen nicht dem in [DCS⁺04] untersuchten Verhältnis der Achsenlängen aus Gleichung 3.2 und können deshalb nicht exakt im Plot identifiziert werden. Für diese Teilchen wird die bestmögliche Entsprechung mit $\alpha = 1,07$ ebenfalls mit einer vertikalen Markierung gekennzeichnet.

Die Ellipsoide mit $\langle\alpha\rangle = 1,4$ liegen genau auf dem Maximum der total asphärischen Literaturwerte, die im linken Teil von Abbildung 3.3 dargestellt sind. Die Entscheidung, diese Ellipsoide zu untersuchen, beruht darauf, dass sie besonders dichte Packungen erzeugen können.

Untersucht man Kugelpackungen in der RCP-Struktur, siehe Abschnitt 2.1, so stellt man fest, dass die Voronoizellen dieser Packung eine intrinsische Anisotropie besitzen [STMS⁺10]. Passt man in diese Voronoizellen nun Ellipsoide bezüglich der Anisotropie der Voronoizellen ein, so erhält man im Mittel über alle Voronoizellen der Packung das Aspektverhältnis der grünen und lila Ellipsoide. Dies ist im rechten Teil von Abbildung 3.3 dargestellt. Es wird vermutet, dass diese Teilchen aufgrund ihrer intrinsischen Anisotropie die intrinsische Anisotropie der Voronoizellen besser ausnutzen und dadurch spezielle Packungseigenschaften besitzen könnten. Deswegen sind diese Teilchen von besonderem Interesse. Auf die Frage, ob die grünen und lila Ellipsoide besondere Packungseigenschaften besitzen, wird in Abschnitt 4.5 eingegangen.

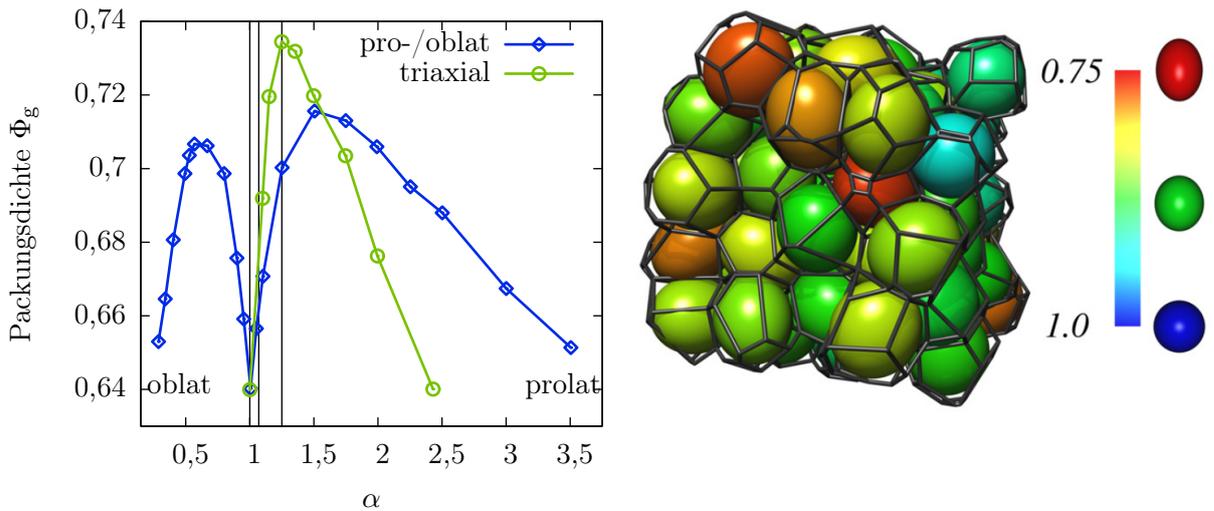


Abbildung 3.3.: **Links:** Packungsdichte als Funktion des Aspektverhältnisses. Die Daten stammen aus [DCS⁺04]. Vertikale Markierungen kennzeichnen die Aspektverhältnisse der hier verwendeten Teilchen. Das Aspektverhältnis α in diesem Plot entspricht Gleichung 3.2 und nicht dem hier verwendeten $\langle\alpha\rangle$. Die Kugeln entsprechen $\langle\alpha\rangle = \alpha = 1$, die Ellipsoide mit $\langle\alpha\rangle = 1,4 \hat{=} \alpha = 1,25$. Die grünen und lila Ellipsoide entsprechen fast $\langle\alpha\rangle = 1,1 \approx \alpha = 1,07$. **Rechts:** Die selben Voronoizellen, wie in Abbildung 2.3. Die Kugeln werden durch Ellipsoide ersetzt, die der Anisotropie und Orientierung der Voronoizellen entsprechen. Die Farbskala zeigt das Aspektverhältnis der Ellipsoide an. Die grünen und lila Spritzgussteilchen entsprechen den gemittelten Aspektverhältnissen dieser Abbildung, die aus [STMS⁺10] stammt.

Herstellung

Sämtliche Spritzguss-Teilchen werden von der Firma Hoefer & Sohn [hoe15] bezogen und werden im Spritzgussverfahren aus MABS Terluc [mab15] gefertigt. Für das Spritzgussverfahren muss zunächst für jedes Achsenverhältnis eine Form gefertigt werden. Das Material, aus dem die Teilchen gefertigt werden (MABS Terluc, [mab15] „Granulat“) wird geschmolzen und in die Form gepresst. Für diesen Spritzprozess muss die Form prozessbedingt eine Angussstelle haben. Diese lässt sich nicht komplett entfernen und hinterlässt auf dem Teilchen eine Delle. Die Position der Angussstelle wird in den hier untersuchten Teilchen an zwei verschiedenen Positionen gewählt, um den Einfluss der Angussstelle zu untersuchen: Eine Position ist auf der mittleren Achse e_2 und wird nach *on-axis* mit einem N gekennzeichnet, die andere Position ist bei 45° zwischen der mittleren Achse e_2 und der größten Achse e_3 und wird nach *off-axis* mit einem F markiert. Dies ist in Abbildung 3.4 dargestellt.

Die so hergestellten Teilchen sind somit bereits durch die Herstellung keine perfekten Ellipsoide, sondern besitzen eine leicht abweichende Form. Von jedem Teilchentyp werden mindestens 10 000 Teilchen für einen Versuch benötigt.

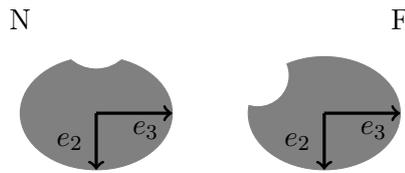


Abbildung 3.4.: Schematische Darstellung der Positionen der Angusstelle bei den Spritzguss-Teilchen. Die Skizze zeigt einen Schnitt durch die (e_2, e_3) -Ebene des Ellipsoids. Die mit N gekennzeichneten Teilchen haben die Angusstelle *on-axis*, die mit F gekennzeichneten Teilchen haben die Angusstelle *off-axis*. Die Größenverhältnisse sind nicht maßstabsgetreu und die Angusstelle ist zur Veranschaulichung besonders übertrieben hervorgehoben.

Monodispersität

Durch das Spritzguss-Verfahren entsteht eine Angusstelle am Teilchen, siehe Abbildung 3.1 und 3.4. Dies hat einen signifikanten Einfluss auf die Achsenlängen der Teilchen und kann in Tabelle 3.1 nachvollzogen werden. Die Angusstelle verkürzt die Achse bei *on-axis* N-Lage um 0,03 mm, bei *off-axis* F-Lage beide Achsen um 0,02 mm. Da dieser Effekt bei allen Teilchen vorhanden ist, kann er in der weiteren Auswertung nicht vernachlässigt werden. Insbesondere bei der Berechnung der Kontakte, siehe Abschnitt 4.2, muss diese Besonderheit berücksichtigt werden.

Insgesamt weichen die Spritzgussteilchen aufgrund der Angusstelle signifikant in Form und Größe von idealen Ellipsoiden ab. Weitere Experimente sowie die Auswertung können also nur unter der Berücksichtigung dieser Besonderheit durchgeführt werden.

3.2. Reibung

Für diese Arbeit ist Reibung der zentrale Parameter. Während andere Untersuchungen zu granularen Packungen [SNS⁺13b, DCS⁺04] Reibung unterschiedlicher Teilchensorten (Herstellungsverfahren, Material, Serienstreuung) lediglich als Nebeneffekt behandelt haben, ist der Ansatz hier, identische Teilchen zu nutzen. Die Reibung dieser Teilchen wird verändert und quantifiziert. So sind die Ergebnisse dieser Arbeit direkt miteinander vergleichbar.

3.2.1. Reibungsmessung auf schiefer Ebene

Grundlagen

Um die Reibung qualitativ und quantitativ zu charakterisieren, wird der Haftreibungskoeffizient μ verwendet. Dieser wird mit dem im folgenden beschriebenen Versuchsaufbau *Mausefalle* bestimmt [Utt12, SNS⁺13b].

Die grundlegende Idee ist, die Teilchen auf einer schiefen Ebene zu platzieren. Der Winkel der schiefen Ebene gegenüber der Horizontalen kann verändert werden. Ein Reibungsexperiment startet bei einem kleinen Winkel, der dann erhöht wird. Der Winkel bei dem das Teilchen zu rutschen beginnt, wird als der kritische Winkel α_{crit} vermerkt und ist das direkte Messergebnis.

Der Versuchsaufbau ist in Abbildung 3.5 dargestellt. Die schiefe Ebene ist an der niedrigeren

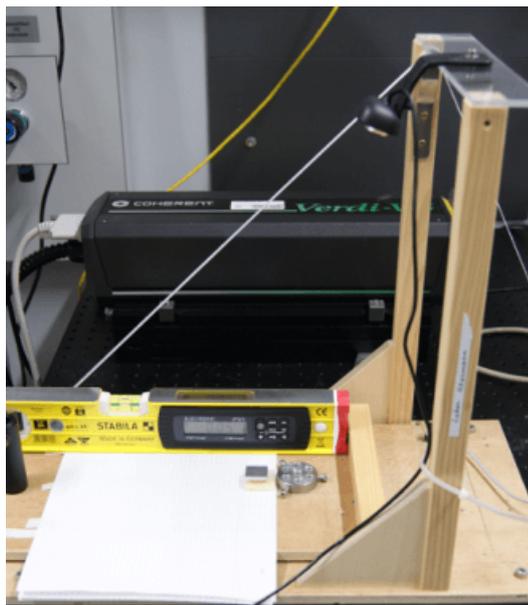


Abbildung 3.5.: Aufgebaute Mausefalle. Die schiefe Ebene ist rechts fixiert. Der Winkel kann über den Seilzug eingestellt werden. Auf der Ebene sind neben der Wasserwaage ebenfalls eine Granulatplatte sowie der Schlitten zu sehen, oben rechts die Webcam.

Seite über Scharniere mit der Unterlage verbunden. Auf der hohen Seite der Ebene ist ein Seil befestigt, das über eine Umlenkrolle zu einem Steppermotor führt. Der Steppermotor wird über ein LabView-Programm gesteuert. So kann der Winkel der Ebene automatisch geändert werden.

Die Geschwindigkeit der Änderung sollte so niedrig wie möglich gewählt werden. Da jedoch ein Steppermotor bei langsamen Geschwindigkeiten die Steps einzeln ausführt, was zu einer ruckhaften Bewegung führt, gibt es eine Mindestgeschwindigkeit. Diese wurde durch Beobachtung abgeschätzt und beträgt⁶ $0,064 \text{ }^\circ \text{ s}^{-1} = 3,85 \text{ }^\circ \text{ min}^{-1}$.

Zusätzlich befindet sich zur exakten Messung des kritischen Winkels eine Wasserwaage auf der schiefen Ebene. Die Wasserwaage besitzt eine Anzeigenauigkeit von $0,05^\circ$. Von jeder Messung wird zur Auswertung ein Video mittels einer Webcam aufgenommen. So kann die Messung halbautomatisch durchgeführt werden und der kritische Winkel kann in der Nachbearbeitung genau bestimmt werden.

Da die Messwerte erwartungsgemäß einer gewissen experimentellen Streuung unterliegen, werden 15 Messungen mit den gleichen Teilchen durchgeführt. Es gab bei keiner Serie einen klaren Trend zwischen dem gemessenen kritischen Winkel und der Anzahl der vorhergegangenen Messungen der Serie. Dies zeigt, dass es während einer Serie zu keiner signifikanten Veränderung der Teilchen (wie beispielsweise Abschleifen der Oberfläche durch Rutschen) kommt.

⁶In der LabView-Software entspricht dies einem Wert von 40.

Berechnung des Haftreibungskoeffizienten

Aus Überlegungen zum Kräftegleichgewicht im Moment vor Beginn des Rutschens kann aus dem kritischen Winkel der Haftreibungskoeffizient μ berechnet werden. Dabei gilt:

$$\mu = \tan(\alpha_{\text{crit}}) \quad (3.3)$$

Bei der Herleitung des Haftreibungskoeffizienten kürzen sich in der Rechnung sämtliche Massen des Teilchens. Dies ist ein großer Vorteil bei der Benutzung des Haftreibungskoeffizienten, da die Messungen unabhängig von der Masse der Teilchen oder des Schlittens miteinander vergleichbar sind. Als einziger Parameter geht der kritische Winkel ein.

Schlitten

Da ein einzelnes Teilchen in Form eines Ellipsoids auf einer schiefen Ebene rollen und nicht rutschen wird, wird ein *Schlitten* verwendet. Dies ist eine Metallplatte, auf deren Unterseite drei Teilchen fest angeklebt werden. Die Teilchen werden mit gleicher Orientierung in einem gleichseitigen Dreieck unten am Schlitten befestigt. Dadurch wird das Rollen der Teilchen verhindert. Somit kann der Haftreibungskoeffizient gemessen werden.

Unterlage

Der Haftreibungskoeffizient ist zwischen zwei Körpern definiert [TM15]. Deshalb spielt die Oberfläche der schiefen Ebene, im folgenden Unterlage genannt, eine Rolle, die genau so wichtig ist, wie das Teilchen selbst und dessen Oberfläche.

Für die strukturellen und mechanischen Untersuchungen in dieser Arbeit ist die Haftreibung an einem Punktkontakt zwischen zwei Teilchen interessant. Die Mausefalle kann prinzipbedingt lediglich die Reibung zwischen einem Teilchen und einer ebenen Oberfläche messen. In einem ersten Versuch wurde als Unterlage Papier aus einem karierten Din-A4-Block genutzt.

Um eine bessere Einschätzung der absoluten Reibungskoeffizienten im Bezug auf das granulare System zu erhalten, werden *Granulatplatten* hergestellt. Diese bestehen aus MABS Terlux [mab15], dem gleichen Material, im folgenden *Granulat* genannt, wie die Teilchen.

Das Granulat wird in eine Petrischale gegeben und auf einer Heizplatte auf eine Temperatur von 300 °C erhitzt. Es wird gewartet, bis das Granulat komplett geschmolzen ist. Alle 20 min wird die Soll-Temperatur der Heizplatte um 50 °C verringert und das System so möglichst langsam abgekühlt. Während des Schmelz- und Abkühl-Prozesses wird eine minimal größere Petrischale kopfüber auf die Schale mit dem Granulat gelegt. Dies dient als „Deckel“, um den Wärmestrom an die Umgebung zu limitieren⁷.

Die Petrischale wird nach dem Abkühlen zerbrochen. Dies beschädigt die Granulatplatte nicht. Selbige kann dann in Stücke der benötigten Größe (ca 2 cm²) zersägt werden.

Die Unterlage soll die gleiche Oberflächenbehandlung erfahren, wie die Teilchen selber (z.B. beim Schleifen, siehe Abschnitt 3.2.2). Erwartungsgemäß muss bei der deutlich größeren Platte eine längere Zeit geschliffen werden. Die gewählte Schleifzeit für die Platte beträgt 480 min. Dieser Wert wurde empirisch gefunden, da die Platte dann homogen geschliffen ist. Bei kürzeren Schleifzeiten ist bereits mit bloßem Auge sichtbar, dass die Platte nicht überall gleich geschliffen ist.

⁷Ohne den Deckel reicht die Temperatur nicht aus, um das Granulat vollständig zu schmelzen.

3.2.2. Methoden zur Veränderung des Reibungskoeffizienten

Um die Reibung der Teilchen zu ändern, werden in dieser Arbeit drei Verfahren angewendet, welche hier beschrieben werden. Wie im Anschluss daran die Reibung der Teilchen quantifiziert wird, ist in Abschnitt 3.2.1 auf Seite 20 beschrieben, die Ergebnisse der Reibungsmessung können in Abschnitt 4.1 auf Seite 44 nachgelesen werden.

Schleifen

Um die Reibung der Teilchen zu modifizieren, wird versucht, die Oberfläche durch mechanisches Schleifen zu verändern. Die Teilchen werden mit einem Schleifmittel (siehe unten) für eine gewisse Zeit geschliffen.

Die Umsetzung dieser Methode wird mittels einer Drehbank sowie eines fest verschließbaren Topfes realisiert. Der Topf besitzt am Boden eine extra angebrachte Halterung, mit der er in die Drehbank eingespannt werden kann.



Abbildung 3.6.: Die Teilchen werden zusammen mit dem entsprechenden Schleifmittel in einen Topf gegeben, der auf einer Drehbank eingespannt wird.

Die Teilchen werden zusammen mit dem Schleifmittel in den Topf gegeben. Dieser wird verschlossen und dann in die Drehbank eingespannt. Bei der niedrigst möglichen Geschwindigkeit wird der Topf um seine Achse rotiert. Abbildung 3.6 zeigt den Topf während des Schleifvorgangs.

Als Schleifmittel werden Korund und Ottawasand verwendet, sowie eine nicht näher spezifizierte Art von besonders feinem Sand.

Während des Schleifens werden zu bestimmten Zeitpunkten Proben von 5 Teilchen entnommen. Beim Test des Verfahrens mit den orangen Ellipsoiden und Korund geschieht die Entnahme im Bereich von 5 min bis 380 min. Es wird auch ein Langzeittest mit einer Schleifzeit von 940 min durchgeführt. Da sich, siehe Abschnitt 4.1 auf Seite 44, die Reibung nach 120 min nicht mehr signifikant ändert, werden alle weiteren Proben ebenfalls mit dieser Zeitdauer geschliffen. Nach dem Schleifen werden die Teilchen durch Sieben vom Schleifmittel getrennt.

Ätzen

Wie aus [Utt12] und [UAB⁺11] bekannt, kann die Oberfläche von Glaskugeln mit einem chemischen Ätzmittel aufgeraut werden. So wird die Reibung der Kugeln verändert. Ein ähnliches Verfahren wird für die Veränderung der Reibung der Teilchen in dieser Arbeit angewandt.

Das Datenblatt der Teilchen listet eine Reihe an chemischen Verbindungen, die das Material POM angreifen. In Absprache mit dem technischen Laborleiter des Max Planck Institut für Dynamik und Selbstorganisation wurde als Ätzmittel Cyclohexan⁸ ausgewählt.

Es werden jeweils 5 Teilchen in eine kleine Flasche (Füllvolumen 5 mL) gegeben. Darauf wird mit einer Pipette 1 mL Cyclohexan gegeben. Um den Einfluss der Ätzzeit zu untersuchen, werden mehrere Fläschchen vorbereitet. Nach der gewünschten Ätzzeit wird der Ätzvorgang mit Isopropanol⁹ abgestoppt. Cyclohexan ist in Isopropanol löslich und reagiert dann nicht weiter mit der Oberfläche der Teilchen. Der Inhalt der Flasche wird in einen Filter gegeben, in dem die geätzten Teilchen zurückbleiben. Das Cyclohexan und Isopropanol kann abfließen. Nach dem Abtropfen der Flüssigkeit werden die Teilchen noch zweimal mit Isopropanol gespült. Die zum Ätzen der Teilchen benötigte Zeit ist deutlich niedriger als zum Schleifen. Typische Ätzzeiten liegen im Bereich von wenigen Minuten.

Silikonspray

Im Gegensatz zu den beiden eben vorgestellten Methoden, die Reibung der Teilchen zu erhöhen, wird Silikonspray verwendet, um die Reibung zwischen den Teilchen zu verringern. Wie [vZKG⁺04] und [GSM⁺03] gezeigt haben, kann durch Zugabe eines Schmiermittels (bei den Zitaten Graphitspray, hier Silikonspray) die Reibung in granularen Systemen verringert werden.

Die Teilchen werden in eine große und offene Plastischale gegeben und das Silikonspray wird nach Gebrauchsanweisung aufgebracht. Der Abstand zwischen Flasche und Teilchen beträgt dabei ca. 15 cm. Die Teilchen werden durchmischt und es wird ein zweites und darauf folgend ein drittes mal Silikonspray aufgetragen.

Es ist darauf zu achten, dass die Schicht des Silikonsprays auf den Teilchen nicht zu dick wird, da sonst Kapillarkräfte zwischen den Teilchen auftreten können, die die weiteren Untersuchungen beeinflussen würden.

Ein Nachteil dieser Methode ist, dass die exakte Dosierung des Silikonsprays nicht reproduzierbar ist. Weiterhin ist es nicht möglich, die Homogenität der Auftragung sicherzustellen.

Hinweise zur Verwendung von Silikonspray Da Silikonspray sehr benetzend wirkt und sich an Luft schnell verteilen kann, wird dieser Vorgang unter freiem Himmel durchgeführt.

Da alle Oberflächen, mit denen die besprühten Teilchen in Kontakt kommen, ebenfalls Spuren von Silikonspray aufweisen, werden alle Versuche mit diesen Teilchen zuletzt durchgeführt.

Die Objekte, die mit den besprühten Teilchen direkt in Kontakt kommen, wie beispielsweise die Box, in dem die Teilchen zwischen Messungen gelagert werden oder der zylindrische Container, werden danach mit einem Warnhinweis versehen, um eine Verunreinigung von anderen Teilchen auszuschließen.

⁸Siehe <http://en.wikipedia.org/wiki/Cyclohexane>

⁹http://en.wikipedia.org/wiki/Isopropyl_alcohol

3.2.3. Oberflächenanalyse der Teilchen

Dass die Reibung von Teilchen durch eine Veränderung der Oberfläche modifiziert werden kann, wurde bereits in mehreren Arbeiten, beispielsweise in [PSOL06], [UAB⁺11] und [Utt12] gezeigt. Die Oberfläche und ihre mikroskopische Struktur der Teilchen ist ausschlaggebend für ihre Reibung. In diesem Abschnitt wird deshalb die Oberfläche der Teilchen genauer untersucht.

Obwohl es keinen klaren, deduktiven oder mathematisch formulierten Zusammenhang zwischen der Oberfläche und der Reibung gibt, kann in [PSOL06] eine Korrelation zwischen der Oberflächenrauigkeit R und dem Reibungskoeffizienten μ festgestellt werden. In [Utt12] wird ebenfalls eine Untersuchung der Oberfläche und der Reibung durchgeführt.

Dies motiviert die Untersuchung der Oberfläche um weitere Einblicke zum Einfluss und den Ursachen der Reibung zu gewinnen.

Ziel ist es, ein möglichst gut aufgelöstes Höhenprofil der Oberfläche zu gewinnen und auf diesem eine Auswertung der Rauigkeit durchzuführen.

Messungen

Unterschiedliche Methoden zur Charakterisierung der Oberfläche werden im Rahmen dieser Arbeit durchgeführt. Hier wird ein kurzer Überblick über die Methoden und ihre Vor- und Nachteile gegeben.

AFM Die erste Idee ist die Abtastung der Oberfläche mittels eines Rasterkraftmikroskops (englisch *atomic force microscope*), das am Max Planck Institut für Dynamik und Selbstorganisation vorhanden ist. Dabei wird die Oberfläche mechanisch abgetastet. AFM bietet ausgezeichnete laterale (xy) Auflösung. Der Messprozess ist jedoch dadurch limitiert, dass der abtastbare Bereich in allen drei Richtungen beschränkt ist. Durch die Beschränkung in z -Richtung wird diese Methode durch die Krümmung der Teilchen unbrauchbar.

Profilometrie Das Profilometer funktioniert ebenfalls über mechanische Abtastung der Oberfläche und ermöglicht eine Abtastung in deutlich größeren Bereichen. Jedoch hat die Spitze des Profilometers eine Größe von $12,5\ \mu\text{m}$, was die Auflösung der Oberfläche nicht hinreichend fein ermöglicht. Deshalb wird auch diese Methode verworfen.

WLI In Kooperation mit Uni Bremen¹⁰ konnten Oberflächenmessungen mit einem Weißlichtinterferometer (WLI) durchgeführt werden. Dabei konnten allerdings nicht alle Teilchen untersucht werden. Zusätzlich war der laterale Scanbereich nicht groß genug, um eine statistisch relevante Aussage über die Oberfläche zu treffen.

hochaufgelöste Tomogramme Am Nanotom können Auflösungen bis zu $2\ \mu\text{m}$ erreicht werden, wenn die Vergrößerung entsprechend gewählt wird. Die Auflösung ist nicht so gut wie im AFM, jedoch stellt die Krümmung der Teilchen kein Problem dar.

Oberflächentomogramme Die Methode der Tomogramme wird aus den eben genannten Vor- und Nachteilen gewählt. Auf die Durchführung der Messungen wird hier eingegangen. Für die Charakterisierung der Oberflächen mittels Tomographie wird der gleiche Aufbau wie in Abschnitt 3.4 verwendet. Ein einzelnes Teilchen wird so nah wie möglich an der Röhre positioniert, um eine möglichst gute Auflösung zu gewährleisten. Die so erreichbare Voxelkantenlänge beträgt $2,0\ \mu\text{m}$.

¹⁰Cornelius Fischer http://www.geo.uni-bremen.de/page.php?pageid=109&benutzer_ID=2667&p_reg=1&frstChr=F

Dies ist ein Bereich, in dem die endliche Größe des Brennflecks der Röntgenröhre eine deutliche Unschärfe erzeugen kann. Die Größe des Brennflecks lässt sich in vier Stufen¹¹ auf Kosten der Leistung einstellen. Ein Test wurde mit dem nächstbesseren Modus durchgeführt. Da so keine sichtbare Verbesserung der Qualität im Tomogramm erreicht werden kann, wird angenommen, dass der normale Modus ausreichend für diese Anwendung ist.

Als Spannung und Strom werden 90 kV und 180 μ A gewählt um den Kontrast zu maximieren. Die FOD, der Abstand zwischen Röntgenröhre und Objekt, wird hier mit 20 mm so klein wie möglich gewählt, um die bestmögliche Auflösung zu erreichen. Mit der FDD (Abstand Röntgenröhre zu Detektor) von 500 mm ergibt sich eine Vergrößerung von 25 und damit eine Voxelkantenlänge von 2 μ m. Die Aquisition der Projektionen und die Rekonstruktion des Volumens verläuft wie bei den Tomogrammen der Packungen.

Datenverarbeitung

Zur Auswertung der Daten muss aus den Tomogrammen zunächst ein Höhenprofil gewonnen werden. Die Tomogramme werden zur Rauschunterdrückung mit einem $3 \times 3 \times 3$ -Filter geglättet und dann binarisiert. Dadurch wird die Auflösung reduziert, im schlechtesten Fall auf das dreifache der Voxelgröße, was einem Wert von 6 μ m entspricht. Die so erreichte Voxelgröße ist immer noch um einen Faktor zwei besser als die Voxelgröße des Profilometers. Der Schwellwert der Binarisierung wird manuell festgelegt.

Aufgrund der Form der Teilchen zeigt das Höhenprofil die Form eines Ellipsoids. Zu weiteren Auswertungen muss das Höhenprofil um dieses Ellipsoid korrigiert werden. Dafür werden in jeder Schicht des Tomogramms¹² Ellipsen an das Höhenprofil gefittet und diese Funktion abgezogen. Eine exemplarische Schicht ist in der linken Seite von Abbildung 3.7 abgebildet. Das so korrigierte Höhenprofil ist der Ausgangspunkt der Auswertung.¹³

Auswertung

Wie in [PSOL06] gibt das Histogramm des korrigierten Höhenprofils eine erste Einschätzung der Rauigkeit der Oberfläche. Das Histogramm sollte um 0 verteilt sein, die Standardabweichung der Verteilung ist ein Maß für die Rauigkeit der Oberfläche. Die Oberflächenrauigkeit R ist definiert als die Standardabweichung der gemessenen Höhe. Das Histogramm eines Höhenprofils vor und nach der Korrektur ist in der rechten Hälfte von Abbildung 3.7 dargestellt.

Die so ermittelten Rauigkeiten der Oberflächen sind für die Kugeln und die orangen Ellipsoide für verschiedene Reibungen in Tabelle 3.2 angegeben.

Bei den Kugeln und den orangen Ellipsoiden kann kein deutlicher Unterschied in R zwischen den originalen und den geschliffenen Teilchen festgestellt werden. Die ermittelten Werte für R liegen in der gleichen Größenordnung wie die Voxelkantenlänge der Tomogramme, welche die Auflösung limitiert.

¹¹Die Dokumentation der Anlage und der Software schweigt sich darüber aus, wie groß der Brennfleck in jedem Modus tatsächlich ist. Konkrete Zahlenwerte für die Unschärfe des Brennflecks können hier deshalb nicht genannt werden.

¹²Es wird auch versucht, die gesamte Ellipsoidoberfläche zu fitten. Aufgrund der Komplexität der Gleichung lässt sich dies nicht hinreichend automatisieren, weswegen die schichtweise Methode gewählt wird.

¹³Zusätzlich kann auf den Daten eine *Angle-Of-Sight*-Korrektur, wie in [Utt12] beschrieben, durchgeführt werden. Dabei wird korrigiert, dass die Höhe in z und nicht in radialer Richtung gemessen wird. Diese Korrektur ist im Rahmen dieser Arbeit nicht mehr durchgeführt worden.

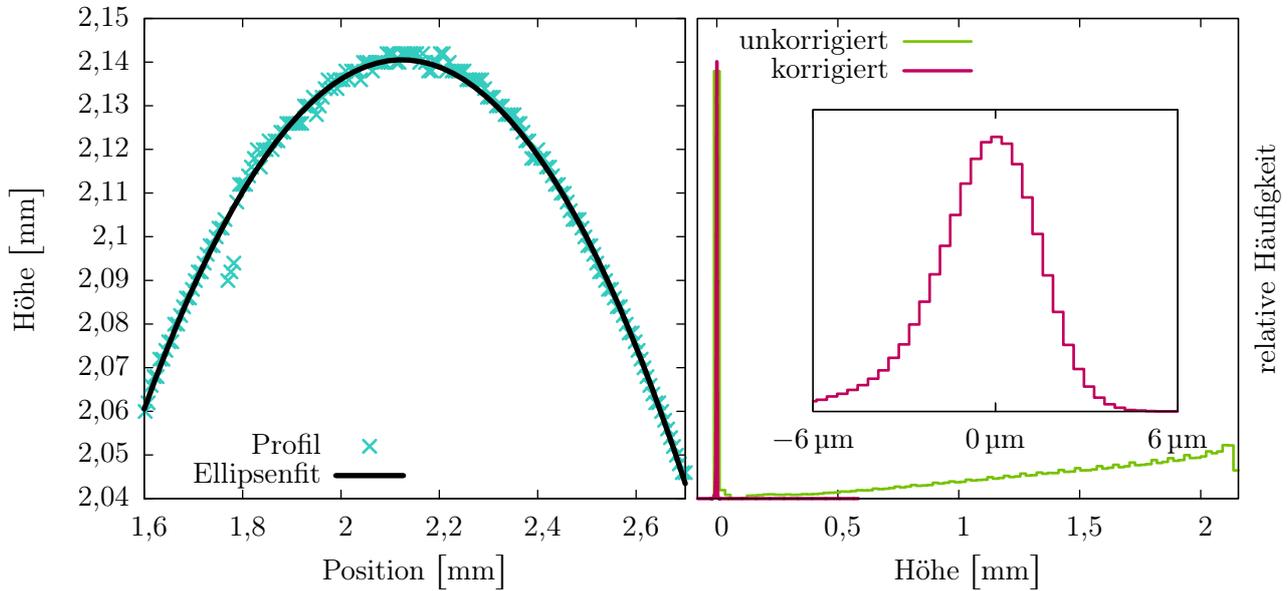


Abbildung 3.7.: Die hier gezeigten Daten stammen von der Oberfläche einer unbehandelten Kugel. **Links:** Eine Schicht des Höhenprofils mit dem zugehörigen Fit. **Rechts:** Histogramm der Verteilung vor und nach der Ellipsoid-Korrektur. Um sinnvolle Statistik zu gewährleisten, wird die Binbreite des korrigierten Histogramms um einen Faktor 20 kleiner als die des unkorrigierten Histogramms gewählt. Das inset zeigt eine vergrößerte Version des korrigierten Histogramms.

Teilchen	Zustand	R [μm]
Kugeln	original	9,3
	geschliffen	9,4
orange	original	4,3
	geschliffen	4,5

Tabelle 3.2.: Vergleich der Oberflächenrauigkeit nach [PSOL06]. Angegeben ist R , was der Standardabweichung des geglätteten Höhenprofils entspricht.

Zwischen den Teilchen kann ein Unterschied in der Oberflächenrauigkeit festgestellt werden, nicht jedoch eine Änderung zwischen verschiedenen behandelten gleichen Teilchen. Es ist also anzunehmen, dass die Änderung der Reibung durch Schleifen auf einer kleineren Größenskala stattfindet, die durch die Oberflächentomogramme nicht zugänglich ist.

3.3. Präparation von Packungen

Die Präparation der Packungen orientiert sich an [Sch12]. Hier wird das Verfahren beschrieben. Für eine detailliertere Betrachtung wird auf die Referenzen verwiesen.

3.3.1. Lose Präparation der Packungen im Zylinder

Die Teilchen werden in zylindrischen Containern mit Innendurchmesser 72 mm sowie 84 mm präpariert. Der größere Container mit 84 mm wird von innen mit einer Lage Luftpolsterfolie ausgekleidet, um Oberflächenkristallisation der Teilchen zu verhindern. Dieser Effekt tritt besonders bei Kugeln auf, weshalb alle Kugelpackungen in diesem Zylinder präpariert werden. Der Zylinder mit 72 mm wird für die total asphärischen Spritzgussteilchen verwendet. Die Luftpolsterfolie erzeugt Unebenheiten der Oberfläche auf der Größenskala der Teilchen. Dies verhindert, dass die Oberfläche Kristallisation oder Ausrichtung der Teilchen bevorzugt.

Die Teilchen werden mittels eines Trichters zum bequemen Einfüllen in den Zylinder gegeben. Das Einfüllen von Teilchen in einen Zylinder wird simulativ in [SEG⁺02] untersucht. Dort zeigt sich eine klare Abhängigkeit der Packungsdichte in Abhängigkeit der Reibung. Dieses Verhalten kann hier reproduziert werden.

Außerdem wird eine *Präparationshilfe* verwendet. Die Präparationshilfe ist ein Rohr aus Plexiglas, das passgenau in den kleineren Zylinder eingefügt werden kann¹⁴. In diesem Plexiglaszylinder sind radial Schrauben angebracht, die vollständig durch den Zylinder gehen. Die Hilfe wird im Container positioniert und die Teilchen werden in die Präparationshilfe eingefüllt. Dann wird die Präparationshilfe herausgezogen. Dadurch kommt es zu einer erneuten Durchmischung der Teilchen, wodurch losere Packungen als durch einfaches Einfüllen präpariert werden können. Die Präparationshilfe ist im linken Teil von Abbildung 3.8 dargestellt.

3.3.2. Kompaktifizierung durch Tapping

Da die granularen Packungen athermal und dissipativ sind, muss Energie zugefügt werden, damit verschiedene Punkte im Phasenraum erreicht werden können. In dieser Arbeit geschieht die Zuführung von Energie mittels *vertikalem Tapping*, das bedeutet, die Packung wird vertikal angestoßen. Durch dieses Anstoßen kann die Packung von einem stabilen Zustand im Phasenraum in den nächsten übergehen. Der Einfluss von vertikalem Tapping auf granuläre Packungen ist detailliert in [RRP⁺07] untersucht worden. Der hier verwendete Aufbau ist ebenfalls in [Sch12] verwendet, wo auch eine detailliertere Beschreibung des Aufbaus gefunden werden kann.

Der mit Teilchen gefüllte Zylinder wird auf dem *Shaker* befestigt. Es handelt sich dabei um den elektromagnetischen Shaker LDS - V550. Über die angelegte Eingangsspannung kann die Beschleunigung eingestellt werden. Dadurch kann die Packung vertikal *getapped* werden.

¹⁴Da der Innendurchmesser des größeren Zylinders durch die Luftpolsterfolie verkleinert wird, kann die Präparationshilfe auch bei diesem verwendet werden.

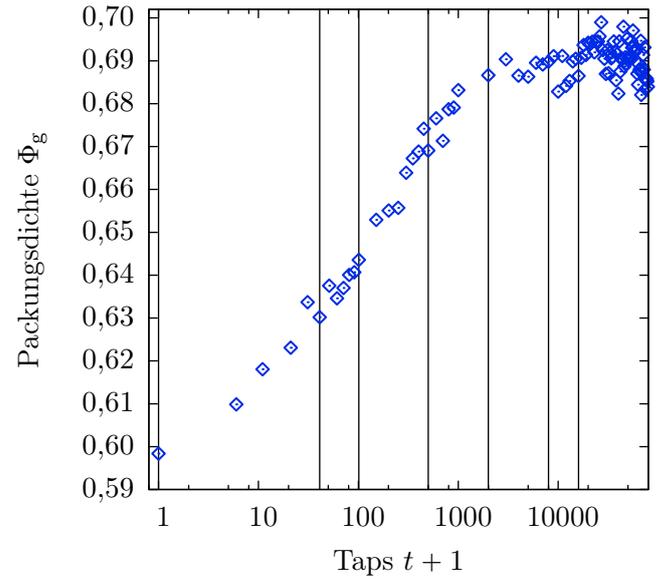


Abbildung 3.8.: **Links:** Schematische Darstellung der Präparationshilfe. Der Außendurchmesser des Zylinders beträgt 70 mm. In die Löcher im unteren Teil der Präparationshilfe werden Schrauben gedreht. **Rechts:** Kompaktifizierungskurven durch Tapping von geschliffenen Ellipsoide mit $\langle \alpha \rangle_N = 1,41$ und $\mu = 0,63$. Die vertikalen Markierungen kennzeichnen die gewählten Taps, bei denen Tomogramme der Packung erstellt werden. Die Packungsdichte ist mit dem Lasersensor gemessen.

Der Container mit den Teilchen wird mit einzelnen Sinuspulsen mit Amplitude V_{\max} angeregt. Zwischen zwei Pulsen wird eine kurze Zeit t_w gewartet, damit das System zur Ruhe kommen kann. Die Parameter für das Tapping sind in Tabelle 3.3 angegeben.

Parameter	Wert	Erklärung
Funktionstyp	$\sin(f_{\text{puls}} \cdot t)$	hochfrequente Sinuspulse mit einer Wartezeit zwischen zwei Pulsen
$f_{\text{puls}} \text{ [s}^{-1}\text{]}$	20	Pulsfrequenz der Sinusschwingung
$t_w \text{ [s]}$	0,333	Wartezeit zwischen zwei Pulsen
$\Gamma \text{ [9,81 m s}^{-2}\text{]}$	2,0	Maximale Beschleunigung des Systems in Einheiten der Erdbeschleunigung. Dieser Wert kann durch den Parameter V_{\max} eingestellt werden.
$V_{\max} \text{ [V]}$	0,12	Maximale Spannung zur Aussteuerung des Shakers. Entspricht der Amplitude der Sinusschwingung.

Tabelle 3.3.: Parameter des Tappings für alle in dieser Arbeit untersuchten Packungen.

Eine Kompaktifizierungskurve, also die Packungsdichte als Funktion der Anzahl der Taps, ist im rechten Teil von Abbildung 3.8 dargestellt. Die Packung besteht aus den orangen geschliffenen Spritzgussteilchen. Um einen möglichst großen Bereich an Packungsdichten abzudecken, werden

Packungen mit je 0, 40, 100, 500, 2000, 8000 und 16000 Taps präpariert.

Wie in der Abbildung zu sehen, steigt die Packungsdichte logarithmisch mit Anzahl der Taps und konvergiert dann gegen einen finalen Wert. Dies entspricht den Ergebnissen aus [SEG⁺02]. Über die Anzahl der Taps kann also die globale Packungsdichte Φ_g der Packung beeinflusst werden. Die Packungsdichte wird während des Tappings mit der im folgenden Abschnitt beschriebenen Methode bestimmt.

Abschätzung der Packungsdichte Eine erste Abschätzung der Packungsdichte ist mittels eines Lasersensors bereits während des Tappings möglich. Dieses Verfahren kann ebenfalls in [Sch12] nachgelesen werden.

Die Genauigkeit dieser Messung ist nicht so gut, wie die aus den Tomogrammen berechnete Packungsdichte. Dies liegt zum einen daran, dass der Lasersensor nur ein Linienprofil und nicht die komplette Oberfläche (oder gar das Volumen) abtastet. Da lediglich die Oberfläche abgetastet wird, treten unerwünschten Randeffekte hier besonders in Erscheinung. Als Parameter geht außerdem die Anzahl der Teilchen mit in die Berechnung ein, welche ihrerseits wieder über das Verhältnis von mittlerer Masse eines Teilchens und der Gesamtmasse aller Teilchen in dem Container berechnet wird. Dies ist im Detail in [Sch12] beschrieben.

Deshalb wird die so gemessene Packungsdichte lediglich als grober Richtwert betrachtet. Alle weiteren Angaben der Packungsdichte sind, wenn nicht anders angegeben, die aus den Tomogrammen bestimmten Werte.

3.4. Röntgentomographie

Im *Nanotom* werden von den so präparierten Packungen Computertomographien erstellt. Das Nanotom ist eine Röntgenanlage am Max Planck Institut für Dynamik und Selbstorganisation. Aus den Daten der Computertomographie werden sämtliche weiteren strukturellen Daten gewonnen.

Dieser Abschnitt gibt einen Überblick über die Röntgentomographie, die gewählten Parameter und die hierbei gegebenenfalls auftretenden Probleme und Artefakte. Da hier kein detaillierter Einblick in alle Themen der Röntgentomographie gegeben werden kann, beschränkt sich der Abschnitt auf die für diese Arbeit relevanten Punkte. Für eine detaillierte Einführung zum Thema Röntgentomographie wird auf die zahlreiche und ausgezeichnete Literatur zu diesem Thema verwiesen[Buz10]. Die verwendeten Röntgenparameter sind in der Tabelle 3.5 am Ende dieses Abschnitts gegeben.

Genereller Aufbau einer Röntgenanlage Eine Röntgenanlage für Computertomographie besteht aus drei Teilen. Diese sind exemplarisch in Abbildung 3.9 dargestellt. Die Röntgenröhre erzeugt die Röntgenstrahlung. Diese durchlaufen das Objekt und werden darin abgeschwächt. Die Abschwächung wird über den Massenabschwächungskoeffizienten des Materials beschrieben. Hinter dem Objekt befindet sich der Detektor, der die Röntgenstrahlung nach dem Durchgang durch das Objekt detektiert.

Die Röntgenröhre ist ein evakuiertes Gefäß, in dem Elektronen mittels eines Heizstroms durch eine Glühwendel erzeugt werden. Die Elektronen werden dann über eine Beschleunigungsspannung zwischen der Heizspirale (Kathode) und dem *Target* (Anode) beschleunigt. Das Target ist aus Metall, meistens Wolfram oder Molybdän.

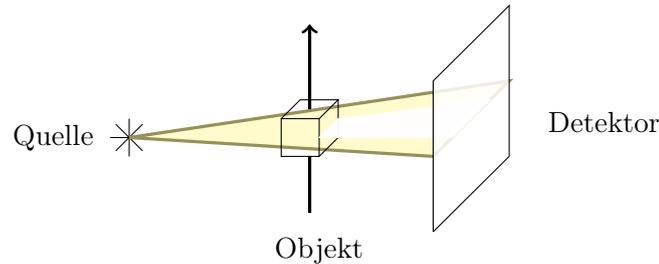


Abbildung 3.9.: Schematischer Aufbau einer Anlage zur Röntgentomographie. Die Röntgenröhre erzeugt Röntgenstrahlung, welche das drehbar gelagerte Objekt unter verschiedenen Winkeln durchstrahlt. Nach dem Objekt werden die abgeschwächten Röntgenstrahlen vom Detektor registriert. Der Röntgenstrahl ist im verwendeten Versuch ein Kegel- und kein Linienstrahl und beleuchtet deshalb die ganze Fläche des Detektors.

Die beschleunigten Elektronen treffen auf das Target und führen dort zu zwei Prozessen, die zur Emission von Röntgenstrahlen führen.

Bremsstrahlung Durch die Abbremsung der Elektronen im Target kommt es zu einem kontinuierlichen Bremsspektrum. Die maximale Energie dieses Spektrums ist durch die Beschleunigung der Elektronen gegeben. Durch die Eigenfilterung des Targets kommt es zu einer Abschwächung bei niedrigen Energien.

Charakteristische Linien Die beschleunigten Elektronen können mit Elektronen in bestimmten Energieniveaus der Atome des Targets stoßen. Wird ein Elektron aus einem Energieniveau „herausgestoßen“, so folgt ein kaskadenartiges Auffüllen der Niveaus. Dies führt zur Emission von charakteristischen Linien, die den Übergangsenergien im Energieschema entsprechen.

Diese zwei Effekte überlagern sich und ergeben somit das polychromatische Röntgenspektrum.

Im Falle des Nanotoms ist das Objekt drehbar gelagert und kann somit unter verschiedenen Winkeln durchstrahlt werden. Eine Durchstrahlung bei einem Winkel nennt man *Projektion*. Eine Projektion kann man sich als Schwarz-Weiß-Aufnahme des (für Röntgenstrahlen semitransparenten) Objekts vorstellen. Der Grauwert eines Punkts im Bild entspricht der Strahlsumme über die physikalischen Massenabschwächungskoeffizienten auf dem Weg zwischen der Röhre und dem Detektor und genügt dem LAMBERT-BEERSchen Gesetz.

$$I(E) = I_0 \cdot \exp(\mu(E)d) \quad (3.4)$$

Dieses beschreibt die Intensität der Röntgenstrahlung $I(E)$ in Abhängigkeit der einfallenden Intensität I_0 nach Durchlauf durch ein Medium der Dicke d mit Massenabschwächungskoeffizient μ . Der Detektor misst nicht energieaufgelöst, sondern lediglich die Gesamtintensität des Spektrums, welche man durch Integration über die Energie erhält.

Hat man Projektionen bei verschiedenen Winkeln des Objekts aufgenommen, so kann mittels der gefilterten Rückprojektion, einer Spezialisierung der Radontransformation[Rad86], das *Tomogramm* berechnet werden. Bei dem Tomogramm handelt es sich um ein dreidimensionales Graustufenbild, das sogenannte *Volumen*, das aus den Projektionen berechnet wird. Jeder Punkt im Tomogramm beinhaltet einen Grauwert, der dem physikalischen Massenabschwächungskoeffizienten an dem

entsprechend Punkt im Objekt entspricht¹⁵.

Da der Detektor aus einzelnen Pixeln aufgebaut ist, sind die Projektionen ebenfalls pixeliert. Im rekonstruierten Volumen führt dies zu *Voxeln* – Volume Pixels. Dies hat eine endliche Auflösung zur Folge. Hier spielt ebenfalls eine Rolle, dass der Brennfleck der Röntgenröhre nicht punktförmig sondern ein Gauß ist. Mittels des Abstands zwischen Röntgenröhre und Objekt FOD (Focus Object Distance) beziehungsweise zwischen Röntgenröhre und Detektor FDD (Focus Detector Distance) kann die Vergrößerung gemäß dem Strahlensatz eingestellt werden:

$$\text{Vergrößerung} = \frac{\text{FDD}}{\text{FOD}} \quad (3.5)$$

Die Auflösung für die Tomogramme der Packungen soll möglichst gut sein, damit einzelne Teilchen möglichst groß abgebildet werden und die Einteilung in das Voxelraster keinen negativen Effekt auf die Auswertung hat. Außerdem kann zur Datenreduktion *Binning* eingesetzt werden. Damit werden je 2×2 oder 3×3 Pixel zusammengefasst. Die gewählten Einstellungen können in Tabelle 3.5 nachgelesen werden.

Mit der so gewählten Vergrößerung und dem Binning ergibt sich eine Voxelkantenlänge von 0,0645 mm. Dieser Wert liegt, verglichen mit der Größe der Teilchen, zwischen 1,3 % und 1,8 % der größten Ellipsoidachse. Mit dieser Auflösung lassen sich einzelne Teilchen detektieren und trennen, wobei gleichzeitig genug Teilchen (≈ 6000) für eine sinnvolle Statistik im Tomogramm erfasst werden.

Artefakte Bei der Röntgentomographie können einige Effekte auftreten, die die Bildqualität trotz sorgfältiger Wahl der Parameter negativ beeinflussen. Die so entstandenen Fehler im rekonstruierten Volumen nennt man *Artefakte*. Auf zwei für diese Arbeit wichtigen Artefakte wird hier eingegangen. Eine detailliertere Beschreibung möglicher Artefakte kann in der Fachliteratur, beispielsweise in [Buz10], gefunden werden.

Aufgrund der Geometrie des Aufbaus mit einer punktförmigen Quelle und einem Flächendetektor können sich aufgrund der Kegelstrahlgeometrie Bereiche im oberen oder unteren Teil des Objekts ergeben, die nicht in jeder Projektion vollständig durchleuchtet sind. Dies führt in der Rekonstruktion in den betroffenen Bereichen in den obersten und untersten Schichten des Tomogramms zu Fehlern. Da die obersten und untersten Lagen der Packung sowieso in der Auswertung verworfen werden, wird das rekonstruierte Tomogramm einfach zugeschnitten. Von der Höhe 1152 Pixeln bei der Aufnahme der Projektionen werden die obersten und untersten 76 Zeilen verworfen, das Tomogramm kommt damit auf eine Höhe von 1000 Voxel.

Ein weiterer störender Effekt kommt durch die Polychromatizität der Röntgenstrahlung. In Kombination mit der starken Energieabhängigkeit des Massenabschwächungskoeffizienten kommt es zu sogenannten *Strahlaufhärtungsartefakten*. Diese entstehen dadurch, dass niederenergetische Röntgenstrahlung leichter absorbiert wird, als hochenergetische. Im Kern des zylindrischen Volumens kommt deshalb weniger Strahlung an als am Rand. Dies erzeugt in der Rekonstruktion den „Cupping“-Effekt. Dabei hat ein eigentlich homogenes Volumen nach der Rekonstruktion einen Grauwerte-Verlauf, der einem Napf (englisch: cup) gleicht. Durch iterative Methoden kann dieser Effekt bereits bei der Rekonstruktion verringert werden [Fuc98]. Eine Möglichkeit ist, dies durch

¹⁵Bei den hier durchgeführten Messungen ist es nicht möglich, den absoluten Massenabschwächungskoeffizienten zu errechnen, da die eingehende Intensität I_0 nicht bekannt ist. Dies hat zur Ursache, dass der Container mit der Packung den kompletten Detektor bedeckt und somit I_0 nicht gemessen werden kann. Das Ergebnis müsste um einen Faktor korrigiert werden, der durch die entsprechende Messung gewonnen werden könnte. Die absoluten Werte sind für die weitere Auswertung allerdings nicht relevant.

eine Homogenisierung des Volumens zu umgehen. In Abschnitt 3.5 wird dieses Artefakt durch eine in radialen Bins angewandte Binarisierung behandelt.

Parameter	Wert	Erklärung
FDD [mm]	465	Abstand zwischen Röntgenröhre und Detektor.
FOD [mm]	300	Abstand zwischen Röntgenröhre und Objekt.
Vergrößerung	1,55	Geometrischer Vergrößerungsfaktor der Tomogramme.
l_{Voxel} [mm]	0,0645	Kantenlänge eines Pixels in der Projektion bzw. eines Voxels im Tomogramm.
U_b [kV]	120	Beschleunigungsspannung der Röntgenröhre. Dieser Parameter bestimmt die maximale Energie der Röntgenquanten.
I [μA]	120	Strom der Röntgenröhre. Mit diesem Wert kann die Intensität der Röntgenstrahlung verändert werden. Das Verhalten ist analog zur Belichtungszeit des Detektors.
Belichtungszeit [ms]	250	Belichtungszeit des Detektors. Dieser Parameter skaliert die Helligkeit der Projektionen.
AV	6	Anzahl der Projektionen für einen Winkelschritt, über die gemittelt (englisch: average) wird.
SK	2	Anzahl der Projektionen, die nach einem Winkelschritt übersprungen (englisch: skip) werden, bis mit der Bildaquisition begonnen wird.
# Projektionen	1400	Anzahl der Projektionen. Hieraus errechnet sich die Größe eines Winkelschritts.
Winkelschritt	0,257	Der Winkel, der pro Projektion verfahren wird.
Binning	2×2	Es werden je 2×2 Pixel in den Projektionen zusammengefügt.
Größe [Pixel ³]	$1132 \times 1132 \times 1152$	Größe des fertig rekonstruierten Tomogramms.

Tabelle 3.5.: Röntgenparameter für die strukturellen Untersuchungen der Packungen. Diese Werte werden für alle Tomogramme von Packungen in dieser Arbeit verwendet.

3.5. Bildverarbeitung und Teilchendetektion

In den erstellten Tomogrammen werden nun die Teilchen der Packung detektiert. Die extrahierten Informationen sind hierbei Position, Achsenlängen und Orientierung der Teilchen. Mit diesen Informationen werden Kontaktzahlen berechnet und das Set-Voronoi-Diagramm der Packung erstellt. Daraus ergeben sich weitere strukturelle Größen der Packung. Das grundlegende Vorgehen ist in [Sch12] beschrieben und kann auf Packungen aus Kugeln wie Ellipsoiden gleichermaßen angewandt werden.

Binarisierung Als erster Schritt wird das Tomogramm *binarisiert*. Dies bedeutet, dass die kontinuierlichen¹⁶ Grauwerte des Volumens, die mit den Massenabschwächungskoeffizienten korreliert sind, in Abhängigkeit eines Schwellwerts auf einen binären Wert, 0 für Luft oder 1 für Teilchen gesetzt werden.

Für die Binarisierung kann eine von drei Methoden angewendet werden, um den Schwellwert zu bestimmen.

min Die Maxima der beiden Peaks im Grauwerte-Histogramm werden gesucht. Der Schwellwert ist die Mittelung über die zehn niedrigsten Werte.

otsu Das Histogramm der Grauwerte wird in zwei Klassen aufgeteilt. Es wird das Minimum der *Inner-Class*-Varianz berechnet und dieses als Schwellwert benutzt. Für eine detaillierte Beschreibung wird auf [ots15] und [Ots79] verwiesen.

quartic In das Histogramm der Grauwerte wird zwischen die beiden Peaks ein Polynom vierten Grades gefittet. Ableiten liefert das Minimum des Polynoms, welches als Schwellwert benutzt wird.

Aufgrund von Strahlaufhärtingsartefakten, siehe Abschnitt 3.4, kann die Binarisierung nicht homogen auf dem ganzen Volumen durchgeführt werden. Die Grauwerte für Teilchen weiter am Rand liegen höher als für Teilchen im Zentrum. Die Binarisierung findet deshalb in Abhängigkeit der radialen Position statt, wobei der Schwellwert für einzelne Bins separat berechnet wird und dann zwischen den Bins linear interpoliert wird.

Zwei exemplarische Grauwerte-Histogramme einer Packung von Bins nahe des Zentrums und am Rand sind in Abbildung 3.10 dargestellt. Der linke Peak enthält alle Luft-Voxel, der rechte Peak alle Voxel mit Teilchen. Das Rauschen ist in der Kurve für den Bin nahe dem Zentrum stärker, da bei gleicher Binbreite mit zunehmendem Radius mehr Voxel in einem Bin liegen. Die Verschiebung der Grauwerte stammt von den Strahlaufhärtingsartefakten¹⁷.

Für diese Arbeit wird die min-Methode angewendet. Die quartic-Methode zeigt eine Überkompensation der Aufhärtingsartefakte, weswegen der Schwellwert in den äußeren Bins zu niedrig liegt. Dies führt bei den weiteren Auswertungen zu Problemen. Die Methode nach Otsu liefert mit der min-Methode vergleichbare Ergebnisse, benötigt aber mehr Rechenzeit.

Segmentierung Nach der Binarisierung werden die Teilchen *segmentiert*. Das bedeutet, dass jedes Teilchen im Volumen eindeutig identifiziert wird.

Da die Teilchen im binarisierten Volumen aufgrund von Rauschen überlappen können, wird eine *Volumenerosion* durchgeführt, um die Teilchen zu trennen. Dies bedeutet, dass die Teilchen *erodiert* (geschrumpft) werden. Dafür wird die sogenannte EDM, (englisch *euclidian distance map*) verwendet. Siehe [Rag92]. Die Erosionstiefe, also wie weit ein Teilchen geschrumpft wird, ist von der Teilchenart und der Messung abhängig. Für die Kugeln wird eine Erosionstiefe von 10 Voxeln gewählt, für alle Spritzgussteilchen eine Erosionstiefe von 12 Voxeln. Nach der Erosion gibt es keine zusammenhängenden Cluster von mehreren Teilchen mehr.

Mittels des HOSHEN-KOPELMAN-Algorithmus, siehe [HK76] und [PTVF07] werden die zusammengehörigen Voxel als Cluster identifiziert und einem Teilchen mittels einer ID zugeordnet. Die Erosion wird dann rückgängig gemacht, um auf die ursprüngliche Größe der Teilchen zu kommen.

¹⁶Von der Quantisierung der Grauwerte durch die digitale Speicherung als `UInt16` und die Bittiefe des Detektors wird hier abgesehen.

¹⁷Es wäre unphysikalisch, wenn die Teilchen oder die Luft in Abhängigkeit der Position einen anderen Massenabschwächungskoeffizienten besitzen würden.

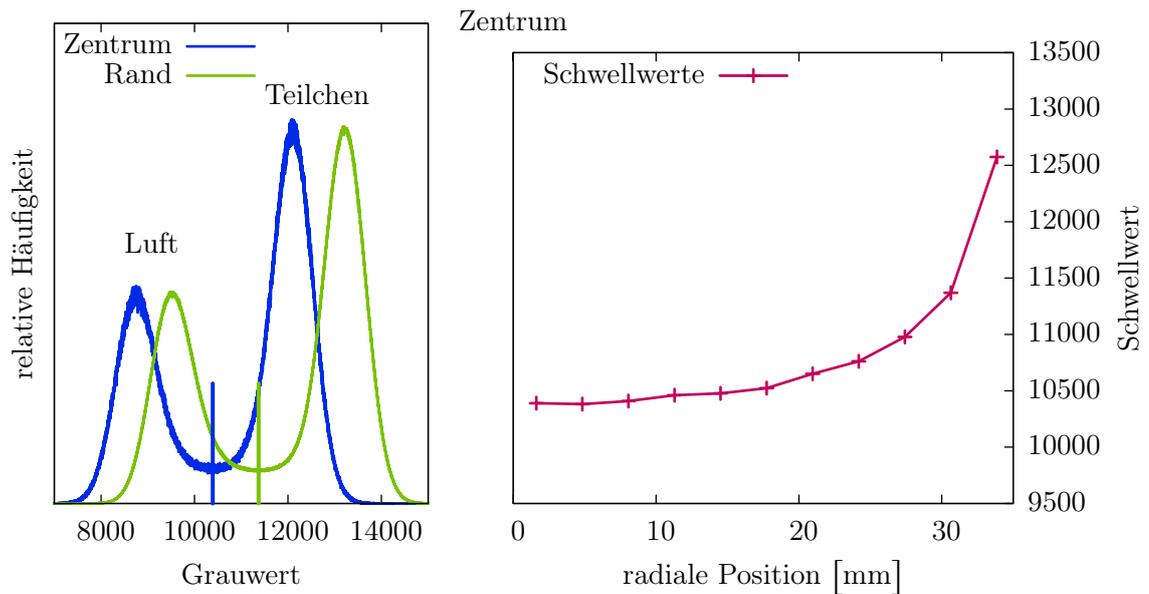


Abbildung 3.10.: **Links:** Zwei Grauwert-Histogramme einer Packung von geschliffenen Kugeln mit $\langle \alpha \rangle = 1,0$ und $\mu = 0,41$ bei $\Phi_g = 0,634$. Eine Kurve stammt aus einem radialen Bin nahe des Zentrums (radialer mittlerer Abstand 1,6 mm), die andere vom Rand (radialer mittlerer Abstand 31 mm). Die vertikalen Markierungen kennzeichnen die errechneten Schwellwerte. **Rechts:** Die berechneten Schwellwerte. Die Verschiebung der Grauwerte in Abhängigkeit der radialen Position hat ihren Ursprung in Aufhärtungsartefakten und muss durch einen radial gewählten Schwellwert kompensiert werden.

Über die bereits zur Erosion berechnete EDM kann eindeutig zugeordnet werden, zu welchem Teilchen ein zuvor erodierter Voxel gehört.

Das Volumen der so gefundenen Teilchen sollte nicht schwanken und lediglich die Polydispersität der ursprünglichen Teilchen wiedergeben. Dies wird in Abbildung 3.2 in Abschnitt 4.1 sowie in Abbildung 4.8 in Abschnitt 4.4 überprüft.

Bestimmung der Ellipsoide Aus den so gefundenen Clustern werden nun die beschreibenden Eigenschaften der Ellipsoide extrahiert. Von Interesse sind hier die Position des Zentrums, die Orientierung über die Ausrichtung der drei normierten Hauptachsen sowie die Achsenlängen des Ellipsoids.

Auf den segmentierten Voxeldaten werden nun die Minkowskitensoren W_0 , $W_0^{1,0}$ und $W_0^{2,0}$ berechnet. Für die Beschreibung der Minkowski-Tensoren wird auf Abschnitt 2.3 verwiesen. Aus den Minkowski-Tensoren des segmentierten Volumens können nun die Eigenschaften jedes einzelnen Ellipsoids errechnet werden. Die mathematische Vorgehensweise dafür ist detailliert in [Sch12] beschrieben. Für das Vorgehen in dieser Arbeit ist lediglich wichtig, dass mit dem Vorgang die oben genannten Eigenschaften jedes Teilchens der Packung extrahiert werden können. Deshalb wird hier nur ein kurzer Überblick über das Verfahren gegeben.

Wichtig ist hierbei die skalare Größe W_0 , die das Volumen des segmentierten Teilchens angibt. W_0 berechnet sich als die Anzahl aller Voxel des Teilchens im segmentierten Volumen. Ebenso

werden die vektorwertige Größe $W_0^{1,0}$, die den Schwerpunkt des Teilchens multipliziert mit seinem Volumen angibt, und die tensorwertige Größe $W_0^{2,0}$, die die Volumenverteilung innerhalb des Teilchens beschreibt, benötigt. $W_0^{1,0}$ errechnet sich aus der Summe über die Positionen der Voxel des Teilchens im segmentierten Volumen. $W_0^{2,0}$ ergibt sich aus der selben Größe eines Einheitswürfels (eines einzelnen Voxels) und die dann mit der Analogie des STEINERSchen Satzes¹⁸ an die Positionen der Voxel verschoben wird.

Aus den so errechneten Maßen kann dann die Position, Orientierung und Größe der Teilchen berechnet werden. Die Position r eines Teilchens ergibt sich aus W_0 und $W_0^{1,0}$. Die Orientierung des Teilchens errechnet sich aus den Eigenwerten von $W_0^{2,0}$. Aus dem $W_0^{2,0}$ -Tensor können außerdem die Aspektverhältnisse berechnet werden. Unter Einbeziehung des Volumens W_0 können daraus die Achsenlängen gewonnen werden.

Auf den so errechneten Ellipsoiden wird dann das Set-Voronoi-Diagramm, wie in Abschnitt 2.2 beschrieben, berechnet.

3.6. Scherzelle

3.6.1. Aufbau

Um mechanische Eigenschaften von Kugel- und Ellipsoidpackungen zu untersuchen, wird im Zuge dieser Arbeit ein am Max Planck Institut für Dynamik und Selbstorganisation vorhandenes Setup neu implementiert und auf die Anforderungen dieser Arbeit abgestimmt [TNS15].

Dabei handelt es sich um eine Scherzelle, wie schematisch in Abbildung 3.11 dargestellt. Die Packung wird in einem Container präpariert, der gesichert werden kann. Während der Scherung wird die dafür notwendige Kraft mittels einer Loadcell gemessen. Weitere Erklärungen zum Aufbau finden sich weiter unten im Kapitel.

Die Hardware des Aufbaus ist bereits vorhanden. Im Rahmen dieser Arbeit wurden zusätzlich notwendige Schritte unternommen, um mit dem Aufbau reproduzierbare Messungen durchführen zu können. Die Anbindung an einen Messrechner fand über zwei AD-Karten mit jeweils einem eigenen Programmen statt. Die Programme wurden über ein externes Signal synchronisiert. Diese Anbindung wird komplett ausgetauscht. Über eine Labview-Karte mit mehreren Kanälen werden nun alle AD-Wandlungen durchgeführt. Außerdem wird die Software zur Ansteuerung des Aufbaus in c++ komplett neu entwickelt.

Der Aufbau soll folgende Kriterien erfüllen:

Mechanische Eigenschaften Das Setup ermöglicht es, Einblicke in die mechanischen Eigenschaften granularer Packungen zu erhalten. Mikroskopische Informationen (wie beispielsweise Kraftnetzwerke oder Kräfte an einzelne Teilchen) sind damit nicht zugänglich.

In Situ Abschätzung der Packungsdichte Es soll bereits während der Messung eine erste Abschätzung der Packungsdichte der Packung ermöglicht werden.

Wichtigste Parameter Die wichtigsten Parameter des Aufbaus müssen schnell zugänglich sein und einfach geändert werden können. Dies ist mit der bereits vorhandenen Software nicht ohne weiteres möglich.

Genauigkeit Die Datenerfassung muss hinreichend genau und reproduzierbar sein. Bei dem

¹⁸https://en.wikipedia.org/wiki/Parallel_axis_theorem

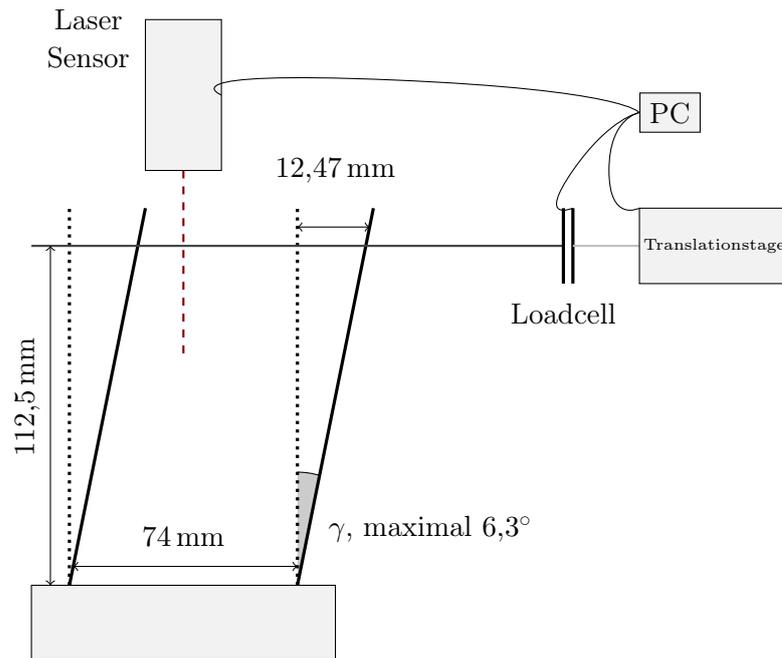


Abbildung 3.11.: Schematische Darstellung der Scherzelle und umgebender Peripherie. Über die Loadcell kann die Kraft gemessen werden, die bei einer Scherung mit dem Steppermotor auftritt. Der Laser ermöglicht eine erste *in situ*-Abschätzung der Packungsdichte.

alten Aufbau mussten Messdaten über Umwege synchronisiert werden. Dies erlaubt keine hinreichende zeitliche Auflösung der Messung.

Benutzbarkeit Bei der alten Software mussten parallel mehrere Programme gestartet und bedient werden, eine Synchronisation zwischen den Programmen fand nicht statt. Die Benutzbarkeit des Aufbaus wird mit der neuen Software verbessert und automatisch ablaufen.

Container

Kernstück des Aufbaus ist ein Container, von dem in Abbildung 3.12 ein beschriftetes 3D-Bild der technischen Zeichnung dargestellt ist. Zwei gegenüberliegende Wände sind fest, die anderen beiden gegenüberliegenden Wände sind über einen festen Stab miteinander verbunden. Die verbundenen Wände sind am Boden des Containers über ein Gewinde befestigt und über einen Stab verbunden. Sie können so gemeinsam bewegt werden. Diese Bewegung führt zu einer Scherung der kompletten Zelle inklusive der in dem Container vorhandenen Packung.

Der Container hat im Inneren eine Grundfläche von 72 mm × 68 mm. Die Höhe der Wände beträgt 148 mm, wobei der Container niemals bis zu dieser maximalen Höhe mit Teilchen gefüllt wird. Der Container fasst damit in etwa 5000 Teilchen, was der Hälfte der Teilchen des kleineren Zylinders entspricht. Eine komplette Scherung der Zelle vor und zurück – dies entspricht einer linearen Translation von 12,47 mm bzw. einem Winkel von 6,3° – wird im folgenden als ein Scherzyklus bezeichnet.

Der ursprüngliche Container ist aus Edelstahl gebaut. Da Edelstahl einen hohen Massenabschwächungskoeffizienten im Vergleich zu dem Material der Teilchen besitzt, ist der Kontrast zwischen

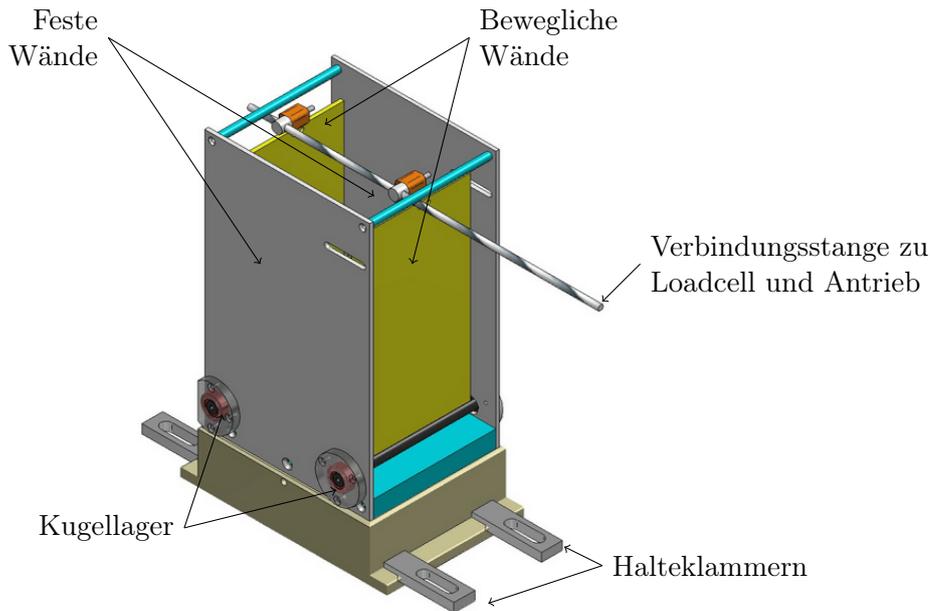


Abbildung 3.12.: 3D-Rendering aus der Konstruktionszeichnung des Scherzellen-Containers. Die komplette Konstruktionszeichnung des Scherzellen-Containers kann im Anhang auf Seite 72 gefunden werden.

Teilchen und Luft innerhalb der Zelle reduziert¹⁹. Deshalb werden die ursprünglichen Wände des Containers gegen Wände aus Aluminium ausgetauscht. Dieses besitzt einen deutlich niedrigeren Massenabschwächungskoeffizienten, was es ermöglicht, Packungen in dem Container zu tomographieren.

Der Container kann zusammen mit der granularen Packung aus diesem Setup ausgebaut werden und in das *Nanotom*, siehe Abschnitt 3.4, eingebaut werden. Dort kann ein Tomogramm der Packung aufgenommen werden, sodass die strukturellen Eigenschaften der Packung untersucht werden können. Dies ermöglicht es, die strukturellen Unterschiede zu verschiedenen Positionen während eines Scherzyklus zu analysieren.

Peripherie

Die für das Scherzellen-Setup benötigte Peripherie ist in Abbildung 3.11 abgebildet. Dieser Container ist in eine gewisse Peripherie eingebunden. Der Container kann fest auf einem optischen Tische befestigt werden, wie in Abbildung 3.12 bereits durch die Halteklammern im unten Bereich des Bildes angedeutet.

Antrieb

Um Packungen automatisch und reproduzierbar zu scheren, wird die Stange, die die beiden beweglichen Wände miteinander verbindet, an einer *Translation Stage* befestigt. Diese wird über einen Schrittmotor („Stepper“) gesteuert und kann somit die Zelle scheren. Der Steppermotor wird über einen Tinkerforge Stepperbrick [tik15] angesteuert.

¹⁹Ein anschaulicher Vergleich ist das Tragen einer Sonnenbrille bei Nacht.

Dadurch ist es ebenfalls möglich, die Scherrate, also die Geschwindigkeit der Scherung, zu wählen. Die Geschwindigkeit sollte möglichst niedrig sein, allerdings nicht so klein, dass die einzelnen Schritte des Schrittmotors einzeln auffallen, da es sonst zu einer Störung durch die Packung durch ruckartige Bewegungen kommen könnte.

Für die Scherung wird nach den eben genannten Kriterien eine Zeit von 40 s gewählt. Die Scherrate ergibt sich daraus und aus der oben genannten Scherung von 0,111 über einen Zeitraum von 40 s. Die Scherrate beträgt damit $2,775 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, was linearisiert einer Winkelgeschwindigkeit von $0,16^\circ \text{ s}^{-1}$ entspricht. Nach einer Scherung werden 20 s gewartet, damit die Packung innerhalb des Containers relaxieren kann.

In vorangegangenen unveröffentlichten Arbeiten wird eine Scherrate gewählt, die um einen Faktor 8 schneller ist. Dies führt zu Problemen bei der Auswertung. Beispielsweise musste nach einer Scherung manuell auf den Container geklopft werden, um die Packung zum Relaxieren zu bringen.

Kraftmessung

Um neben der Scherung ebenfalls die Kraft zu messen, wird zwischen dem Container und der Translationstage eine *Loadcell* eingebaut. Diese Loadcell misst eine Spannung, die zur Kraft proportional ist. Die gemessene Kalibrationskurve ist im rechten Teil von Abbildung 3.13 dargestellt.

Um direkt vor oder nach eines Scherzyklus eine erste Abschätzung für die Packungsdichte zu erhalten²⁰, befindet sich über der Scherzelle ein Lasersensor, der den Abstand zur Oberfläche der Packung bestimmen kann. Mit diesem Wert, der Anzahl der Kugeln und der bekannten Geometrie des Aufbaus kann die Packungsdichte abgeschätzt werden.

3.6.2. Kompaktifizierung durch Scherung

Analog zum Tapping kann eine Kompaktifizierung auch mittels Scherung erzeugt werden. Dies ist exemplarisch für die geschliffenen orangen Ellipsoide mit $\langle \alpha \rangle_N = 1,41$ und $\mu = 0,63$ im linken Teil von Abbildung 3.13 dargestellt. Es handelt sich dabei um die gleichen Teilchen, wie die in Abbildung 3.8 gezeigt sind. Die Packungsdichte errechnet sich wie beim Tapping aus der Masse eines Teilchens und aller Teilchen sowie der mit dem Lasersensor gemessenen Höhe und der Geometrie des Aufbaus.

Vergleicht man die Kompaktifizierungskurven von Tapping und Scherung, so stellt man fest, dass die initiale Packungsdichte höher liegt. Dies kann durch Randeffekte verursacht werden. Aufgrund der ebenen Wände, kommt es am Rand der Zelle bereits beim Einfüllen der Teilchen zu Kristallisation oder anderen Formen der Ordnungsbildung. Der Effekt ist aufgrund der fehlenden Krümmung der Wände stärker als bei den zylindrischen Containern, die beim Tapping verwendet werden.

Für hohe Scherzyklen kompaktifiziert das System nicht so stark wie durch Tapping. Scherungen erreichen eine Packungsdichte von 0,655, während durch Tapping eine Packungsdichte von bis zu 0,69 erreicht wird. Es wird vermutet, dass dieser Effekt dadurch verursacht wird, dass beim Tapping der kompletten Packung Energie zugeführt wird und sich somit alle Teilchen in eine „energetisch“ günstigere Position umordnen können. Bei der Scherung ist lediglich die relative Bewegung aller Teilchen gleich. Die absolute Translation hängt von der Höhe ab. Dadurch werden Teilchen mit zunehmender Höhe im Container absolut mehr bewegt, weswegen nur die obersten

²⁰Die finale Packungsdichte wird aus den Tomogrammen bestimmt.

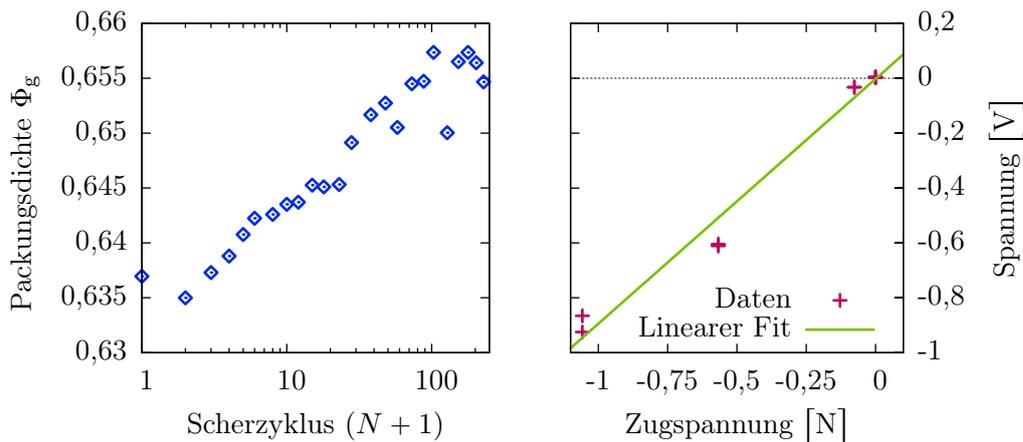


Abbildung 3.13.: **Links:** Kompaktifizierungskurve durch Scherung für geschliffene, orange Ellipsoide mit $\langle\alpha\rangle_N = 1,41$ und $\mu = 0,63$. **Rechts:** Kalibrierung der Loadcell durch Anbringen von Gewichten.

Teilchen die volle Translation durch Scherung erfahren.

3.6.3. Kalibrierung und Korrekturen der Kraftmessung

Kalibrierung Loadcell Um sinnvolle Kraftmessungen durchführen zu können, muss zunächst eine Kalibrierung der Loadcell vorgenommen werden. Ausgabe der Loadcell ist ein zur angebrachten Kraft proportionales Spannungssignal. Um von der gemessenen Spannung auf Kräfte zurückrechnen zu können, wird eine Kalibrierung durchgeführt.

Dies geschieht durch das Anbringen vorher genau gewogener Gewichte der Masse 50 g. Daraus ergibt sich eine Kalibrationskurve, mittels der ein Zusammenhang zwischen Spannung und Kraft hergestellt werden kann. Die Kalibrationskurve ist im rechten Teil von Abbildung 3.13 dargestellt. Die gezeigte lineare Kalibrationskurve folgt der Form $f(x) = a \cdot x + b$, wobei durch den Fit bestimmt wird: $a = 0,89 \text{ V N}^{-1}$ und $b = -0,0022 \text{ V}$. Zum Umrechnen der Spannung U (in V) in eine Kraft F (in N) wird dann $F = \frac{U-b}{a}$ benutzt.

Vorzeichenkonvention Zusätzlich zur Kalibrierung wird ebenfalls die Richtung der Kraft benötigt. Dabei wird hier angenommen, dass sämtliche Kräfte in Richtung der Loadcell verlaufen²¹. Die Vorzeichen der Kräfte werden wie folgt definiert:

Positive Kraft kennzeichnet eine Kompression der Loadcell. Das bedeutet, dass die Scherzelle in Richtung der Loadcell drückt.

Negative Kraft kennzeichnet eine Expansion der Loadcell. Das bedeutet, dass die Scherzelle von der Loadcell weg zieht.

Leermessung Mit dem Scherzellensetup sollen die mechanischen Eigenschaften der Packung untersucht werden. Um ausschließlich die mechanische Antwort der Packung zu erhalten, wird mit

²¹Durch die endliche Genauigkeit der mechanischen Komponenten wird es immer geringe Scherkräfte innerhalb der Loadcell geben. Diese werden für die Messung jedoch vernachlässigt.

dem leeren Container eine Leermessung durchgeführt, die später von den eigentlichen Messdaten abgezogen wird, um den Einfluss des Containers herausrechnen zu können. Mehrere Leermessungen des Containers sind im linken Teil von Abbildung 3.14 dargestellt.

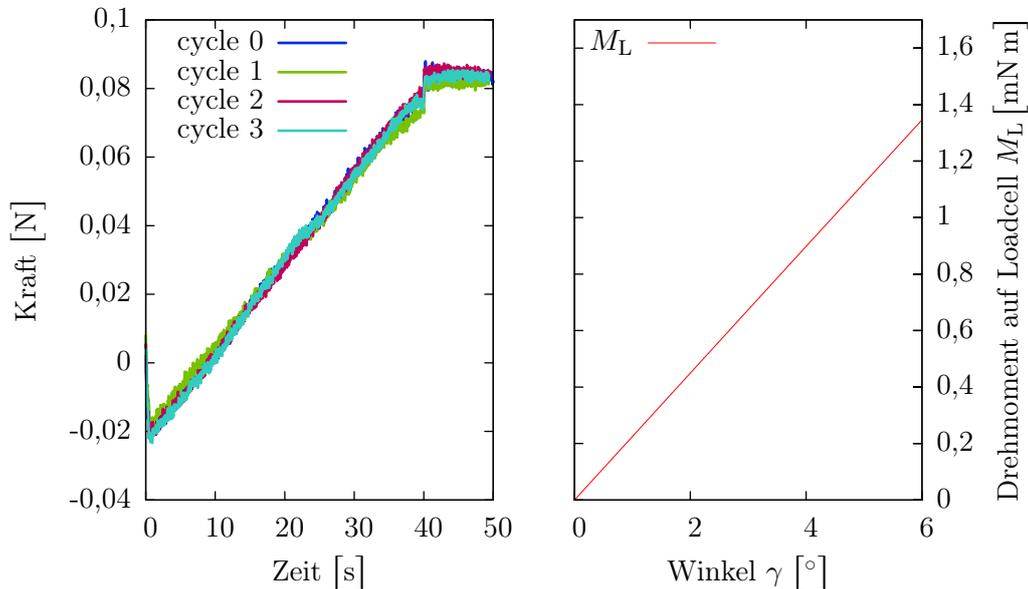


Abbildung 3.14.: **Links:** Kraftmessung einer leeren Scherzelle. **Rechts:** analytische Kurve für Drehmoment M als Funktion des Winkels durch „Überhang“ der Packung. Aufgrund der kleinen Winkel ergibt sich ein annähernd linearer Verlauf. Die Leermessung folgt qualitativ dem gleichen Verlauf.

Die Kraft, die aufgewendet werden muss, um die Containerwände zu bewegen, liegt im Bereich von 100 mN. Der Peak zu Beginn der Kurve kann mit der Reibung der Achsen der beweglichen Containerwände erklärt werden. Der Sprung auf einen anderen Wert bei 40 s, wenn die Scherung aufhört, kann mit der dynamischen Reibungskraft der Lager zusammenhängen.

Kraft durch Überhang Würde die Zelle im gescherten Zustand losgelassen, so würde sie komplett zur Seite scheren. Dies liegt an dem Überhang, da der Schwerpunkt außerhalb des Körpers ist. Die Zelle „kippt“ der Loadcell entgegen. Die dadurch verursachte Kraft muss kompensiert werden.

Hier wird eine konservative Abschätzung der Kräfte vorgenommen, um dann zu zeigen, dass dieser Effekt vernachlässigbar ist. Eine Skizze ist in Abbildung 3.15 gegeben.

Bei maximaler Scherung ist die Loadcell auf Höhe der Verbindungsstange $H = 112,5$ mm um 12,5 mm verschoben, was einem Winkel von $\gamma \approx 6,4^\circ$ entspricht. Dies entspricht $\frac{12,5 \text{ mm} \cdot 0,5 \cdot 112,5 \text{ mm}}{72 \text{ mm} \cdot 112,5 \text{ mm}} = 8,3\%$ der Querschnittsfläche der Zelle. Auf gesamte Fläche kommen²² ein Gewicht der Packung von 430 g. Randeffekte wie die schlechtere Packung der Kugeln in der äußersten Schicht werden hierbei vernachlässigt. Die Masse des „Überhangs“ beträgt damit ungefähr $m_{ue} = 35$ g.

Die Kraft, mit der die Scherzelle mit Packung gegen die Loadcell „kippt“, ist vom Drehmoment $M = F_t \cdot r$ bezüglich des Lagers abhängig. Die Tangentialkraft F_t greift im Schwerpunkt des überhängenden Dreiecks (am Schnittpunkte der Winkelhalbierenden, also bei $0,5\gamma$) an und berechnet sich aus der Gewichtskraft des Überhangs F_g nach $F_t = F_G \sin(0,5\gamma)$.

²²exemplarischer Wert einer Messung von Kugeln

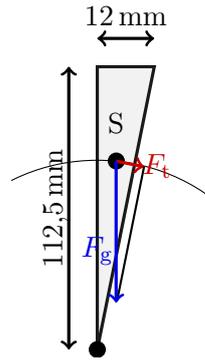


Abbildung 3.15.: Skizze zur Abschätzung der Kraft durch den Überlapp

Für die maximale Auslenkung der Zelle ergibt sich somit in erster Abschätzung ein Drehmoment von $M = \sin(0,5\gamma) \cdot m_{ueg} \cdot H \cdot 2/3 = 0,0029 \text{ N m}$. Der Faktor $\frac{2}{3}$ ergibt sich aus der Tatsache, dass der Schwerpunkt die Winkelhalbierenden im Verhältnis 1 : 2 teilt. Selbst wenn dieses Drehmoment mit seiner Kraft komplett senkrecht auf die Verbindungsstange der Loadcell wirken würde, würde eine Kraft wirken, die deutlich geringer als die Leermessung ist.

Referenzmessung Wasser Um den im vorherigen Abschnitt diskutierten Kraftbeitrag des Überhangs der Scherzelle auch experimentell zu bestimmen, wird eine Messung mit einem Medium ohne innerer Struktur (hier Wasser) durchgeführt. Dafür wird eine handelsübliche, dünne Plastiktüte in der Scherzelle platziert und mit Wasser gefüllt. Die Kraftmessung ist in Abbildung 3.16 dargestellt. Dabei fallen mehrere Punkte auf, weswegen diese Messung nicht als Referenzkurve

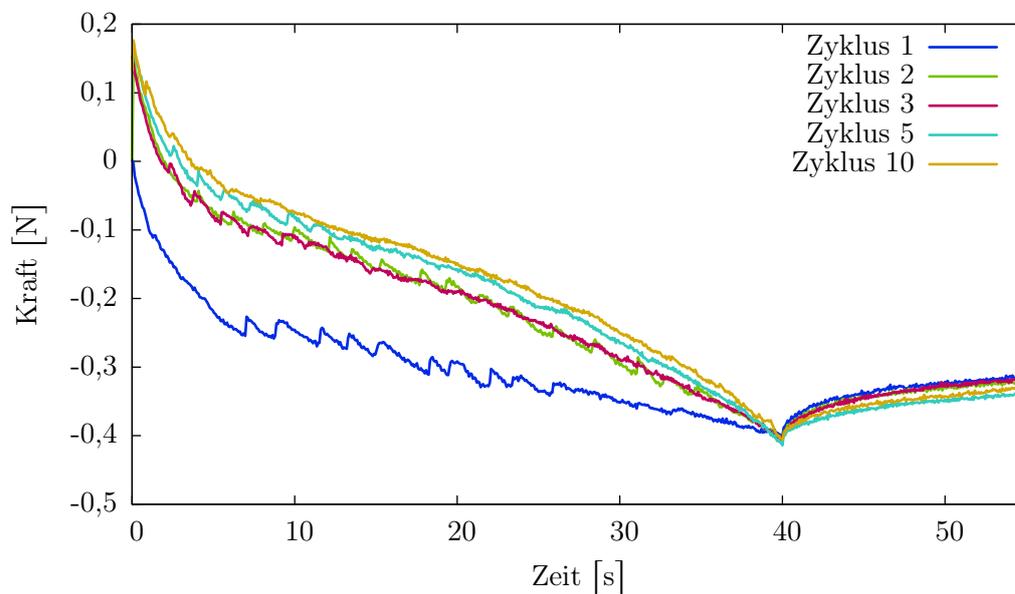


Abbildung 3.16.: Referenzmessung Wasser.

genutzt werden kann. Zum einen kommt es zu sprunghaften Änderungen der Kraftantwort. Dies kann durch die Reibung zwischen Tüte und Wand der Scherzelle und durch den dort auftretenden

Stick-Slip-Effekt²³ erklärt werden. Zum anderen sind die Messungen nicht reproduzierbar, da sich verschiedene Scherzyklen untereinander unterscheiden. Bei der Leermessung konnten die Messkurve reproduziert werden. Nicht intuitiv erklärbar ist außerdem die langsame Relaxation der Kraft nach Beendigung der Scherung.

Die Größenordnung der Kraft in der Wassermessung ist größer als die der berechneten Kurve. Dies bedeutet, dass es neben dem Effekt des Überhangs weitere, wichtigere Effekte geben muss, die die Messung beeinflussen. Diese Effekte im Detail zu verstehen, ist im Rahmen dieser Arbeit nicht möglich gewesen.

²³https://en.wikipedia.org/wiki/Stick-slip_phenomenon

4. Untersuchung der Packungseigenschaften

Insgesamt werden für diese Arbeit 52 Packungen präpariert und analysiert. Dabei werden, wie in Abschnitt 3.1 beschrieben, 6 Teilchensorten mit verschiedenen Aspektverhältnissen verwendet. Es kommen verschiedene Methoden zum Einsatz, die Reibung der Teilchen zu ändern (siehe Abschnitt 3.2.2).

In den folgenden Abschnitten werden die strukturellen Eigenschaften der Kugel- und Ellipsoidpackungen untersucht, die aus den Tomogrammen der experimentellen Packungen gewonnen werden. Dies beginnt mit der Vorstellung der Ergebnisse der Reibungsmessung, gekoppelt mit einer Oberflächenanalyse. In Abschnitt 4.2 wird die Bestimmung der Kontaktzahl der Packungen beschrieben. Diese Ergebnisse werden in Abschnitt 4.3 besprochen. Darauf folgt in Abschnitt 4.4 die Überprüfung der Packungen auf radiale und vertikale Homogenität. Die wichtigste Analysemethode, die Untersuchung der Voronoizellen der Packung mittels Minkowskitensoren findet in Abschnitt 4.5 statt. In Abschnitt 4.6 werden die Minkowskitensoren der Experimente mit denen aus simulativen Daten verglichen. Abschnitt 4.7 schließt das Kapitel mit Untersuchung der mechanischen Eigenschaften ab.

4.1. Veränderung des Reibungskoeffizienten

Der Einfluss unterschiedlicher Reibungskoeffizienten μ bei sonst gleichen experimentellen Voraussetzungen ist der zentrale Aspekt der Arbeit. Voraussetzung dazu ist, unterschiedliche Rauigkeit an den untersuchten Objekten zu erzeugen, die verschiedene Reibungen zur Folge haben. In diesem Abschnitt werden die Ergebnisse der Reibungsmessung besprochen. Außerdem wird begründet, warum für diese Arbeit für alle weiteren Experimente das Schleifen und das Silikonspray als Methoden ausgewählt wird.

Um die Reibung der Teilchen zu messen, wird der in Abschnitt 3.2.1 beschriebene Aufbau der Mausefalle benutzt.

Von den Kugeln mit $\langle\alpha\rangle = 1,0$ werden 10 000 Stück mit Ottawasand geschliffen um die Reibung zu erhöhen, sowie 10 000 mit Silikonspray behandelt um die Reibung zu verringern. Die orangen Ellipsoide mit $\langle\alpha\rangle = 1,4$ werden mit Korund geschliffen und mit Cyclohexan geätzt. Die grünen Ellipsoide mit $\langle\alpha\rangle = 1,1$ werden mit feinem Sand geschliffen. Bei allen anderen Teilchen wird keine Veränderung der Reibung vorgenommen.

Die Übersicht über die wichtigsten Ergebnisse der Veränderung der Reibung sind in Tabelle 4.1 dargestellt. In der Tabelle sind die Werte angegeben, mit denen alle weiteren strukturellen und mechanischen Untersuchungen durchgeführt werden. Zusätzlich werden zum besseren Verständnis von Reibung weitere Messungen durchgeführt, um beispielsweise den Einfluss des Schleifmittels oder der Schleifzeit auf die Reibung zu untersuchen. Auf diese Ergebnisse wird detailliert in den folgenden Abschnitten eingegangen.

Methode	Teilchen	Unterlage	μ_{original}	$\mu_{\text{geändert}}$	μ_{relativ}
Ätzen	orange $\langle\alpha\rangle_{\text{N}} = 1,4$	Papier	$0,53 \pm 0,03$	$0,63 \pm 0,03$	$1,18 \pm 0,06$
Schleifen, Korund, 940 min	orange $\langle\alpha\rangle_{\text{N}} = 1,4$	Papier	$0,53 \pm 0,03$	$0,63 \pm 0,05$	$1,19 \pm 0,10$
Schleifen, Feiner Sand, 120 min	grün $\langle\alpha\rangle_{\text{F}} = 1,1$	Papier	$0,53 \pm 0,03$	$0,58 \pm 0,02$	$1,09 \pm 0,05$
Schleifen, Ottawasand, 120 min	Kugeln $\langle\alpha\rangle = 1,0$	Granulat	$0,30 \pm 0,03$	$0,41 \pm 0,03$	$1,30 \pm 0,12$
Silikonspray	Kugeln $\langle\alpha\rangle = 1,0$	Granulat	$0,30 \pm 0,03$	$0,23 \pm 0,04$	$0,78 \pm 0,14$

Tabelle 4.1.: Übersicht über die Änderung der Reibung. Angegeben ist jeweils die Methode sowie die Teilchenart und die Unterlage, auf der die Reibungsmessung durchgeführt wird. Es wird der Reibungskoeffizient der originalen, unveränderten sowie der der Teilchen nach der Veränderung angegeben. Anschließend wird zum besseren Vergleich ein relativer Wert errechnet. Die Standardabweichung ergibt sich aus Mittlung über je 15 Messungen. Für die anderen Teilchen wird keine Veränderung der Reibung durchgeführt.

Änderung der Reibung Die statistische Streuung innerhalb einer Messung liegt in Bezug auf die absoluten Reibungswerte im Bereich von 5 % bis 14 %. Die Reibung der mit verschiedenen Methoden behandelten Teilchen kann mit der hier verwendeten Messmethode signifikant unterschieden werden. Insgesamt kann der Reibungskoeffizient durch die Behandlung mit Silikonspray oder durch Schleifen um einen Faktor 2 verändert werden. Dies ist eine erste wichtige Erkenntnis dieser Arbeit.

Besonders herauszustellen ist hier nochmals, dass es sich um die gleichen Teilchen handelt und lediglich die Oberfläche der Teilchen verändert wird. Wie bereits in Abschnitt 3.1 beschrieben, ändert sich durch die Änderung der Reibung weder Form noch Größe der Teilchen.

Ätzen Als Ätzmittel wird Cyclohexan gewählt, da es laut Datenblatt das Material chemisch angreift. Das Ergebnis unterscheidet sich jedoch grundlegend vom Ätzen von Glas mit Flusssäure, wie in [Utt12] beschrieben. Das Cyclohexan greift offenbar die Polymerisation des Kunststoffes an. Dies bewirkt eine „Verflüssigung“ der Oberfläche bis hin zur kompletten Auflösung des Teilchens in eine breiige Masse.

Außerdem müssen bei der Arbeit mit Cyclohexan einige Sicherheitsvorkehrungen getroffen werden, da der Stoff einige Gefahrenstoffkennzeichnungen besitzt²⁴.

Mit kurzen Ätzzeiten kann die Oberfläche der Teilchen jedoch durchaus verändert werden, was zu einer Änderung der Reibung führt. Allerdings ist der Unterschied zu der Veränderung mittels Schleifen nicht signifikant. Da der Aufwand zum Ätzen deutlich höher ist und durch die Verwendung von Cyclohexan einige Sicherheitsvorkehrungen eingehalten werden müssen, wird entschieden, zur Vergrößerung der Reibung die Methode des Schleifens zu bevorzugen.

Silikonspray Die Behandlung mit Silikonspray verringert die Reibung auf 78 % des ursprünglichen Wertes und ist einfach durchführbar. In der dem Autor bekannten Literatur, die wie hier mit einem Schmiermittel die Reibung der Teilchen verringern, [vZKG⁺04] und [GSM⁺03] wird keine quantitative Reibungsmessung durchgeführt. Somit ist es nicht möglich, die Experimente dieser Arbeit mit Literaturwerten oder bereits durchgeführten Versuchen zu vergleichen.

²⁴Siehe hierzu <http://en.wikipedia.org/wiki/Cyclohexane>

Nach einem Zeitraum von eineinhalb Monaten konnte keine Degeneration der Teilchen (Zusammenkleben, chemische Reaktion mit dem Spray) festgestellt werden.

Schleifen – Einfluss der Zeit Eine ausführliche und detaillierte Testreihe wird mit den orangen Ellipsoiden und Korund als Schleifmittel durchgeführt. Nach je 5 min, 26 min, 60 min, 120 min, 260 min, 380 min and 940 min werden 5 Teilchen entnommen und die Reibung dieser Teilchen bestimmt. Das Ergebnis ist auf der linken Seite von Abbildung 4.1 dargestellt.

Alle strukturellen Messungen der orangen Ellipsoide finden mit den 940 min geschliffenen Teilchen statt. Für alle anderen Teilchen, die geschliffen werden, wird eine Schleifzeit von 120 min gewählt.

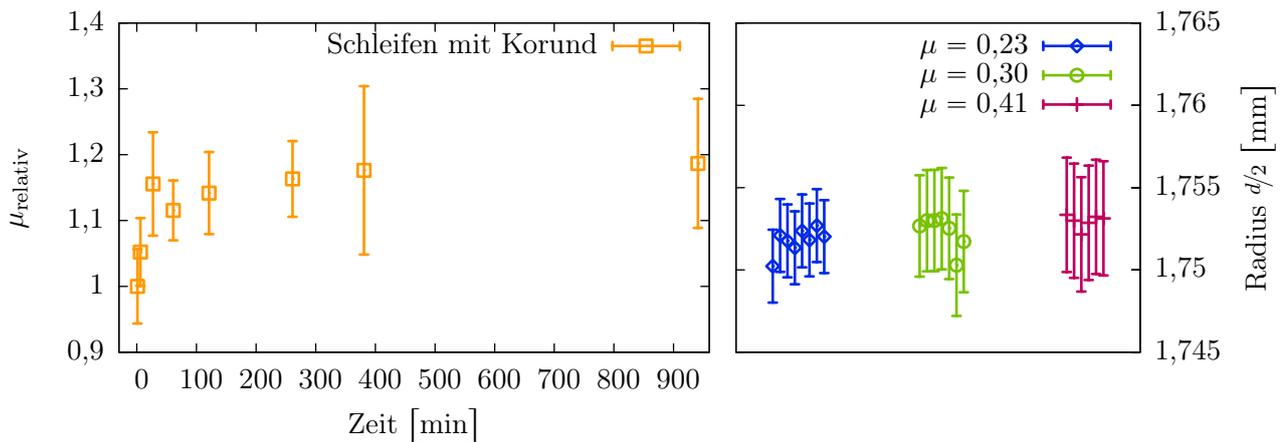


Abbildung 4.1.: **Links:** Änderung der Reibung durch Schleifen mit Korund. Auf der horizontalen Achse wird die Schleifzeit aufgetragen. Auf der vertikalen Achse ist die relative Änderung der Reibung im Bezug zu den unbehandelten Teilchen aufgetragen. Die Fehlerbalken stammen aus statistischer Mittlung über je 15 Einzelmessungen **Rechts:** Vergleich der aus den Tomogrammen gewonnenen Radien der Kugeln in Abhängigkeit der Veränderung der Oberfläche. Der Radius der Teilchen bleibt für alle Methoden gleich. Die Standardabweichung ergibt sich aus dem Unterschied der Achsenlängen.

Wie bereits in Tabelle 4.1 gezeigt, kann so die Reibung zu größeren Werten (bis zu 19 % größer als das Original) verschoben werden.

Betrachtet man den Reibungskoeffizienten in Abhängigkeit der Schleifzeit, so steigt die Reibung recht schnell zu höheren Werten, verändert den Wert dann aber nicht mehr. Die Schleifzeit kann also nicht als Parameter genutzt werden, um die Reibung der Teilchen kontrolliert zu verändern. Der nicht näher quantifizierte²⁵ Effekt der Schleifzeit ist eine Homogenisierung der Oberfläche.

Bei Schleifzeiten größer 120 min kann keine signifikante Änderung der Reibung mehr festgestellt werden. Deshalb wird für alle weiteren Versuche eine Schleifzeit von 120 min als hinreichend angenommen. Die Änderung der Reibung durch Schleifen mit Ottawa-Sand bestätigt dies. Siehe nächsten Abschnitt und Tabelle 4.1.

Schleifmittel Die maximal erreichbare Reibungsänderung unterscheidet sich zwischen den verwendeten Schleifmitteln. Während die Änderung mit feinen Sand mit 9 % gering ausfällt, beträgt

²⁵oder anders gesagt, „subjektive“

die Änderung mit Korund 19 % und mit Ottawasand als Schleifmittel gut 30 %.

Allerdings ist darauf hinzuweisen, dass die Messreihen bei unterschiedlichen Teilchensorten durchgeführt werden. Besonders die Kugeln können abweichen, da diese von einem anderen Hersteller (Spherotech im Gegensatz zu Hofer und Sohn) bezogen werden.

Vergleich mit Referenzen Der hier verwendete Aufbau der Mausefalle wird auch in [SNS⁺13b] verwendet. Dort werden Reibungskoeffizienten μ_s für Ellipsoide aus 3D-Druck und Placebo-Pillen gemessen. Die Ergebnisse aus [SNS⁺13b] können im Rahmen der Messungenauigkeit reproduziert werden.

Es ist darauf hinzuweisen, dass in [SNS⁺13b] bei größeren Winkelgeschwindigkeiten gemessen wurde. Dies hat einen signifikanten Einfluss auf die Messergebnisse. Dabei steigt zusätzlich die Ableseungenauigkeit der Messung.

Einfluss auf den Teilchendurchmesser Die in Abschnitt 3.2.2 beschriebene Modifizierung verändern die Oberfläche der Teilchen soweit, dass die Reibung der Teilchen signifikant geändert wird. Siehe hierfür Abschnitt 4.1. Die Vermutung liegt nahe, dass diese Veränderung der Oberfläche auch die Form oder das Volumen der Teilchen ändert. Dies ist nicht der Fall, wie im rechten Teil von Abbildung 4.1 für Kugeln dargestellt wird. Im Rahmen der statistischen Streuung gibt es keinen systematischen Unterschied in den Achsenlängen zwischen gleichen Teilchen mit verschiedener Reibung.

Limitierung Bereits Coulomb[fri15] hat gezeigt, dass verschiedene Umstände von Reibungsmessungen, beispielsweise die Standzeit, die das Objekt auf der schiefen Ebene liegt, bevor es das Rutschen beginnt, einen signifikanten Einfluss auf das Messergebnis haben.

Weiterhin ist unklar, inwieweit die absoluten Werte des Haftreibungskoeffizienten, die mit der eben vorgestellten Methode bestimmt werden, den „echten“ Werten entsprechen. Ein Vergleich mit anderen Messergebnissen, beispielsweise aus [PSOL06], oder mit numerischen Daten muss also mit der notwendigen Sorgfalt durchgeführt werden. Von einem direkten Vergleich absoluter Zahlenwerte wird abgeraten.

4.2. Paarkorrelation und Contact Number Scaling

Ziel dieses Abschnitts ist es zu erklären, wie die Kontaktzahl in dieser Arbeit berechnet wird. Dabei wird vom einfachst möglichen Modell einer Kugelpackung ausgegangen. Das Ergebnis wird dann für Ellipsoide verallgemeinert.

Hier wird nicht wie bei [SWM08] zwischen geometrischen und mechanischen Kontakten unterschieden, da eine Kraftmessung für eine reale Packung nicht einfach zugänglich ist. In numerischen Simulationen können weitere hilfreiche Größen, wie beispielsweise das komplette Kraftnetzwerk einer Packung, berechnet werden. Ein weiteres Problem der Experimente ist die endliche Auflösung der Tomogramme (Die Kantenlänge eines Voxels beträgt hier $l_{\text{voxel}} = 0,0645 \text{ mm.}$), sowie das natürliche Rauschen der Bilddaten, siehe Abschnitt 3.4.

Paarkorrelationsfunktion

Ausgangspunkt der Überlegung ist die *Paarkorrelationsfunktion* (auch mit *radiale Verteilungsfunktion* oder kurz $g(r)$ bezeichnet). Diese Funktion setzt sich auf ein beliebiges Teilchen und „zählt“, in welchem Abstand andere Teilchen auftreten. Dies wird dann über alle Teilchen gemittelt. Diese Verteilung kann numerisch nur gebinnt berechnet werden, weswegen die absolute Höhe der Paarkorrelationsfunktion von der Binbreite abhängt. Für weitere Eigenschaften zur Paarkorrelationsfunktion wird auf [pc15] verwiesen.

Da die Anzahl der Teilchen in einem bestimmten Abstand mit der Oberfläche der entsprechend großen, infinitesimal dünnen Kugelschale skalieren, muss bei den Daten noch der Term r^{-2} korrigiert werden. Um Paarkorrelationen verschiedener Packungen miteinander zu vergleichen, muss außerdem mit dem Faktor $N \cdot (N - 1)$ korrigiert werden, da die Anzahl der Teilchen ebenfalls mit $\mathcal{O}(N^2)$ in $g(r)$ eingeht. Die Paarkorrelation von ungeordneten Packungen gleicht der einer einfachen Flüssigkeit [Ber64].

Paarkorrelationsfunktionen für verschiedene exemplarische Kugelpackungen²⁶ sind in Abbildung 4.2 gezeigt. Es handelt sich dabei um eine Kugelpackung mit $\langle \alpha \rangle = 1,0$ und $\mu = 0,3$ mit 8000 Taps und damit einer Packungsdichte von $\Phi_g = 0,64$ und einer Kugelpackung mit $\langle \alpha \rangle = 1,0$ und $\mu = 0,41$ mit 0 Taps und damit einer Packungsdichte von $\Phi_g = 0,60$.

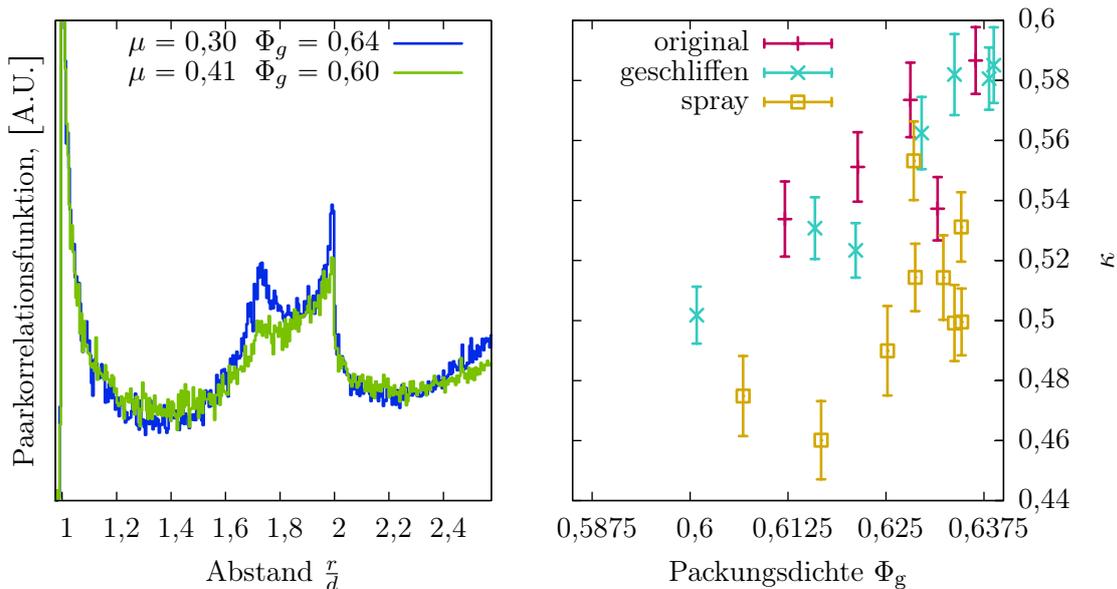


Abbildung 4.2.: **Links:** Paarkorrelationsfunktion von zwei Kugelpackungen unterschiedlicher Packungsdichte und Struktur. Die Abszisse ist in Einheiten des Teilchendurchmessers aufgetragen. Der Peak bei 1 ist der minimal mögliche Teilchenabstand. Der Peak bei $\sqrt{3} \approx 1,732$ und bei 2 kommt durch geometrische Anordnungen in kurzreichweitiger Ordnung zustande und wird mit zunehmender Packungsdichte prominenter. **Rechts:** Der Exponent κ aus Gleichung 4.1 wird gegen die Packungsdichte aufgetragen. Die Fehlerbalken entsprechen der Unsicherheit des Fits.

²⁶Die Definition von $g(r)$ macht nur für Kugeln Sinn. Bei unterschiedlichen Achsenlängen der Teilchen wird die Verteilung der Peaks entsprechend mit einer Gaußverteilung gefaltet, da sämtliche Orientierungen von zwei benachbarten Ellipsoiden mit unterschiedlichem Abstand beitragen.

Die Paarkorrelationsfunktion zeigt einen klaren Peak bei $r/d = 1$, welcher den Teilchen-Teilchen-Abstand kennzeichnet. Dieser ist aufgrund der Polydispersität der Teilchen und des Rauschens der Röntgentomographie kein δ -Peak, sondern eine Gaußkurve, deren Breite die Polydispersität der Teilchen angibt. Mit zunehmender Packungsdichte (und damit zunehmender Ordnung im System) werden die Peaks bei $r/d = 2$ und $\sqrt{3}$ prominenter, was auf eine Änderung der Anordnung der übernächsten Nachbarn schließen lässt. Der Abstand $r/d = \sqrt{3}$ zeigt eine Anordnung über die Raumdiagonale eines Würfels an. Da Korrelationen mit zunehmendem Abstand aufgrund der Unordnung des Systems immer unwahrscheinlicher werden, werden weitere Peaks (bei geradzahligem Vielfachen der bereits genannten Peaks oder bei ausgezeichneten Werten dazwischen) immer unwahrscheinlicher. Die Paarkorrelation konvergiert im Unendlichen²⁷ gegen den Wert 1, der keinerlei Korrelation mehr anzeigt.

Wie bereits in [SEG⁺02] an Simulationen und in [DDMA10] an Simulationen und Experimenten gezeigt, ist der erste Peak dieser Verteilung von besonderem Interesse für die Kontaktzahl. In [SEG⁺02] wird eine Abhängigkeit von

$$g(r) = a \cdot \left(\frac{r}{d} - 1\right)^{-\kappa} \quad (4.1)$$

vorgeschlagen, wobei a ein einfacher Skalierungsfaktor ist. Für den Exponenten κ wird je nach Quelle unterschiedliches Verhalten gefunden. Nach [DDMA10] steigt²⁸ κ mit steigender Packungsdichte, laut [SEG⁺02] liegt der Wert unabhängig von der Packungsdichte bei einem Wert von $\kappa = 0,5$.

Wie im rechten Teil von Abbildung 4.2 zu sehen, wird an den Daten aus den Experimenten dieser Arbeit qualitativ das selbe Verhalten wie in [DDMA10] beobachtet. κ steigt mit der Packungsdichte. Quantitativ reproduzieren die hier durchgeführten Experimente jedoch andere Exponenten. Dies kann beispielsweise als Ursache haben, dass die Daten sensitiv auf den Fitbereich sind, insbesondere auf den nach dem ersten Peak ausgeschlossenen Bereich. Die Verbreiterung des Peaks aufgrund der Polydispersität des Systems muss ausgeschlossen werden, weswegen der Fitbereich erst bei $2 \cdot \sigma(d) = 0.012 \cdot d$ beginnt. Es kann sein, dass der Ausschluss dieses Bereiches nicht ausreichend für eine Reproduktion der Ergebnisse aus [DDMA10] ist.

Kontaktzahlskalierung

Integriert man die Paarkorrelationsfunktion bis zu einem Wert x auf, so erhält man die Kontaktzahl für die Teilchen, wenn sie eben genau diesen Durchmesser x hätten. Dieses Vorgehen ist analog zur Berechnung der *Kontaktzahlskalierung*, englisch *Contact Number Scaling* (CNS), wie in [Sch12] beschrieben. Die CNS schrumpft, beziehungsweise bläst alle Teilchen um einen gewissen Faktor auf und berechnet dann mittels eines gegenseitigen Überlapp-Tests die Anzahl der Kontakte. Die Abhängigkeit der Kontakte von dem Skalierungsfaktor wird im folgenden als CNS-Funktion bezeichnet. Da die CNS-Funktion die Größe des eigenen Teilchens sowie aller anderen Teilchen ändert, muss im Vergleich zur Paarkorrelation der Faktor 2 in der Längenskalierung beachtet werden.

Die aufintegrierte Paarkorrelationsfunktion sowie die CNS-Funktion für eine Kugelpackung mit 8000 Taps sind im linken Teil von Abbildung 4.3 dargestellt.

²⁷Aufgrund der endlichen Systemgröße kann dies nicht berechnet werden. $g(r)$ ist in endlichen Systemen nur bis zur halben Systemgröße sinnvoll definiert, was für den verwendeten Zylinder und die Kugeln einem Wert von $r/d = 24$ entspricht. Auf dieser Längenskala gibt es in den hier betrachteten ungeordneten Systemen schon lange keine sinnvoll statistisch quantifizierbaren Korrelationen mehr.

²⁸In [DDMA10] wird ein Parameter $\alpha = (1 - \kappa)$ gefittet.

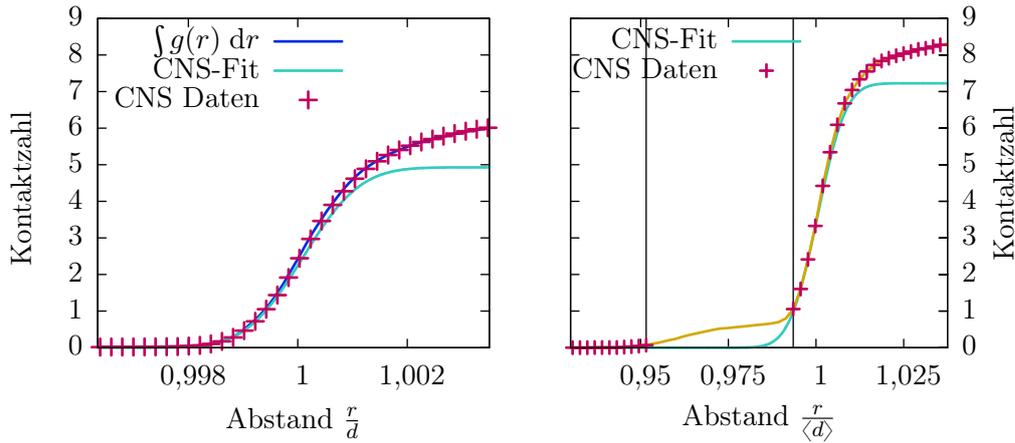


Abbildung 4.3.: **Links:** Vergleich von CNS-Daten mit der aufintegrierten Paarkorrelationsfunktion für Kugelpackungen mit $\mu = 0,30$ und $\Phi_g = 0,64$. Ebenfalls eingezeichnet ist die numerisch gefittete CNS-Funktion nach Gleichung 4.2. **Rechts:** CNS-Daten und -Funktion für eine Ellipsoidpackung mit $\langle \alpha \rangle_N = 1,4$ und $\mu = 0,53$ bei $\Phi_g = 0,65$. Für Ellipsoide wird statt d die mittlere Achsenlänge $\langle d \rangle$ verwendet. Aufgrund der Angussstelle kommt es zu Kontakten bei kleineren Abständen als der kürzesten Achsenlänge. Der entsprechende Bereich (vertikale Markierungen) wird für den Fit ausgeschlossen.

Die CNS-Funktion zeigt das erwartete Verhalten: Sind die Teilchen klein, gibt es keinen Überlapp und folglich keine Kontakte. Bei der „richtigen“ Größe der Teilchen gibt es einen sprunghaften Anstieg der Kontaktzahl. In einem idealen System wäre dies eine Stufenfunktion. Aufgrund von Rauschen und Quantisierungseffekten durch die Voxel und durch die Polydispersität der Teilchen wird die Stufenfunktion mit einem Gauß gefaltet und ergibt somit die Fehlerfunktion, wie in Gleichung 4.2 angegeben.

$$\text{CNS}(x) = a \cdot 0.5 \cdot (\text{erf}(\sigma \cdot (x - \mu)) + 1) \quad (4.2)$$

Dabei gibt μ die Mitte der Fehlerfunktion an, σ ihre Breite. Diese beiden Parameter, sowie a , das die Höhe der Funktion skaliert, sind die Parameter, die aus dem Fit bestimmt werden. Bedingt durch die Paarkorrelation (als Ableitung der CNS Funktion), die nach dem ersten Peak nicht auf 0 abfällt, verbleibt die CNS Funktion nach dem Anstieg auf die Kontaktzahl nicht auf einem konstanten Wert sondern steigt weiter. Die analytische Form dieses Anstiegs ist noch nicht eindeutig geklärt und ist ebenfalls vom oben genannten Exponenten κ abhängig. In erster Näherung wird für den weiteren Anstieg deshalb eine Gerade angenommen, die in Gleichung 4.2 nicht mit angegeben ist.

Die Bestimmung der Kontakte geschieht über den Fit der analytische Funktion an die Daten. Der Wendepunkt der Stufenfunktion wird als die tatsächliche Teilchengröße angenommen. Als freier Parameter (oder auch sogenannten *magic number*) geht der Fitbereich ein, im folgenden mit ϵ bezeichnet. Die Ableitung einer Fehlerfunktion ist eine Gaußkurve. Die Standardabweichung σ der Gaußkurve wird als natürliche Einheit dieses Fitbereichs gewählt. Prinzipiell möchte man den Fitbereich möglichst klein, aber so groß wie nötig wählen.

Zur Bestimmung des Fitbereichs werden verschiedene Vielfache der Standardabweichung im Bereich von 1 bis 9 gewählt und für jeden Wert die mittlere Kontaktzahl berechnet. Legt man diese Werte

für alle Packungen übereinander, so gibt es bei kleinen ϵ kein klares Verhalten der Kontaktzahlen und Interpolationen zwischen den berechneten Punkten schneiden sich. Ab einem bestimmten ϵ verlaufen die Werte dann klar getrennt. Dies ist der Wert für Epsilon, der verwendet wird. Als sinnvoller Wert für diese Untersuchungen wird als Fitbereich $5 \cdot \sigma$ gewählt. Um die Vergleichbarkeit der Ergebnisse zu gewährleisten, wird der so errechnete Wert für alle Auswertungen verwendet. Exemplarisch ist diese Methode für die lila Ellipsoide in Abbildung 4.4 dargestellt.

Während die Paarkorrelationsfunktion²⁹ aufgrund der Konstruktion nur sphärisch arbeiten kann, ist es mit dem Überlappstest der CNS-Funktion möglich, auch anders geformte Teilchen korrekt zu behandeln. Die CNS-Funktion ist somit die sinnvolle Erweiterung des Konzepts und eröffnet die Möglichkeit zur Berechnung von Kontakten auch auf Ellipsoidpackungen.

Bei den hier verwendeten Spritzgussteilchen kommt es aufgrund der Angussstelle zu Problemen. Durch die Angussstelle können Teilchen bei kleineren Radien als bei den idealen Ellipsoiden Kontakte bilden. Es kommt deshalb in der CNS-Funktion bei Werten deutlich kleiner als 1,0 zu einem Anstieg auf eine Kontaktzahl³⁰ von 1, wo die Kurve ein Plateau bildet, bis der Anstieg zur tatsächlichen Teilchengröße erreicht ist. Ist dies der Fall, kann der Fit der Fehlerfunktion nicht den korrekten Wert liefern. Die für diese Arbeit verwendete Lösung ist, den entsprechenden Bereich an Kontaktzahlen in diesem Bereich vom Fit auszuschließen. Dies ist im rechten Teil von Abbildung 4.3 gezeigt und führt zu keiner signifikanten Verschlechterung des Fits.

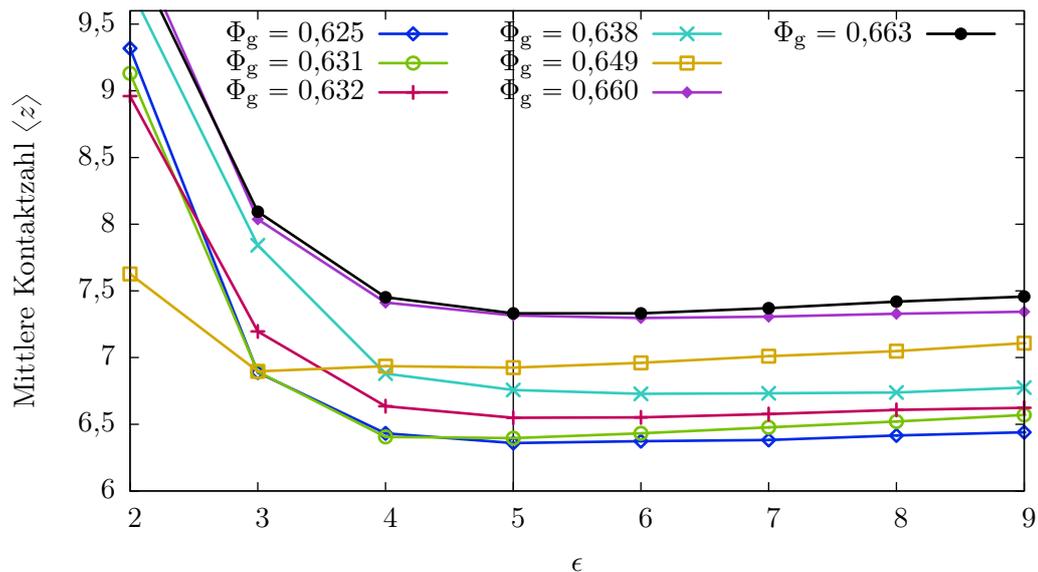


Abbildung 4.4.: Mittlere Kontaktzahl $\langle z \rangle$ über ϵ , das heisst in Abhängigkeit des Fitbereichs. Dargestellt exemplarisch für die lila Spritzgussteilchen. Dies dient zur Bestimmung des Fitbereichs für die CNS Funktion. Für kleine Werte von ϵ gibt es kein klares Verhalten und die Kurven schneiden sich. Ab einem Wert von $\epsilon = 5$ (vertikale Markierung) verlaufen die Kurven geordnet und schneiden sich nicht mehr.

²⁹Hier trifft der alternative Name „Radialen Verteilungsfunktion“ besser zu.

³⁰Der Wert 1 ergibt sich, da genau ein Teilchen quasi wie ein Gelenk in die Delle passen kann. Bei sehr dichten Packungen kann dieser Anstieg auf bis zu 2 steigen, wenn sich „Ketten“ dieser Gelenke bilden.

4.3. Kontaktzahlen

4.3.1. Globale Analyse

Nach dem eben beschriebenen Prinzip wird für jedes Tomogramm eine global gemittelte Kontaktzahl berechnet. Die Mittelung ist zulässig, wie in Abschnitt 4.4 gezeigt wird.

Die Kontaktzahlen werden nur im inneren Teil des Containers berechnet, da die Eigenschaften im *bulk* interessieren und Randeffekte möglichst ausgeschlossen werden sollen. Zum einen ist Kristallisation [KMMST12] oder die Bildung einer nematischen Ordnung am Rand aufgrund hier vorhandener Grenzfläche wahrscheinlich, zum anderen haben Teilchen am Rand aufgrund fehlender Nachbarn nur halb so viele Kontakte. Nach [Rut62] beeinflussen die Wände die äußersten ein bis zwei Schichten der Packung. Alle Teilchen, die in den äußeren 2,5 Schichten am Rand liegen, werden deshalb nicht in die Betrachtung mit einbezogen. Auch am Boden des zylindrischen Containers und in den oberen Lagen der Packung können solche Effekte auftreten, weswegen hier ebenfalls jeweils eine Schicht abgeschnitten wird. Die Packung im Zylinder ist höher als der Detektor aufzeichnen kann. Es wird darauf geachtet, einen Ausschnitt aus der Mitte der Packung zu tomographieren.

Von ungefähr 10 000 Teilchen im gesamten Container werden ca. 6000 im Tomogramm erfasst. Durch das Ausschließen der Randbereiche³¹ wird die Zahl der Teilchen für die Analyse auf ungefähr 3000 reduziert. Die Statistik ist damit immer noch hinreichend gut, um signifikante Aussagen zu treffen.

In Abbildung 4.5 ist die global gemittelte Kontaktzahl als Funktion der globalen Packungsdichte aufgetragen. Da beide Größen über das Volumen hinreichend homogen sind, wie in Abschnitt 4.4 gezeigt wird, ist die Mittelung zulässig.

Für reibungsfreie Packungen ist die isostatische Kontaktzahl 4 [Sch12]. Alle Ergebnisse dieser Arbeit haben mehr Kontakte, weswegen sämtliche Packungen als hyperstatisch angenommen werden können. Die gemessene mittlere Kontaktzahl ist hierbei vom mittleren Aspektverhältnis $\langle\alpha\rangle$ der Teilchen sowie der globalen Packungsdichte Φ_g abhängig. Je höher die Packungsdichte, desto mehr Kontakte treten auf. Die Kugeln mit $\langle\alpha\rangle = 1,0$ kommen im Vergleich mit allen untersuchten Teilchen bei den niedrigsten Kontaktzahlen im Bereich von 4,7 bis hin zu 6,0 zu liegen. Mit steigendem mittlerem Aspektverhältnis $\langle\alpha\rangle$ der Teilchen steigt ebenfalls die Kontaktzahl. Die grünen und lila Ellipsoide mit $\langle\alpha\rangle = 1,1$ kommen bei Kontaktzahlen zwischen 6,0 und 7,0 zu liegen, während die orangen, grauen und weißen Ellipsoide mit $\langle\alpha\rangle = 1,4$ im Mittel von 6,1 bis 8,8 Kontakte besitzen. Diese Daten bestätigen die Messungen aus [Sch12] sowie die Simulationen aus [DCS⁺04].

Einfluss des Aspektverhältnisses Es zeigt sich, dass das mittlere Aspektverhältnis der Teilchen $\langle\alpha\rangle$ einen wichtigen Einfluss auf die Kontaktzahl hat [SNS⁺13b]. Bei vorgegebener Packungsdichte liegen Packungen von Teilchen mit höherem $\langle\alpha\rangle$ bei höheren Packungsdichten. Dies deckt sich mit Ergebnissen für pro- und oblate Ellipsoide aus [Sch12] und [SNS⁺13b] und kann an den hier gezeigten Daten ebenfalls für triaxiale Ellipsoide bestätigt werden.

Der Unterschied zwischen den grünen und lila Ellipsoiden mit $\langle\alpha\rangle = 1,1$ (in Abbildung 4.5 durch die lila und grüne Kurve dargestellt) kann als mögliche Auswirkung der Angussstelle ausgelegt

³¹In den Randbereichen sind, bedingt durch die Geometrie des Aufbaus, die meisten Teilchen zu finden. Das Wegschneiden der äußersten Schicht führt bereits zu einer Verringerung der Teilchenzahl um 14%. Insgesamt werden zwei Schichten am Rand, sowie jeweils eine oben und unten im Tomogramm verworfen.

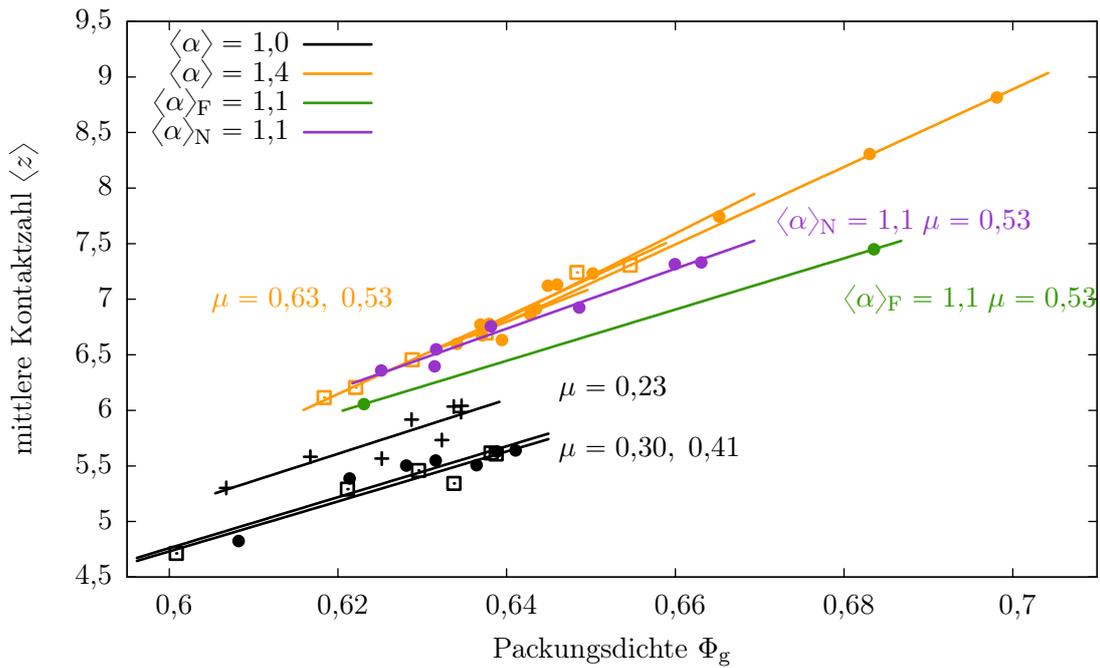


Abbildung 4.5.: Global gemittelte Kontaktzahl in Abhängigkeit der globalen Packungsdichte. Da beide Größen hinreichend homogen sind, ist die Betrachtung als globaler Mittelwert zulässig. Die Farben kennzeichnen die Aspektverhältnisse. Die Symbole kennzeichnen die Reibung nach den im Graphen angegebenen Werten. Die eingezeichneten Linien sind eine visuelle Hilfestellung.

werden. Die Daten für die orangen, grauen und weißen Ellipsoide mit $\langle \alpha \rangle = 1,4$ zeigen keinen Unterschied in der Kontaktzahl, obwohl bei diesen Teilchen ebenfalls die Position der Angussstelle modifiziert wird. Ein weiterer Grund für die Unterschiede zwischen den grünen μ und lila Ellipsoiden kann sein, dass der Geradenfit durch die grünen Punkte aufgrund der schlechten Datenlage von lediglich 2 Messpunkten keine sinnvollen Ergebnisse liefert.

Einfluss der Reibung Das in [SEG⁺02] in Simulationen gezeigte Verhalten, dass die Packungsdichte und die Kontaktzahl der Packung direkt nach dem Einfüllen von der Reibung abhängt, kann reproduziert werden. Die Packung mit 0 Taps der rauen Kugeln liegt bei einer niedrigeren Packungsdichte von etwas über 0,6, während die Packungsdichten der unveränderten und der mit Silikonspray behandelten Kugeln bei etwas unter 0,61 liegt. Dies ist vergrößert ebenfalls in Abbildung 4.6 zu sehen.

In der mittleren Kontaktzahl zeigen sich ebenfalls Unterschiede bei verschiedenen Reibungskoeffizienten. Dieser Effekt ist bei den Kugeln besonders ausgeprägt, da die Reibung der Kugeln durch Silikonspray und Schleifen in einem größeren Bereich (0,23 bis 0,41) als bei den Ellipsoiden durch Schleifen (0,53 zu 0,63).

Der Ausschnitt mit den Kugeln aus Abbildung 4.5 ist vergrößert in Abbildung 4.6 dargestellt. Zusätzlich sind die aus [SEG⁺02] extrahierten Daten eingezeichnet.

Es zeigt sich, dass sowohl die unveränderten Kugeln als auch die mit erhöhter Reibung im Rahmen der statistischen Streuung der Ergebnisse gleiche mittlere Kontaktzahlen besitzen. Die

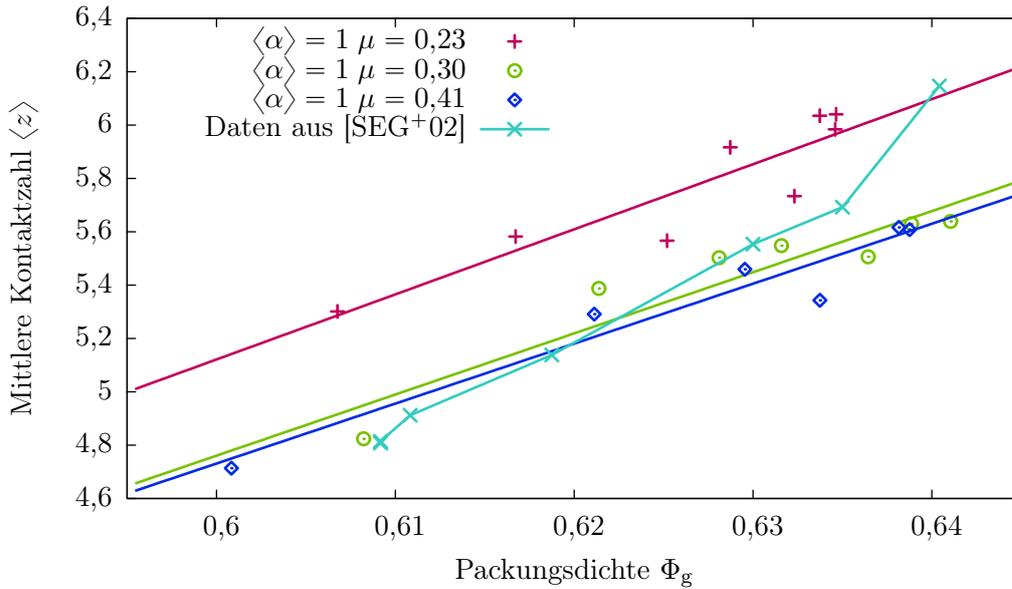


Abbildung 4.6.: Mittlere Kontaktzahl $\langle z \rangle$ als Funktion der globalen Packungsdichte Φ_g für Kugelpackungen. Die Farben und Symbole kennzeichnen die verschiedenen Reibungskoeffizienten der Kugelpackungen. Die Geraden sind ein *guide to the eye*. Zusätzlich sind die aus [SEG+02] extrahierten Daten eingezeichnet.

Packungen der Kugeln mit Silikonspray, die eine verringerte Reibung besitzen, weisen signifikant höhere Kontaktzahlen auf. Dies ist verständlich, da bei höherer Reibung aufgrund der stärkeren Tangentialkräfte weniger Kontakte für eine mechanisch stabile Packung ausreichend sind. Die Simulationen aus [SEG+02] zeigen, dass die Kontaktzahlen für große Haftreibungskoeffizienten konstant bleiben und für sinkende Reibung schnell zu höheren Kontakten gehen.

Die experimentellen Haftreibungskoeffizienten dieser Arbeit können nicht absolut mit den Reibungskoeffizienten der Simulationen verglichen werden, jedoch tritt ähnliches Verhalten hier ebenfalls auf. Zusätzlich muss beachtet werden, dass hier zwei prinzipiell verschiedene Protokolle verglichen werden. Die experimentellen Daten dieser Arbeit werden durch Tapping erzeugt und können so bei einem Reibungskoeffizienten μ einen Bereich an globalen Packungsdichten Φ_g und Kontaktzahlen z annehmen. Die Ergebnisse der Simulationen aus [SEG+02] werden dadurch erzeugt, dass Packungen mit verschiedene Reibungskoeffizienten erzeugt werden. Pro Reibungskoeffizient kommen die Simulationen auf ein Wertepaar aus Packungsdichte und Kontaktzahl.

4.3.2. Lokale Analyse der Kontakte

Die Teilchen dieser Experimente werden als ideal hart angenommen, weswegen die Wechselwirkung zwischen den Teilchen sehr kurzreichweitig ist. Diese Überlegung motiviert eine alternative Analyse, die nicht auf global gemittelten Größen, sondern auf lokalen Größen aufbaut. Die Packungsdichte wird hierbei nicht über das ganze Volumen gemittelt, sondern lokal für jedes Teilchen als Verhältnis von Teilchenvolumen zum Volumen der zugehörigen Voronoizelle berechnet. Die so errechneten lokalen Packungsdichten werden in einem Histogramm gebinnt. Für jeden Bin werden interessierende Größen (wie beispielsweise Kontaktzahl oder Anisotropiemaße) errechnet. Dieses Vorgehen ermöglicht eine sehr viel detailliertere Analyse als es mit globalen Größen möglich

wäre. Allerdings reduziert dieses Verfahren die Statistik und es kann vorkommen, dass es Bins gibt, in denen nur sehr wenige Teilchen vorliegen. Da die Statistik in diesem Fall nicht hinreichend gut ist, werden in der Auswertung nur Bins berücksichtigt, die mindestens 10 Teilchen enthalten³². In Abbildung 4.7 ist die lokale Analyse für für sämtliche Kugeldaten dargestellt.

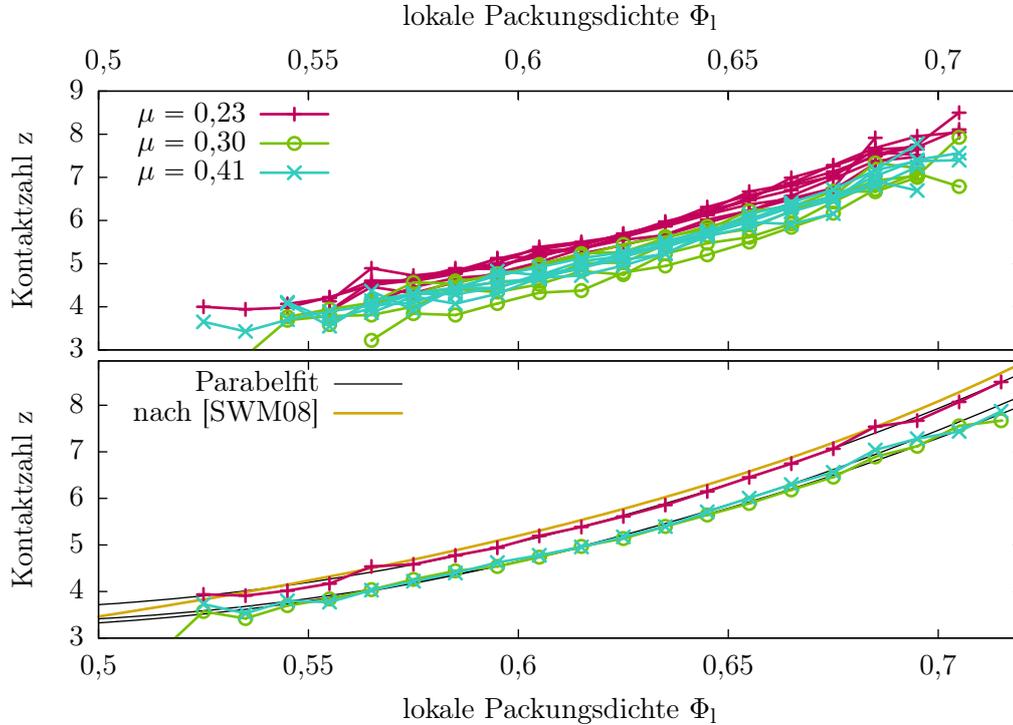


Abbildung 4.7.: Lokale Analyse der Kontaktzahlen für Kugelpackungen. Die Kugeln mit weniger Reibung liegen signifikant bei höheren Kontaktzahlen. **Oben:** Darstellung der einzelnen Packungen. **Unten:** Gemittelte Kurven mit besserer Statistik. In Anlehnung an [SNS⁺13b] werden Parabelfits durchgeführt, sowie die theoretische Vorhersage aus [SWM08]. Eingezeichnet. Diese liegt auf den Datenpunkten der reibungsarmen Teilchen.

Wie in [SNS⁺13b] für pro- und oblate Ellipsoide gezeigt, hängt die über die lokale Packungsdichte aufgetragene Kontaktzahl nicht von der globalen Packungsdichte ab. Es kann jedoch, analog zu Abbildung 4.6, eine signifikante Änderung der Kontaktzahlen mit der Reibung der Teilchen festgestellt werden. In der lokalen Analyse (Abbildung 4.7, obere Kurve) liegen die Kontakte der Teilchen mit niedriger Reibung (Spray) systematisch höher als die der originalen oder geschliffenen Teilchen.

Da in einem Packungsdichte-Bin nur wenige Teilchen zu liegen kommen und die Statistik somit schlechter wird, wird im unteren Teil von Abbildung 4.7 über alle Kurven einer Reibung gemittelt und nur die gemittelten Werte aufgetragen. Dabei wird die Häufigkeit des Auftretens (also die Anzahl der Teilchen in dem entsprechenden Bin) bei der Mittelung mit berücksichtigt. In den gemittelten Kurven ist der Unterschied eindeutiger sichtbar. Die Kugeln mit reduzierter Reibung liegen im Mittel also eine halbe Kontaktzahl höher, was dem Ergebnis aus Abbildung 4.6 entspricht.

³²Erwartungsgemäß ist die Packungsdichte aufgrund statistischen Rauschens (Röntgenbildgebung, experimentelle Messunsicherheit) annähernd gaußverteilt, wodurch besonders bei niedrigen oder hohen lokalen Packungsdichten wenige Teilchen zu finden sind.

In Anlehnung an [SNS⁺13b] werden an die gemittelten Kurven Parabeln mittels linearer Regression [WK15] gefittet. Ebenfalls eingezeichnet ist die theoretische Vorhersage aus [SWM08], die die Ergebnisse der Kugeln mit niedriger Reibung reproduziert.

4.4. Homogenität

In diesem Abschnitt wird die Homogenität der Packungen untersucht. Die Form des Containers, der die Packung beinhaltet, ist zylindrisch. Durch die Gravitation ist eine vertikale Vorzugsrichtung vorgegeben. Aufgrund der so bedingten Rotationssymmetrie der Randbedingungen werden interessierende Größen wie Packungsdichte und Kontaktzahl auf radiale sowie vertikale Inhomogenitäten untersucht. Dies spiegelt die charakterisierenden Achsen des Systems wieder. Da in den Abschnitten 4.3 und 4.5 diese Größen über das ganze Volumen gemittelt wird, ist ein hinreichend homogenes Verhalten dieser Größen über die gesamte Packung essentiell.

In Abbildung 4.8 ist diese Überprüfung für exemplarische Packungen dargestellt. Es werden Ergebnisse für die Kugeln mit $\langle\alpha\rangle = 1,0$ und $\mu = 0,41$ für jeweils 0 und 16000 Taps sowie orange Spritzgussteilchen mit $\langle\alpha\rangle_N = 1.4$ und $\mu = 0,63$ bei 40 und 2000 Taps und lila Spritzgussteilchen mit $\langle\alpha\rangle_N = 1,1$ und $\mu = 0,53$ für 40 und 8000 Taps untersucht. Aufgetragen wird in der oberen Zeile das Volumen der Teilchen nach der Segmentierung, in der mittleren Zeile die Packungsdichte der Teilchen und in der unteren Zeile die Kontaktzahl. Auf die einzelnen Punkte wird hier eingegangen.

Volumen Eine erste Überprüfung der Ergebnisse kann dadurch geschehen, dass das Volumen der Teilchen nach der Segmentierung überprüft wird. Da die Teilchen im Rahmen der Toleranzen als homogen angenommen werden können, siehe Abschnitt 3.1, sollte das Volumen der Teilchen unabhängig von der Position in der Packung sein. Die radiale Verteilung ist hierbei besonders interessant, da sie bei hinreichender Homogenität eine Bestätigung des Verfahrens der radialen Schwellwertbildung, wie in Abschnitt 3.5 beschrieben, liefert. Insbesondere sollte in der radialen Verteilung der Volumen der Teilchen kein Drift erkennbar sein.

Insgesamt bleibt das Volumen der Teilchen für beide Teilchensorten radial und vertikal betrachtet im Mittel gleich, es gibt keinen deutlichen Drift in den Daten. Für die Kugeln liegt die Standardabweichung der Verteilung im Mittel über alle Packungen bei 0,115 %, für die Spritzgussteilchen bei 0,037 %. Die größere Streuung des Volumen bei den Kugeln ist hauptsächlich ein Effekt der Ausreißer der Teilchen, siehe Abschnitt 3.1. Da die Statistik durch das radiale und vertikale Binning schlechter wird, wird der Effekt der Ausreißer deutlich stärker sichtbar, als bei einer Mittelung über das gesamte Volumen. Ansonsten können die Schwankungen im Volumen auch durch Rauschen in den Röntgendaten entstehen.

Insgesamt sind die Schwankungen im Volumen klein, sodass angenommen werden kann, dass die Segmentierung der einzelnen Teilchen korrekt funktioniert und die Strahlaufhärtungsartefakte korrekt ausgeglichen werden.

Packungsdichte In der mittleren Zeile in Abbildung 4.8 wird die Packungsdichte radial und vertikal auf Homogenität überprüft.

Die Packungsdichte zeigt für die meisten Packungen einen homogenen Verlauf, sowohl in radialer als vertikaler Richtung. Die Kugelpackungen haben in der Packungsdichte bei radialer Betrachtung eine Standardabweichung von 0,414 %, die lila Ellipsoide mit $\langle\alpha\rangle_N = 1,1$ kommen

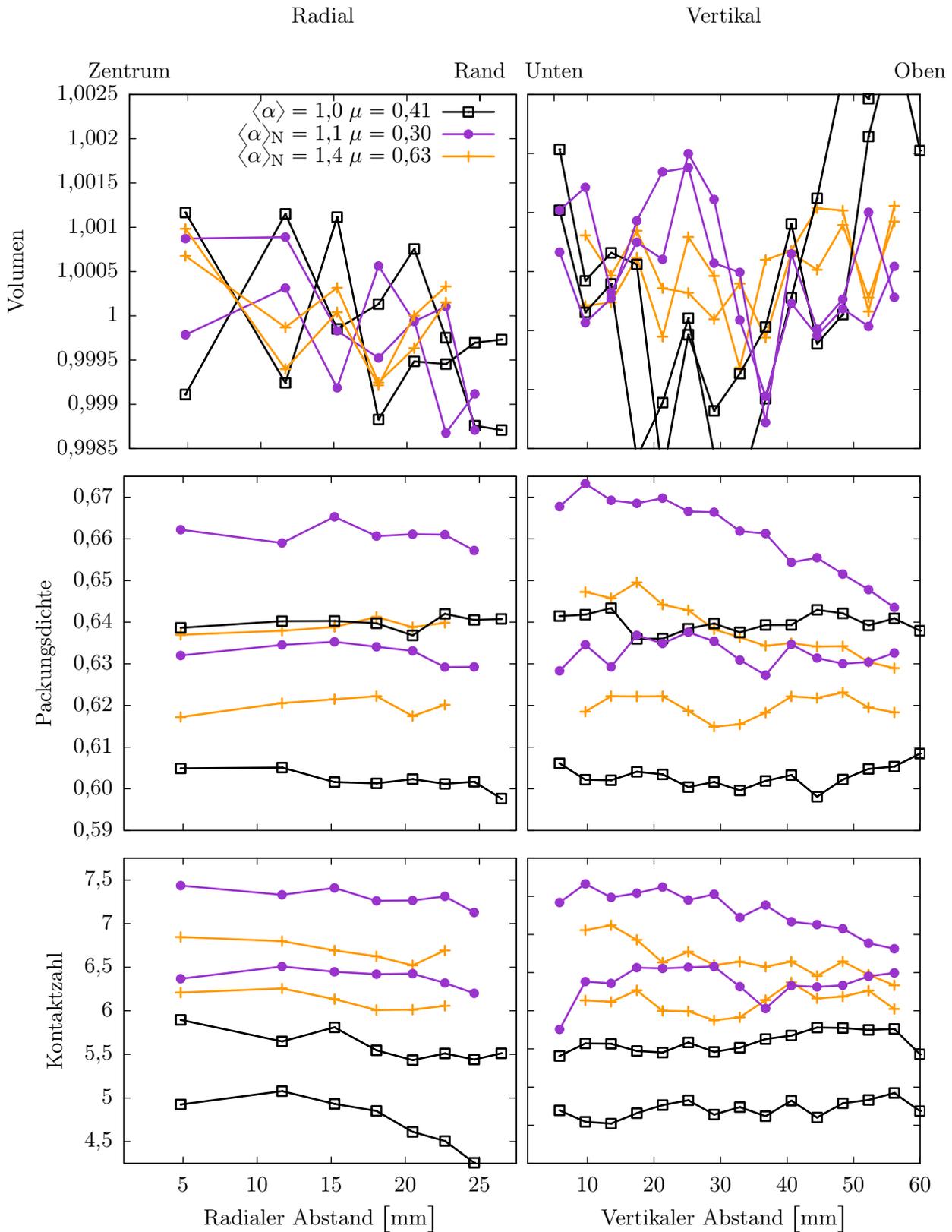


Abbildung 4.8.: Radiale und vertikale Auftragung von interessierenden Größen zur Überprüfung der Homogenität der Packungen. Eingezeichnet sind Packungen der geschliffenen Kugeln sowie der geschliffenen orangen Spritzgusszeilchen. **Obere Zeile** Volumen der Teilchen nach der Binarisierung. Die Volumina werden auf das mittlere Volumen normiert, um den Vergleich zwischen verschiedene Teilchensorten zu ermöglichen. **Mittlere Zeile** Packungsdichte der Teilchen. **Untere Zeile** Gemittelte Kontaktzahl

auf eine radiale Streuung von 0,284 % und die orangen Ellipsoide mit $\langle\alpha\rangle_N = 1,4$ auf eine relative Standardabweichung von 0,308 %.

Bei Packungen von triaxialen Ellipsoiden mit mehr als 10 000 Taps gibt es einen Trend in vertikaler Richtung. Mit zunehmender Höhe in der Packung sinkt die Packungsdichte. Da die Volumina der Teilchen homogen über das komplette Volumen sind, kann eine Korrelation hierzu ausgeschlossen werden. Dieser Effekt kann dadurch zustande kommen, dass der Boden als zusätzliche Grenzschicht Kristallisation oder gemeinsame Orientierung der Teilchen bevorzugt und es somit zu diesem Verlauf kommt. Im Gegensatz zu den Kugelpackungen werden bei den Ellipsoidpackungen keine Maßnahmen getroffen um eine Kristallisation auszuschliessen. Siehe Abschnitt 3.3.

Kontaktzahlen Die Kontaktzahlen werden, wie in Abschnitt 4.2 beschrieben, berechnet.

Über das Volumen verteilt, schwanken die Kontaktzahlen für alle Packungen im Mittel um eine halbe Kontaktzahl. Es wurde versucht, die in Abschnitt 4.2 beschriebene CNS Funktion zur radial gebinnnten Bestimmung der Kontakte zu nutzen. Dieses Verfahren liefert jedoch keine zuverlässigen Ergebnisse, da aufgrund des Binnings teilweise so wenige Kontakte in einem Bin zu liegen kommen, dass der Fit aufgrund schlechter Statistik nicht zuverlässig berechnet werden kann. Insgesamt sind die Kontaktzahlen homogen genug und zeigen keinen klaren Drift in radialer oder vertikaler Richtung, sodass eine Mittelung über das Volumen sinnvoll möglich ist.

4.5. Anisotropiemaße

Anisotropiemaße sind eine weitere Möglichkeit, die Eigenschaften der Packungen zu untersuchen. Die Anisotropiemaße werden auf den Voronoizellen³³ der Teilchen und nicht auf den Teilchen selbst berechnet. Zur Berechnung des Set-Voronoi-Diagramms wird die Oberfläche jedes Ellipsoid mit 504 Punkten gesampled. Von diesen Punktansammlungen wird dann das Set-Voronoi-Diagramm, wie in Abschnitt 2.2 beschrieben, berechnet und auf den Zellen des Voronoi-Diagramms die Anisotropiemaße³⁴. Das erste interessierende Maß ist $\beta_0^{2,0}$. Die $\beta_0^{2,0}$ sind in Abbildung 4.9 für alle untersuchten Packungen als Funktion der Packungsdichte dargestellt.

Anisotropie für Kugelpackungen Die Kugeln liegen bei den höchsten Anisotropiemaßen der hier untersuchten Teilchen. Dieses Verhalten wird erwartet, da die Voronoizellen isotroper Teilchen ebenfalls isotroper sein sollten als Voronoizellen anisotroper Teilchen. Je nach Packungsdichte ergibt sich für die Kugeln ein Wert von $\beta_0^{2,0}$ zwischen 0,75 und 0,8.

Die Werte sind mit Experimenten und Simulationen aus [STMS⁺10] qualitativ und quantitativ vergleichbar. In der genannten Quelle wird ein Wert von $\beta_0^{2,0}$ im Bereich von 0,76 bis 0,79 für Simulationen mit vergleichbaren Packungsdichten gegeben, was mit den hier durchgeführten Experimenten gut übereinstimmt.

Die Anisotropie der Kugeln ist deutlich an die Packungsdichte gekoppelt, wobei dichtere Packungen isotroper sind. Dies entspricht dem Verhalten, dass ebenfalls in [STMS⁺10] für experimentelle und simulative Untersuchungen zu Kugelpackungen beobachtet wird. Dieser Effekt ist dadurch

³³So können Erkenntnisse über die lokale Umgebung der Teilchen gewonnen werden. Eine Berechnung der Anisotropiemaße auf den Teilchen würde lediglich die zur Segmentierung der Teilchen benutzten Daten reproduzieren, aber keine weitere Information über die Packung liefern.

³⁴Die $\beta_v^{r,s}$ sind so definiert, dass sie mit zunehmender Anisotropie kleiner werden. Die passendere Bezeichnung wäre also *Isotropiemaß*.

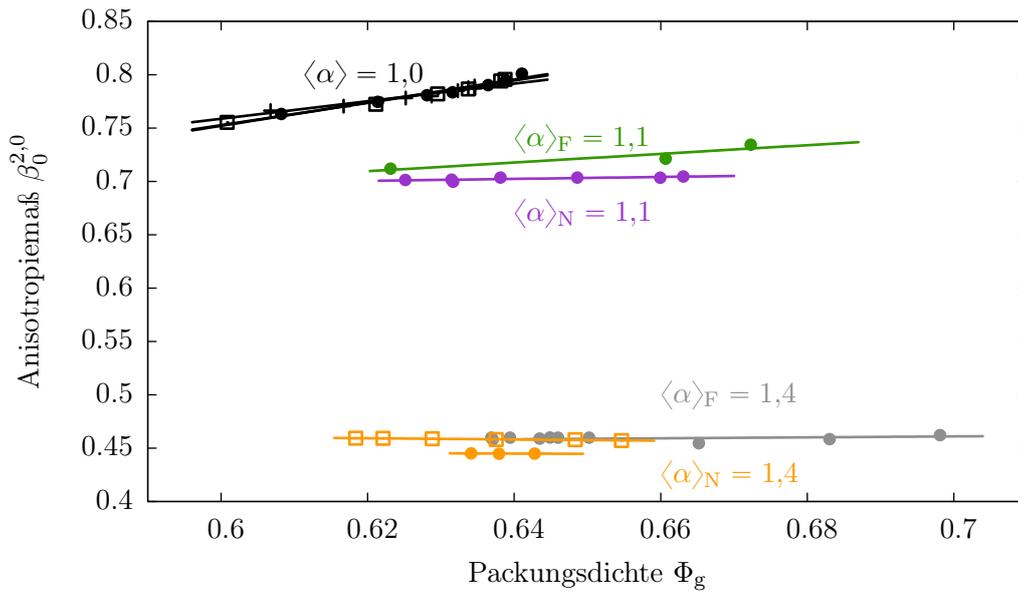


Abbildung 4.9.: $\beta_0^{2,0}$ als Funktion der Packungsdichte für alle Teilchen. Das eingezeichnete $\langle \alpha \rangle$ beschreibt das mittlere Aspektverhältnis der Teilchen. Die Farben kennzeichnen das Aspektverhältnis der Teilchen, die Symbole die Reibung der Teilchen. Die eingezeichneten Geraden sind ein *guide to the eye*.

zu erklären, dass sich die Voronoi-Zelle eines Teilchens mit zunehmender Packungsdichte immer mehr der Form des Teilchens anpassen muss. Zusätzlich hat bereits [BM60] für experimentelle Kugelpackungen gezeigt, dass die Verteilung der Kontakte auf der Kugeloberfläche für losere Packungen unsymmetrisch wird. Dies beeinflusst direkt die Form und Anisotropie der Voronoizellen, da die Voronoi-Zelle die lokale Umgebung des Teilchens abbildet, und sie es von seinen Nachbarn abgrenzt.

Einfluss der Reibung Für die Untersuchung der Reibung sind die Kugeln von besonderem Interesse, da hier die Reibung sowohl zu kleineren als auch hin zu größeren Haftreibungskoeffizienten verändert wird und somit ein größerer Bereich an Reibungskoeffizienten als bei den Ellipsoiden abgedeckt werden kann.

In Abbildung 4.10 ist der Abschnitt der Kugeln aus Abbildung 4.9 vergrößert dargestellt.

Im Gegensatz zu den Kontakten zeigt $\beta_0^{2,0}$ bei den Kugeln in diesen Experimenten keinen Einfluss der Reibung. Die zur Veranschaulichung eingezeichneten Geradenfits liegen fast perfekt aufeinander und im Rahmen der statistischen Schwankung zwischen den einzelnen Messungen kann kein signifikanter oder systematischer Unterschied zwischen verschiedenen Reibungskoeffizienten festgestellt werden.

Einer der möglichen Gründe für dieses Verhalten ist, dass der Unterschied in der Form der Voronoi-Zelle zwischen einem Kontakt, und einem Kontakt, der minimal geöffnet wird, nicht groß ist und somit die Anisotropie der Zelle nicht viel ändern wird.

Einfluss des Aspektverhältnisses Mit steigendem Aspektverhältnis der Teilchen sinken die Anisotropiewerte der Packung. Angefangen bei Kugeln mit $\langle \alpha \rangle = 1,0$ über die grünen und lila

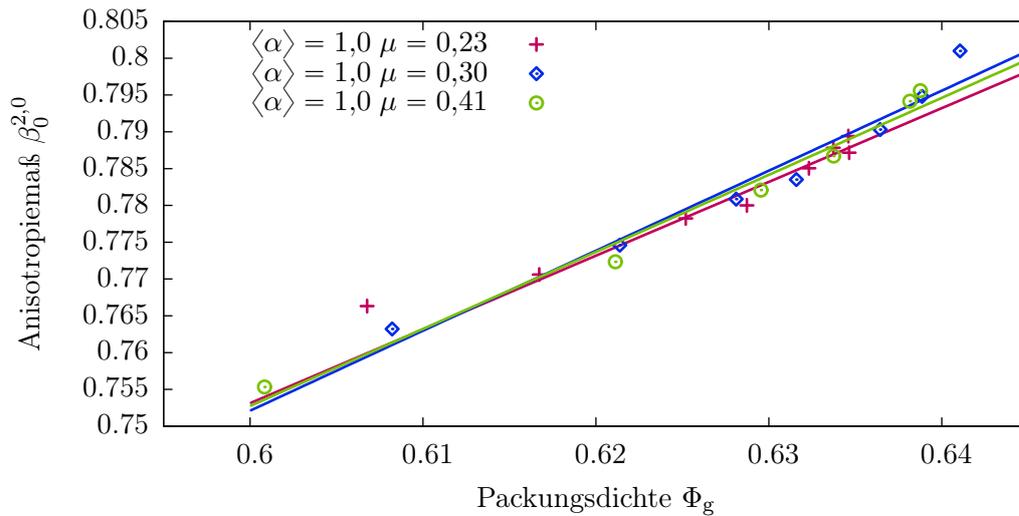


Abbildung 4.10.: Aufgetragen ist $\beta_0^{2,0}$ über die Packungsdichte für alle Kugelpackungen. Die Geraden sind lineare Fits und dienen nur der Visualisierung. Es zeigt sich keine Änderung durch Reibung.

Ellipsoide mit $\langle \alpha \rangle = 1,1$ bei $\beta_0^{2,0}$ im Bereich von 0,7 bis 0,75 bis hin zu den orangen, grauen und weißen Teilchen mit $\langle \alpha \rangle = 1,4$ bei $\beta_0^{2,0}$ im Bereich von 0,425 bis zu 0,475.

Mit dem Aspektverhältnis ändert sich ebenfalls die Abhängigkeit der $\beta_0^{2,0}$ -Werte von der Packungsdichte. Als ein erstes Modell kann diese Abhängigkeit mit einer Geraden angenähert werden. Je isotroper die Teilchen sind, desto stärker hängt die Steigung der Geraden von der Packungsdichte ab. Dieses Verhalten wird ebenfalls in [Sch12] und [SKH⁺14] beobachtet.

Für die orangen, weißen und grauen Ellipsoide mit $\langle \alpha \rangle = 1,4$ ergibt sich im Rahmen der Streuung ein konstanter Wert von $\beta_0^{2,0} = 0,46$ für alle untersuchten Packungsdichten. Die grünen und lila Ellipsoide mit $\langle \alpha \rangle = 1,1$ zeigen ebenfalls nur eine geringe Änderung der Anisotropiewerte mit der Packungsdichte, wobei für die grünen Ellipsoide lediglich drei Datenpunkte vorhanden sind. Die Kugeln mit $\langle \alpha \rangle = 1,0$ weisen die größte Abhängigkeit der Anisotropiewerte von der Packungsdichte auf.

Angussstelle Die Angussstelle der Spritzgussteilchen verändert die Form der Teilchen. Die Position der Stelle unterscheidet sich, wie in Abschnitt 3.1 beschrieben, für gleiches Aspektverhältnis zwischen zwei Teilchensorten. Es wird erwartet, dass dies ebenfalls in den Anisotropiewerten der Voronoizellen zu erkennen ist.

Diese Vermutung kann bestätigt werden und ist in Abbildung 4.9 zu sehen. Die Anisotropiewerte der lila und grünen Ellipsoide unterscheiden sich signifikant. Die isotroperen Teilchen (grüne Ellipsoide mit der Angussstelle zwischen der kleinsten und der größten Achse) liegen bei größeren Anisotropiewerten (was bedeutet, dass die Zellen isotroper sind) als die der anisotroperen Teilchen (lila Ellipsoide, mit der Angussstelle an der kleinsten Achse).

Die Angussstelle wirkt hier also wie eine Veränderung der mittleren Aspektverhältnisse.

Vergleich von Kugelpackungen mit Ellipsoidpackungen Die Idee der lila und grünen Ellipsoiden mit $\langle \alpha \rangle = 1,1$ ist, die Anisotropie der Voronoizellen einer RCP-Kugelpackung in ein mittleres

Aspektverhältnis zu übersetzen. Siehe Abschnitt 3.1. Im Rahmen der untersuchten Packungen ergibt sich für die mittlere Kontaktzahl und das Anisotropiemaß $\beta_0^{2,0}$ keine Besonderheit für dieses Aspektverhältnis. Die grünen und lila Ellipsoide folgen dem erwarteten Trend, dass das Anisotropiemaß $\beta_0^{2,0}$ der Packungen mit zunehmenden Aspektverhältnis kleiner wird.

Weitere Anisotropiemaße, wie beispielsweise $\beta_1^{0,2}$, zeigen qualitativ keine anderen Effekte. Ein Vergleich der anderen Anisotropiemaße $\beta_\nu^{r,s}$ für die im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Kugeln und für die lila Ellipsoide ist in Abbildung 4.11 durchgeführt.

Ein Vergleich der anderen Anisotropiemaße der Packung der grünen beziehungsweise lila Ellipsoide ($\langle\alpha\rangle = 1,1$ mit denen der Kugelpackungen $\langle\alpha\rangle = 1,0$ ergibt keine Übereinstimmung in irgendeinem Anisotropiemaß. In Abbildung 4.11 werden die Anisotropiemaße der Kugelpackungen mit denen der lila und grünen Ellipsoide verglichen. Alle Anisotropiemaße der Kugeln liegen systematisch bei höheren Werten als die der Packungen der grünen und lila Ellipsoide. Es kann somit kein Indiz dafür gefunden werden, dass die Ellipsoide mit ihrem besonderen Aspektverhältnis die intrinsische Anisotropie der Kugelpackungen reproduzieren.

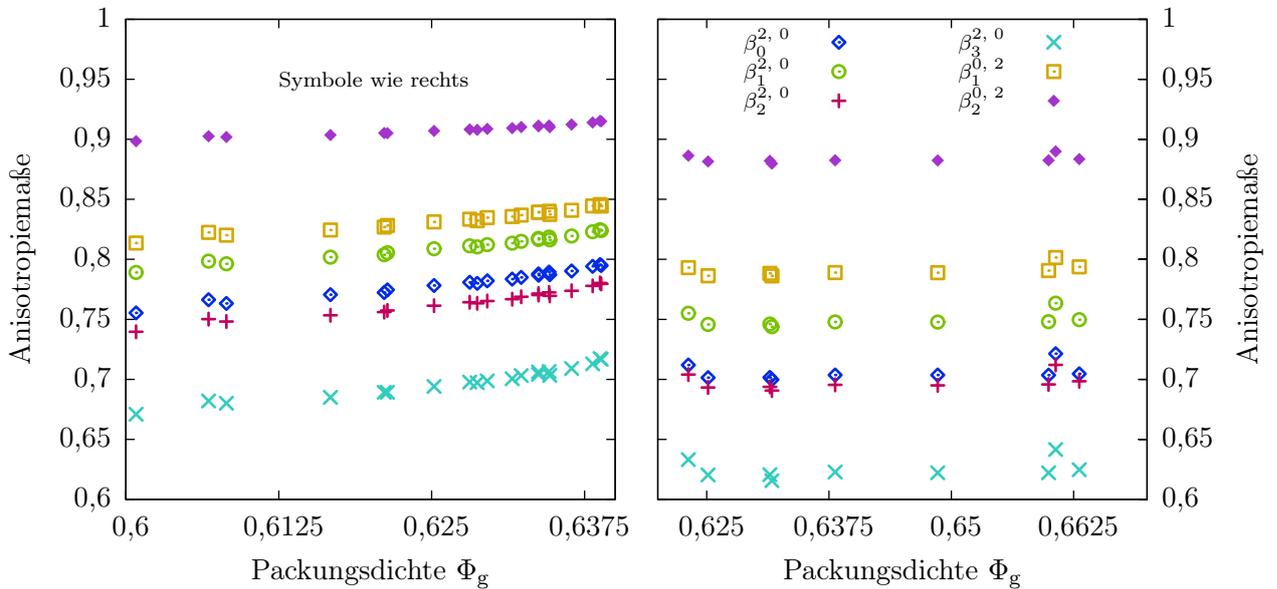


Abbildung 4.11.: Alle Anisotropiemaße als Funktion der Packungsdichte. **Links:** Kugelpackungen. Da zwischen den verschiedenen Reibungen bei den Kugeln keine Änderung festgestellt werden kann, werden die Reibungen gemeinsam dargestellt. **Rechts:** Packungen der lila Ellipsoide mit $\langle\alpha\rangle = 1,1$. Das Aspektverhältnis dieser Ellipsoide entspricht im Mittel der Anisotropie der Kugelpackungen bei $\Phi_g = 0,64$. Die Anisotropiemaße der Ellipsoide liegen für alle erreichten Packungsdichten unterhalb der Werte der Kugelpackungen.

Die dichtest mögliche Packung der lila Ellipsoide mit $\langle\alpha\rangle = 1,1$ in den hier durchgeführten Experimenten konnte eine Packungsdichte von $\Phi_g 0,672$ erreichen. Dies ist in annähernder Übereinstimmung mit der Vorhersage aus [DCS⁺04]. Für total asphärische Ellipsoide mit $\langle\alpha\rangle = 1,07$ eine Packungsdichte von $\Phi_g \approx 0,68$ postuliert. Der Vergleich ist nicht perfekt, da die lila und grünen Ellipsoide nicht der Gleichung 3.2 entsprechen, die Abweichung ist jedoch klein. Zusätzlich zu diesem Effekt kann der leicht niedrigere Wert der Packungsdichte des Experiments daran liegen, dass die Simulationen reibungsfreie Teilchen betrachten und in den Experimenten gegebenenfalls

elektrostatische Aufladung eine Rolle spielt.

4.6. Kugelpackungen im Vergleich mit DEM und LS Simulationen

In diesem Abschnitt werden die Ergebnisse dieser Arbeit mit bereits veröffentlichten Ergebnissen aus Simulationen verglichen. Da Simulationen hauptsächlich zu Kugeln durchgeführt wurden, behandelt dieser Abschnitt Kugeldaten. Die Daten aus den genannten Simulationen werden mit den Analysemethoden dieser Arbeit untersucht und die Ergebnisse verglichen. Dabei kommen *Discrete Element Method* (DEM) sowie die *Lubachevsky-Stillinger-Methode* (LS) zum Einsatz. Die Ergebnisse der Simulationen werden bereits kurz in Abschnitt 2.1 vorgestellt. Die numerischen Daten sind aus [DDMA10] und [Mak13] entnommen.

In den DEM-Simulationen aus [DDMA10] werden reibungsbehaftete Teilchen in einer viskosen Flüssigkeit sedimentiert. Dabei kann über die Viskosität η der Flüssigkeit und den Reibungskoeffizienten μ der Teilchen ein Bereich an Packungsdichten abgetastet werden. Die Simulationen finden unter Gravitation in einer Box mit festem Boden (xy -Ebene) statt. Die Box ist in x - und y -Richtung periodisch. Die Simulationen von [Mak13] werden mittels der Lubachevsky-Stillinger-Methode durchgeführt. Dabei gibt es keine Gravitation und die Simulationsbox besitzt in allen drei Raumrichtungen xyz periodische Ränder.

Anisotropiemaß Im linken Teil von Abbildung 4.12 ist das Anisotropiemaß $\beta_0^{2,0}$ der Voronoizellen für die Kugeln (Symbol \bullet) zusammen mit den errechneten Werten für Simulationen aus [Mak13] (\blacksquare) und [DDMA10] (*) aufgetragen.

Die Daten für die Kugeln liegen bei Packungsdichten von 0,60 % bis 0,64 % und decken damit nur einen Teilbereich der numerisch erzeugten Daten ab. Niedrigere Packungsdichten sind experimentell nur schwer zugänglich [FMM10], weshalb hier keine Daten vorliegen. Für Packungsdichten $\Phi_g \geq 0,58$ % ergibt sich im Rahmen der Streuung eine gute Übereinstimmung zwischen allen Simulationen und Experimenten.

Vergleicht man die Simulationen bei niedrigen Packungsdichten, so spalten sich die verschiedenen Simulationsmethoden auf. Die RCP-, RLP- und G-Daten von [Mak13] werden isotrop simuliert, die DEM Daten von [DDMA10] werden mit Gravitation berechnet. Dies ist eine Möglichkeit, durch die eine Vorzugsrichtung in das System kommt. Eine solche Vorzugsrichtung kann zu einer Erhöhung der Anisotropie der gesamten Packung führen. Bei hohen Packungsdichten ähnelt die Voronoizelle der Form der Teilchen. Da es sich bei allen in Abbildung 4.12 gezeigten Daten um Kugeln handelt, ist es nicht weiter verwunderlich, dass sich die Kurven gleichen. Bei sinkenden Packungsdichten wird das Volumen der Voronoizellen im Vergleich zum Teilchenvolumen immer größer. Deshalb ist die Form der Voronoizelle mit sinkender Packungsdichte zunehmend unabhängig von der Form des Teilchens [SKH⁺14]. Stattdessen nehmen globale Effekte, wie eine Vorzugsrichtung des kompletten Systems (durch Gravitation vorgegeben), eine wichtigere Rolle ein.

Da Experimente nicht ohne weiteres ohne Gravitation durchgeführt werden können, kann diese Frage in dieser Arbeit nicht eindeutig beantwortet werden. Es wird erwartet, dass experimentelle Daten bei diesen Packungsdichten sich an den DEM-Simulationen aus [DDMA10] mit Gravitation orientieren werden.

Eigenvektororientierung Der Einfluss einer globalen Orientierung in der Packung greift jedoch schon bei höheren Packungsdichten. Die Gravitation als gerichtete globale Anisotropie motiviert

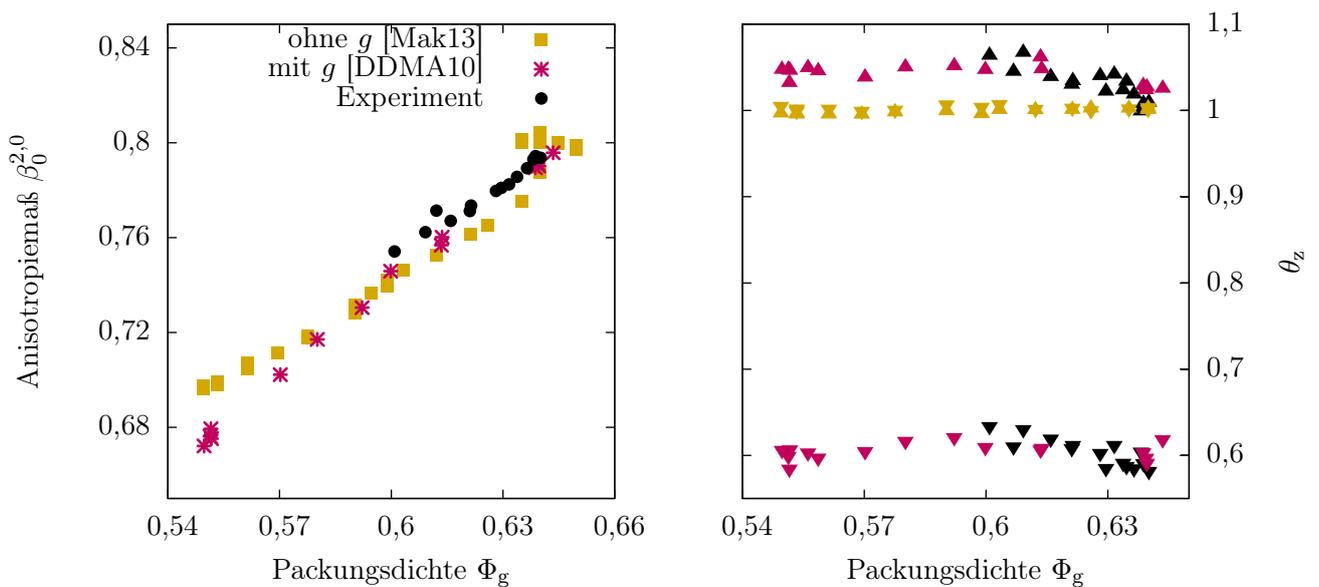


Abbildung 4.12.: **Links:** Vergleich des $\beta_0^{2,0}$ -Anisotropiemaßes der Kugeldaten dieser Arbeit ($\mu = 0,3$ und $\mu = 0,41$) mit numerischen Ergebnissen aus [Mak13] und [DDMA10]. Für hohe Packungsdichten stimmen die drei verschiedenen Methoden im Rahmen der Streuung überein. Bei Packungsdichten unterhalb von 0,58 % gibt es durch die Methoden bedingte Abweichungen zwischen den numerischen Daten. **Rechts:** Die Ausrichtung des kleinsten und größten Eigenwerts bezüglich der Vorzugsachse (z) des Systems. $\theta_z = 1$ bedeutet keinerlei Ausrichtung, positive Werte zeigen eine Orientierung senkrecht, negative Werte parallel zur Vorzugsachse an. Die Farbe zeigt die Quelle der Daten an (siehe Legende links). Das Symbol \blacktriangle bedeutet größter Eigenwert, \blacktriangledown kleinster Eigenwert.

die Untersuchung der Eigenvektoren der Voronoizellen und damit die Orientierung der Zelle im System. Dies ist im linken Teil von Abbildung 4.13 dargestellt. Die Eigenvektoren stellen für $W_0^{2,0}$ ein Analogon zu den Hauptachsen des Trägheitsellipsoids der Voronoizelle dar.

In Packungen ohne äußere Vorzugsrichtung, wie den Simulationen aus [Mak13] und [SWM08], ist die Orientierung aller drei Vektoren gleichverteilt, da keine Vorzugsrichtung vorliegt. In einem System mit äußerer Vorzugsrichtung, wie die hier durchgeführten Experimente und Simulationen aus [DDMA10], ist eine Orientierung des Vektors mit dem kleinsten Eigenwert in Vorzugsrichtung zu erwarten. Der Vektor mit dem größten Eigenwert ist senkrecht zur Vorzugsrichtung orientiert. Siehe hierzu Abbildung 4.13. Durch Integration zufällig verteilter Vektoren auf einer Halbkugel ergibt sich im Mittel ein Wert von $\frac{180^\circ}{\pi} = 1 \text{ rad} \approx 57^\circ$, siehe [BSM12]. Werte kleiner 1 entsprechen einer bevorzugten Orientierung in Vorzugsrichtung, Werte größer 1 entsprechen einer bevorzugten Orientierung in der Ebene senkrecht zur Vorzugsrichtung.

Dies wird im rechten Teil von Abbildung 4.12 dargestellt. Die Orientierung der Eigenvektoren mit dem größten und kleinsten Eigenwert bezüglich der Vorzugsachse werden für die hier durchgeführten Experimente und die genannten Quellen aufgetragen. Dabei zeigt sich, dass die Eigenvektoren der Voronoizellen in Simulationen ohne Vorzugsrichtung isotrop verteilt sind. Die Simulationen mit Vorzugsrichtung zeigen für die Orientierung der Eigenvektoren des größten und kleinsten Eigenwerts eine Verteilung, die Orientierungseffekte aufzeigt. Die Experimente dieser Arbeit (Abbildung 4.12,

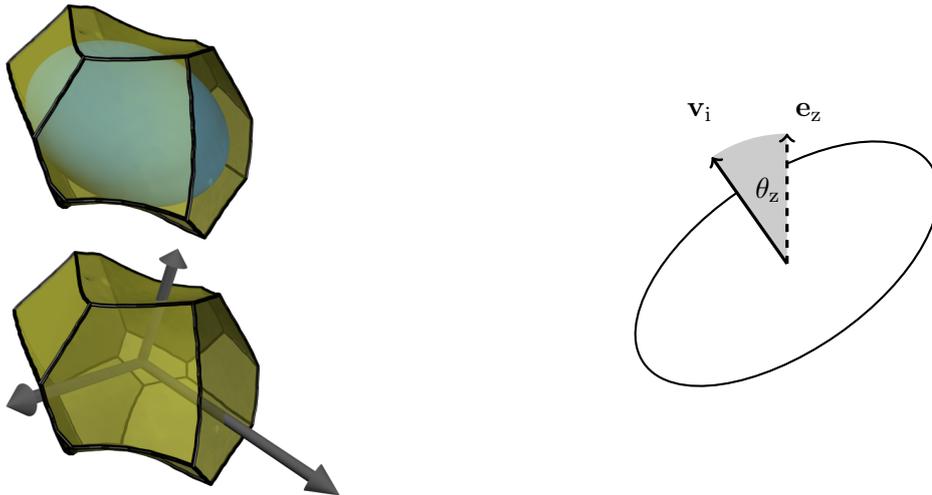


Abbildung 4.13.: **Links:** Voronoizelle mit dem eingeschlossenen Trägheitsellipsoid, sowie den drei Hauptachsen des Ellipsoids. **Rechts:** Schematische Darstellung zum Winkel θ .

schwarze Symbole) reproduzieren die Ergebnisse der Simulationen mit Gravitation (Abbildung 4.12 rote Punkte) im Rahmen statistischer Schwankungen, während die Simulationen von [Mak13] ohne Gravitation (Abbildung 4.12 ockerfarbene Punkte) wie erwartet keine Vorzugsorientierung zeigen und damit von echten Systemen abweichen. Dieses Verhalten ist unabhängig von der Packungsdichte, was dadurch erklärt werden kann, dass die Gravitation als globale Vorzugsrichtung nicht von der Packungsdichte des Systems abhängt.

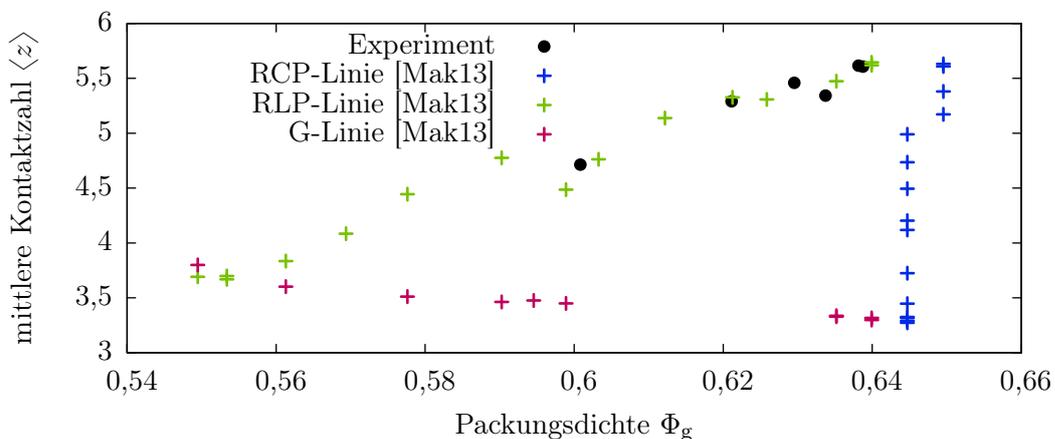


Abbildung 4.14.: „Phasendiagramm“ für mechanisch stabile Kugelpackungen nach [SWM08, fig. 1], berechnet mit Daten aus Simulationen von [Mak13] (Symbol +). Ebenfalls sind die Experimente dieser Arbeit (\bullet) eingezeichnet. Die Packungsdichte der Simulationen aus [Mak13] kann aufgrund von Teilchenüberlapp vom in [SWM08] angegebenen Wert abweichen.

Kontaktzahl In [SWM08, Figure 1] wird ein Phasendiagramm für mechanisch stabile granulare Systeme im z - Φ_g -Phasenraum postuliert, das die charakterisierenden Eigenschaften granularer

Packungen (Abschnitt 2.1) reproduziert. Mit den Simulationsdaten aus [Mak13] (Abbildung 4.14, Symbole) wird dieses Phasendiagramm berechnet und mit den Experimenten dieser Arbeit verglichen. Das Ergebnis ist in Abbildung 4.14 dargestellt.

Im Vergleich zu dem theoretischen Phasendiagramm aus [SWM08] fällt auf, dass die Packungsdichte der Simulationen systematisch zu hoch liegt. Dies liegt zum einen an der Simulationsmethode, die einen geringen Überlapp zwischen benachbarten Kugeln zulässt. Außerdem unterscheidet sich die Berechnung der Kontakte in [SWM08] von der Berechnung in dieser Arbeit. In der genannten Quelle werden mechanische und geometrische Kontakte verglichen.

Die hier durchgeführten Experimente kommen, wie erwartet auf der RLP-Kurve zu liegen und reproduzieren die Ergebnisse von [SWM08].

4.7. Kraftantwort auf Scherung und deren Probleme

Trotz der prinzipiellen Probleme des Aufbaus „Scherzelle“ , die in Abschnitt 3.6.3 auf Seite 40 angesprochen werden, sollen hier einige Messungen zumindest qualitativ verglichen werden.

Der Aufbau befand sich zum Zeitpunkt der Experimente technisch noch nicht in einem Stadium, in dem zuverlässig reproduzierbare und quantitativ vergleichbare Messungen durchgeführt werden konnten. Trotz der Verlängerung der Messzeit am Max Planck Institut für Dynamik und Selbstorganisation konnten nur erste Untersuchungen durchgeführt werden.

In diesem Abschnitt wird die Scherung von Kugelpackungen untersucht. Dafür werden Kugeln mittels eines Trichters in den Scherzellen-Container gefüllt. Die erreichte Packung ist somit lose. Aufgrund der ebenen Wände kann Kristallisation an der Oberfläche nicht ausgeschlossen werden. Der Messablauf findet dann, wie in Abschnitt 3.6 beschrieben statt. Die Scherzelle startet in „aufrechter“ Position und schert die Packung zur Seite. Die maximale Scherung beträgt dabei 0,084, wobei die Scherung aufgrund der kleinen Winkel annähernd linear mit der Zeit verläuft. Dabei werden die mechanischen Eigenschaften mittels einer Kraftmessung an der Scherzelle untersucht. Die Ergebnisse der Kraftmessung sind in Abbildung 4.15 zusammen mit der Scherung als Funktion der Zeit dargestellt. Nach den zwei gezeigten Scherzyklen finden (bei Langzeitmessungen zur Kompaktifizierung, siehe Abbildung 3.13 auf Seite 40 insgesamt bis zu 250) weitere Messungen statt.

Während der Scherung in Vorwärtsrichtung, wird eine Zugkraft (negative Werte) gemessen. Diese steigt im ersten Zyklus schnell und dann flacher an. Am Ende der Scherung in Vorwärtsrichtung sinkt die benötigte Kraft um 0,15 N. Bei der Scherung in Rückwärtsrichtung (Aufrichten der Scherzelle) sinkt die Kraft fast sofort auf 0 N und steigt dann langsam zu positiven Werten. Der sprunghafte Anstieg bei Beendigung der Scherung beträgt ebenfalls 0,15 N.

Da die Kraftantwort auf Scherung sehr früh vom linearen Verhalten abweicht, kann von einem plastischen (oder zumindest nicht elastischen) System ausgegangen werden. Diese Plastizität kann ihre Ursache in der Umordnung von Teilchen innerhalb der Packung haben. Zusätzliche Effekte können durch die starke Kristallisation an den ebenen Wänden auftreten.

Durch die Scherung der Packung ändert sich die dafür benötigte Kraft mit dem Scherzyklus. Es ergibt sich somit eine Hysterese der Kraft. Dies deutet darauf hin, dass die Umordnung der Teilchen aufgrund der Scherung zu einem veränderten mechanischen Verhalten der Packung führt. Außerdem fällt auf, dass die Kraft, die für einen Zyklus benötigt wird, größer ist als in einem späteren Zyklus. Die späteren Zyklen unterscheiden sich untereinander weniger und nähern sich einer gemeinsamen Kurve an.

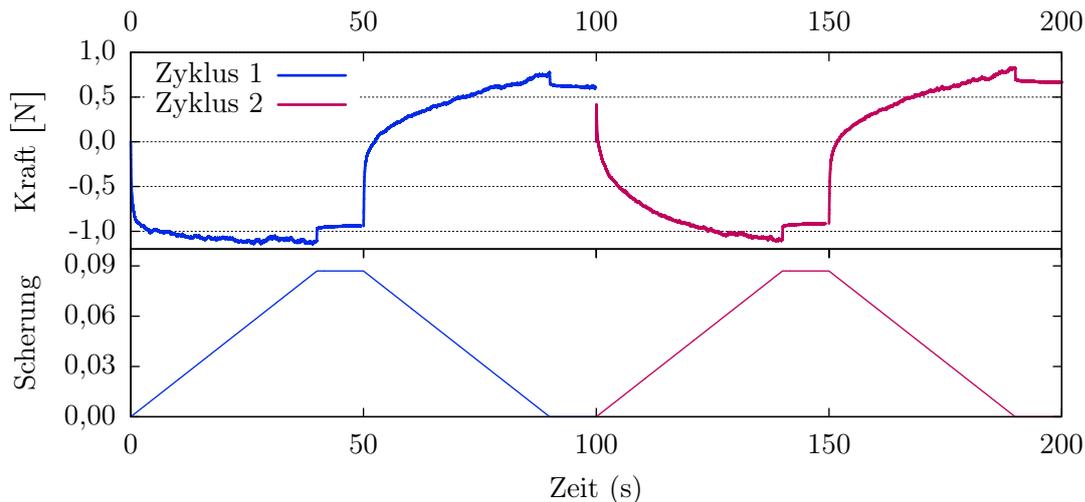


Abbildung 4.15.: Scherung einer Kugelpackung mit $\langle \alpha \rangle = 1$ und $\mu = 0,3$. **Oben:** Kraftantwort der Scherzelle als Funktion der Zeit. **Unten:** Scherung als Funktion der Zeit.

Der größte Unterschied in der Kraftantwort des Systems tritt zwischen dem ersten und dem zweiten Scherzyklus auf. Diese sind im linken Teil von Abbildung 4.16 dargestellt. Der Unterschied zwischen dem ersten und zweiten Zyklus fällt so noch deutlicher auf.

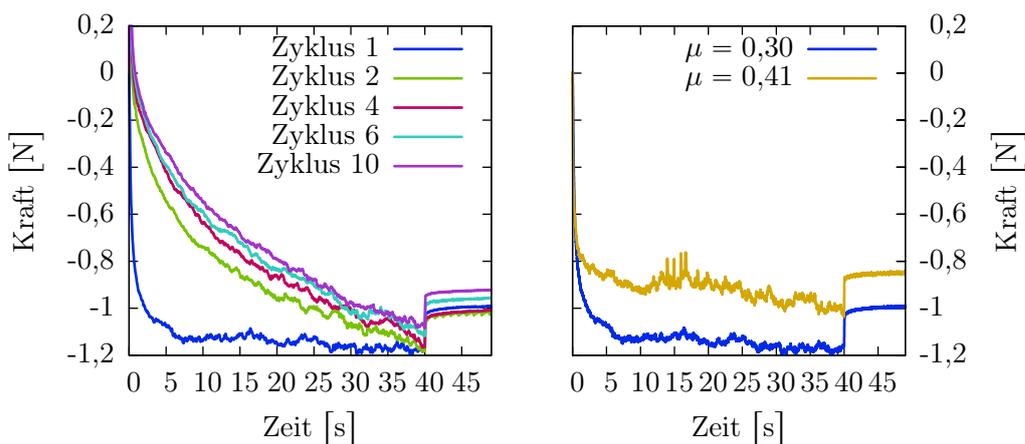


Abbildung 4.16.: **Links:** Mehrere Scherzyklen für eine Packung übereinander. **Rechts:** Vergleich des ersten Scherzyklus einer Kugelpackung mit $\mu = 0,3$ und einer Kugelpackung mit $\mu = 0,41$.

Der Vergleich von Kugelpackungen unterschiedlicherer Reibung unter Scherung ist im rechten Teil von Abbildung 4.16 dargestellt. Die Packung mit den Kugeln mit mehr Reibung ($\mu = 0,4$) benötigt weniger Kraft als die Packung mit weniger Reibung ($\mu = 0,30$).

Dieses Messergebnis entspricht nicht den physikalischen Erwartungen, war jedoch in einer weiteren Messung reproduzierbar. Weitere Untersuchungen zu den Ursachen müssen durchgeführt werden. Versuche zur Erklärung des Ergebnisses wurden unternommen. Der Effekt des Überhangs als mögliche Erklärung ist in der analytisch hergeleiteten Version zwei Größenordnungen zu klein und konnte auch nicht durch die Referenzmessung mit Wasser erklärt werden, die gänzlich andere Probleme (Reproduzierbarkeit) hat. Mögliche Ursachen, die jedoch aufgrund von Zeitproblemen nicht weiter untersucht werden konnten, sind mechanische oder elektrische Defekte der verwendeten

Bauteile oder ein nicht in Betracht gezogener geometrischer Effekt.

5. Zusammenfassung und Ausblick

Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wurden die experimentellen strukturellen Eigenschaften von Kugel- und Ellipsoidpackungen untersucht, wobei sie an den gegebenen Stellen mit bereits veröffentlichten Ergebnissen aus Experimenten oder Simulationen verglichen wurden. Aufgrund zeitlicher Einschränkungen konnten für die mechanischen Eigenschaften lediglich grundlegende Vorarbeiten und Experimente durchgeführt werden.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden die folgenden Experimente, Messungen und Analysen durchgeführt:

- Zur Vorbereitung wurde die Reibung der Teilchen mit verschiedenen Methoden verändert: Ätzen mit Cyclohexan und Schleifen mit drei verschiedenen Schleifmitteln zur Erhöhung der Reibung, sowie die Behandlung mit Silikonspray zur Verringerung der Reibung. Für die weiteren Versuche wurde das Schleifen mit Korund oder Ottawa-Sand sowie die Behandlung mit Silikonspray genutzt.
- Die Reibung der Teilchen wurde mittels des Haftreibungskoeffizienten auf einer schiefen Ebene gemessen.
- Die Oberflächenrauigkeit der Teilchen wurde mittels hochaufgelöster Tomographien untersucht.
- Für die Experimente dieser Arbeit wurden insgesamt 52 Packungen mit jeweils 10 000 Teilchen bei drei verschiedenen Aspektverhältnissen bei unterschiedlicher Reibung und Packungsdichten präpariert und tomographiert und mittels Set-Voronoi-Diagrammen und Minkowski-Tensoren analysiert.
- Die Experimente wurden mit bereits publizierten Ergebnissen aus Experimenten und Simulationen verglichen.
- Zur Messung der mechanischen Eigenschaften wurde der Scherzellenaufbau in einen verwendbaren Zustand gebracht, insbesondere die Software neu geschrieben sowie die nötige Kalibration durchgeführt.
- Mit diesem Aufbau wurden erste Versuche zu den mechanischen Eigenschaften durchgeführt.

Die durchgeführten Untersuchungen führten im Vergleich mit bereits veröffentlichten Ergebnissen aus Experimenten und Simulationen zu den folgenden Ergebnissen:

- Die zugänglichen Reibungskoeffizienten konnten mit Silikonspray auf einen Wert von 78 % verringert und mit Ottawa-Sand auf einen Wert von 130 % gesteigert werden.
- Die Untersuchung der Oberflächen ergab für die untersuchten Teilchen trotz einer Änderung des Reibungskoeffizienten keine messbare Änderung in der Rauigkeit der Oberflächen.
- Die Reibung beeinflusst die Kontaktzahl, wobei Packungen mit niedrigerer Reibung im Mittel mehr Kontakte benötigen. Dies kann sowohl in der globalen als auch in

der lokalen Kontaktzahl von Kugeln beobachtet werden.

- Die Änderung der Reibung hat keinen signifikanten Einfluss auf die Anisotropiemaße einer Packung. Die Anisotropiemaße spiegeln insbesondere nicht die Änderung der Kontaktzahlen wieder.
- Triaxiale Ellipsoide verhalten sich bezüglich der Kontakte und Anisotropiemaße in Abhängigkeit des Aspektverhältnisses wie ihre pro- und oblaten Gegenparts: Ein höheres Aspektverhältnis bedingt mehr Kontakte und niedrigere Anisotropiemaße.
- Die Ellipsoidpackungen mit dem aus Kugelpackungen bestimmten Aspektverhältnis zeigen keine besonderen Packungseigenschaften, weder in einem Anisotropiemaß, noch in den Kontaktzahlen. Für die Vermutung, dass Ellipsoide die generische Anisotropie der Voronoizellen von Kugelpackungen „besser“ ausnutzen, kann hier

keine Bestätigung gefunden werden.

- Eine durch äußeren Einfluss (wie beispielsweise Gravitation) vorgegebene Vorzugsrichtung des gesamten Systems spiegelt sich in der Eigenvektororientierung der Minkowski-Tensoren wieder. Dies kann im Vergleich mit zwei verschiedenen Simulationsmethoden bestätigt werden.
- Der Exponentialfit an $g(r)$ liefert einen mit der Packungsdichte steigende Exponenten.
- Scherung einer Packung führt zu einer Kompaktifizierung der Packung bei Kugeln und triaxialen Ellipsoiden.
- Die ersten durchgeführten Messungen zu den mechanischen Eigenschaften von Packungen lassen eine Änderung der Struktur vermuten, wobei die Kraftantwort des Systems von der Reibung der Teilchen abhängig ist. Die genaue Ursache der Unterschiede ließen sich durch die begrenzte Zeit nicht erklären.

Ausblick

Im Folgenden werden einige Ausblicke gegeben, wie die hier vorgestellte Arbeit sinnvoll erweitert und fortgeführt werden kann.

- Insgesamt ist die Untersuchung experimenteller Packungen von Kugeln und Ellipsoiden mit niedrigen Packungsdichten, so beispielsweise für Kugeln mit $\Phi_g \leq 0,60$, interessant. Die Ergebnisse der Experimente können dann mit verschiedenen Simulationen verglichen werden.
- Für die eben angesprochene Präparation loserer Packungen wird in der Literatur ein *Fluidisiertes Bett* verwendet [Sch12, SNS⁺13b]. Dabei handelt es sich um eine Vorrichtung, bei der das Granulat mittels eines homogenen Luftstroms in einen „flüssigen“ Zustand versetzt wird. Durch langsames Zurückfahren des Luftstroms kommt es zu einem Übergang in den „festen“ Zustand. Die so erzeugten Packungen besitzen eine besonders niedrige Packungsdichte [SKE⁺13]. Diese Präpara-

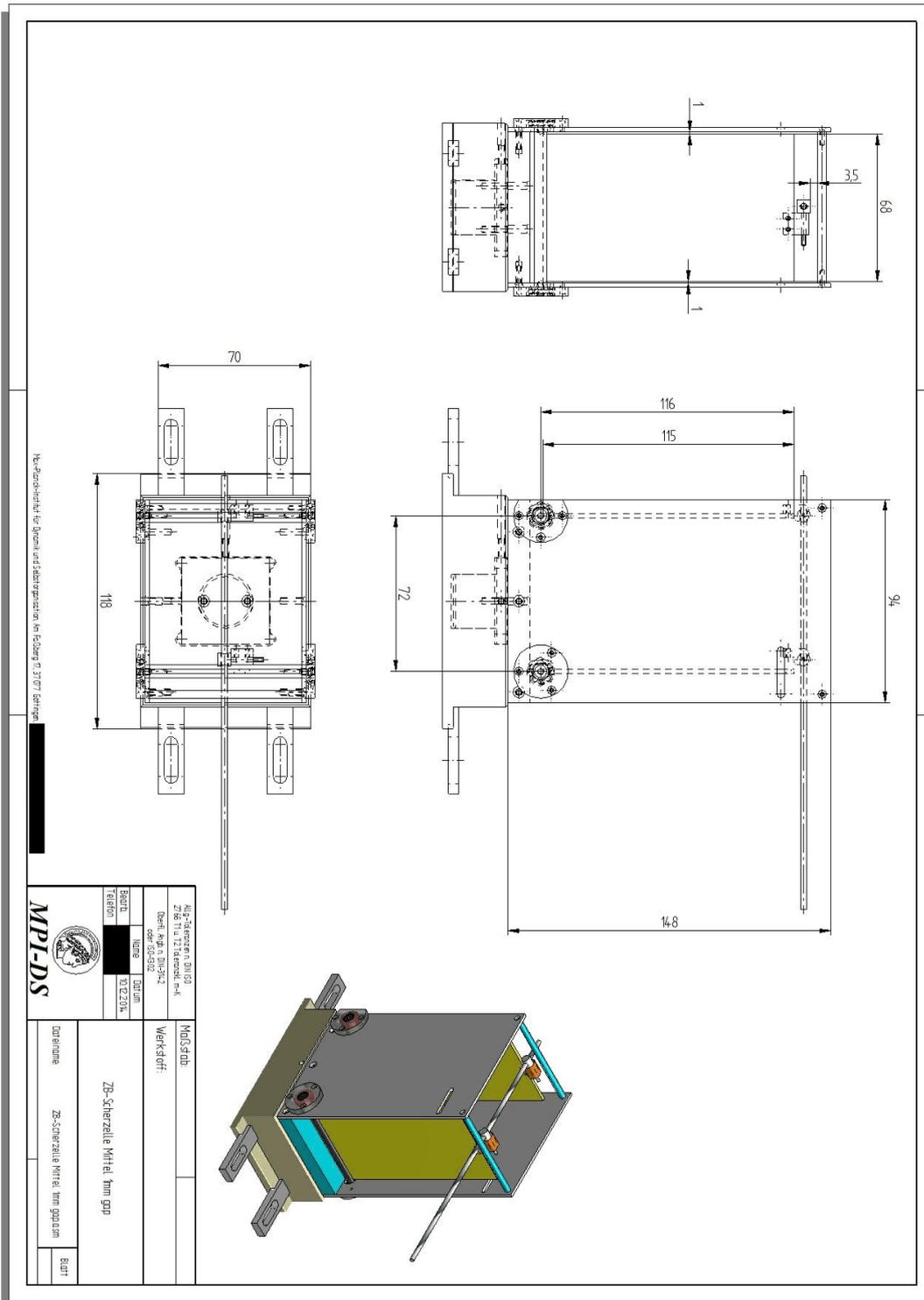
tionsmethode könnte auch bei dieser Arbeit helfen, zu niedrigeren Packungsdichten zu kommen.

- Ebenso könnte es eine Möglichkeit sein, Teilchen mit noch höherem Reibungskoeffizienten zu erzeugen und so die untere Grenze für erreichbare Packungsdichten weiter zu senken.
- Die Untersuchung von mit Silikonspray behandelten Ellipsoiden war im Rahmen dieser Arbeit aus Zeit- und Kostengründen nicht möglich. Da bei Kugeln mit erniedrigter Reibung die Kontaktzahlen systematisch höher als bei den üblichen Kugelpackungen liegen, könnte dieser Ansatz auch bei den hier untersuchten triaxialen Ellipsoiden vielversprechend sein und sollte weiter verfolgt werden.

- Ein weiteres interessantes Forschungsthema wäre die Erweiterung von Ellipsoiden auf Superellipsoide, die der Bestimmungsgleichung $(x/e_1)^m + (y/e_2)^m + (z/e_3)^m = 1$ gehorchen. Zu Packungen von Superellipsoiden mit $m > 2$ wurden bereits erste Simulationen durchgeführt [DC10]. Experimentell sind diese Teilchen aber noch nicht untersucht. Zusätzlich wäre es interessant, als Exponent zusätzlich $m < 2$ zuzulassen.
- Weitere Ordnungsmaße, beispielsweise für die Detektion kristalliner Ordnung innerhalb der Packung, können weitere Einblicke in die Struktur der Packung geben [KMMST12].
- Im Rahmen dieser Arbeit hat sich die Bestimmung des Reibungskoeffizienten mittels des Aufbaus „Mausefalle“ als hinreichend genau erwiesen. Eine Möglichkeit, die Reibung der Teilchen besser zu messen, wäre die Trajektorie des Schlittens aufzuzeichnen und aus der Beschleunigung mittels Kräftegleichgewicht den Gleitreibungskoeffizienten zu bestimmen. Darüber hinaus gibt es industrielle Messanlagen zur Bestimmung der Reibungskoeffizienten nach genormten Vorschriften [fhg15].
- Die Frage, wie sich die Packung unter Scherung verhält, und konkret, ob es strukturelle Unterschiede zwischen Packungen gibt, die durch Scherung oder durch Tapping erzeugt wurden, steht noch aus.
- Eine zur Scherzelle alternative Möglichkeit, die mechanischen Eigenschaften von Packungen zu untersuchen, ist ein *Rheometer*. In einen Zylinder befindet sich am Boden unter der Packung eine drehbare Bodenplatte, während von oben eine Kraft auf die Packung ausgeübt wird. Durch das Drehen der Bodenplatte bei gleichzeitiger Messung der Anpresskraft können so Erkenntnisse über die mechanischen Eigenschaften gewonnen werden.
- Mit bereits verfügbarer Software [DDMA10] lassen sich prinzipiell Simulationen zu triaxialen Ellipsoiden durchführen. Die Verknüpfung von Simulationen mit Ergebnissen aus Messungen kann Einblicke in die Struktur und Eigenschaften liefern und helfen, ein tieferes Verständnis zu entwickeln.

A. Anhang

Konstruktionszeichnung Scherzelle



Programm zur Ansteuerung der Scherzelle

Das folgende listing zeigt das Programm zur Ansteuerung der Scherzelle. Aus Platzgründen werden die verwendeten Bibliotheken nicht abgedruckt. Der komplette Programmcode inklusive doxygen Dokumentation kann unter <http://tinyurl.com/shearcell-programm> bezogen werden.

```
#include <iostream>
#include <map>
#include <fstream>
#include <unistd.h>
#include <stdint.h>

#include "common.hpp" // for GetCurrentDateTime
#include "../brick_programs/bricklib/TranslationStage.h"
#include "../lasersensor/LaserSensor.h"
#include "../nicard/nilib/dualChannelContinuous.h"
#include "../analysis/Filter.h"

using namespace shearcell;

// \brief This Method drives the Translation Stage (for the
// LS) one time over the shearcell setup and measures the
// heightprofile. The HeightProfile is then saved to a file
// TS must be at the starting point for HeightProfile
// Measurements.
void measureHeightProfile (bricks::TranslationStage& TS,
    lasersensor::LaserSensor& LS, std::string infoname)
{
    std::cout << "#_Measure_Height_Profile" << std::endl;

    // With TS2Laser.setup(3000, 20000,20000, 4); 70000 steps
    // correspond to a length of 4.4cm, which fits the
    // large cell nicely
    int32_t numberOfSteps = -70000;

    double mpperstep = 0.0000625;
    std::map<int32_t, double> heightProfile;

    TS.drive(numberOfSteps);
    int32_t pos = 0;
    double height = 0;
    while(!TS.hasReachedTargetPosition())
    {
        usleep(2000);
        pos = TS.getPosition();
        height = LS.getHeight();
        heightProfile[pos] = height;
    }
    usleep(100000); // wait some time until the translation
    // stage drives back
    std::cout << "Writing_HeightProfile_File,_driving_back_
    Stage" << std::endl;

    TS.drive(-numberOfSteps);
    std::string t_strFileName = "heightProfile_" + infoname +
        ".dat";
    std::ofstream outfile(t_strFileName.c_str());
    outfile << "#_Height_Profile_file_created_on_" <<
        GetCurrentDateTime() << std::endl;
    outfile << "#_steps_driven:" << numberOfSteps << std::
        endl;
    outfile << "#steps_per_mm:" << numberOfSteps << std::endl
        ;
    outfile << "#_1_Position_(steps)_#_2_Position(mm)_#_3_
        Height(mm)" << std::endl;
    std::map<int32_t, double>::const_iterator cit;
    for(cit = heightProfile.begin(); cit != heightProfile.end
        (); ++cit)
    {
        double posInmm = mpperstep * (*cit).first;
        double height = ((*cit).second);
        if(height != le6)
            outfile << (*cit).first << "_" << posInmm << "
                " << (*cit).second << "_" << lasersensor::
                LaserSensor::convertHeightToMilliMeter((*
                cit).second) << std::endl;
        else
            outfile << posInmm << " " << "NaN" << std::endl
                ;
    }
    outfile.close();

    // wait, until TranslationStage is back in its original
    // place
    while(!TS.hasReachedTargetPosition())
        TS.getPosition();
    return;
}

// This method does a single shear cycle forward and backward
// and measures the force.
// The Shearcell Translation Stage must be at the starting
// position at the beginning.
void doShearCycle(bricks::TranslationStage& TS1Shearer, nilib
    ::DualChannelContinuous& ni, std::string infostring)
{
    int32_t shearsteps = -10000; // this corresponds to
    // 1.225 cm which is fine for the large cell
    double measuretime = 60.0; // this is the time in
    // seconds a measurement will take
    std::map<unsigned int, std::vector<float64> > dataForward;
    std::map<unsigned int, std::vector<float64> > dataBackward
        ;

    // shear forward
    std::cout << "#shear_forward" << std::endl;
    TS1Shearer.drive(shearsteps);
    dataForward = ni.measure(measuretime);
    while(!TS1Shearer.hasReachedTargetPosition())
        TS1Shearer.getPosition();

    // shear backward
    std::cout << "#shear_backward" << std::endl;
    TS1Shearer.drive(-shearsteps);
    dataBackward = ni.measure(measuretime);
    while(!TS1Shearer.hasReachedTargetPosition())
    {
        TS1Shearer.getPosition();
    }

    // analyze and save data
    analysis::Filter filter2;
    filter2.setCutoff(0.03);
    filter2.setResonance(0.0);

    analysis::Filter filter1;
    filter1.setCutoff(0.5);
    filter1.setResonance(0.0);

    {
        std::cout << "Writing_forward_File" << std::endl;
        std::string t_strFileName = "stepper_forward_" +
            infostring + ".dat";
        std::ofstream outfile(t_strFileName.c_str());
        outfile << "#_Measurement_file_created_on_" <<
            GetCurrentDateTime() << std::endl;
        outfile << "#_" << infostring << "_forward_" << std::
            endl;
        outfile << "#_shearsteps:" << shearsteps << std::endl
            ;
        outfile << "#_samplerate:" << ni.getSampleRate() <<
            std::endl;
        outfile << "#_measure_time:" << measuretime << std::
            endl;
        outfile << "#_filter2(strain)_Parameters:_Cutoff=" <<
            0.03 << "_resonance=" << 0.0 << std::endl;
        outfile << "#_1_Channel1_(Volt)_#_2_Channel2_(Volt)_#
            _3_ch1_filtered_#_4_ch2_filtered_" << std::endl;

        for(unsigned int i=0; i!= dataForward[0].size(); ++i)
        {
            float64 chan2 = (dataForward[1].at(i));
            double filtered1 = filter1.process(0);
            double filtered2 = filter2.process(chan2);
            outfile << 0 << "\t" << chan2 << "\t" << filtered1
                << "\t" << filtered2 << std::endl;
        }
        outfile.close();
    }
}
```

```

std::cout << "Writing_backward_File" << std::endl;
std::string t_strFileName = "stepper_backward_" +
    infostring + ".dat";
std::ofstream outfile(t_strFileName.c_str());
outfile << "#_Measurement_file_created_on_" <<
    GetCurrentDateTime() << std::endl;
outfile << "#_" << infostring << "_backward" <<
    GetCurrentDateTime() << std::endl;
outfile << "#_shearsteps:" << shearsteps << std::endl;
;
outfile << "#_samplerate:" << ni.getSampleRate() << "
    1/s" << std::endl;
outfile << "#_measure_time:" << measuretime << std:::
    endl;
outfile << "#_filter2(strain)_Parameters:_Cutoff=_ " <<
    0.03 << "_resonance=" << 0.0 << std::endl;
outfile << "#_1_Channel_(Volt)_#_2_Channel_(Volt)_#
    _3_ch1_filtered_#_4_ch2_filtered_" << std::endl;
for(unsigned int i = 0; i != dataBackward[0].size(); ++i
)
{
    float64 chan2 = (dataBackward[1].at(i));
    double filtered1 = filter1.process(0);
    double filtered2 = filter2.process(chan2);
    outfile << 0 << "\t" << chan2 << "\t" << filtered1
        << "\t" << filtered2 << std::endl;
}
outfile.close();
}
}

int main(int argc, char **argv)
{
    std::cout << "#_start_program" << std::endl;
    lasersensor::LaserSensor LS;

    std::string channel = "Dev1/ai0,Dev1/ai2";
    nilib::DualChannelContinuous ni(channel.c_str());

    bricks::TranslationStage TS1Shearer("6CrqDG");
    TS1Shearer.setup(250, 10000, 10000, 2);

    bricks::TranslationStage TS2Laser("6DAWwf");
    TS2Laser.setup(3500, 20000,20000, 4);

    std::cout << "#_start_measurement" << std::endl;

    int numberOfMaxShearCycles = 10;
    std::string basicName = "reference_water1";
    std::string infostring;
    for (int shearCycleNumber= 0; shearCycleNumber <
        numberOfMaxShearCycles;)
    {
        infostring = basicName + "_cycle" + NumberToString (
            shearCycleNumber);
        measureHeightProfile(TS2Laser, LS, infostring);
        int numberOfCyclesbetweenHeightMeasurements = 1;

        // quasi-logarithmic scaling for height measurement
        intervals
        if(shearCycleNumber > 4)
            numberOfCyclesbetweenHeightMeasurements = 2;
        if(shearCycleNumber > 9)
            numberOfCyclesbetweenHeightMeasurements = 3;
        if(shearCycleNumber > 15)
            numberOfCyclesbetweenHeightMeasurements = 5;
        if(shearCycleNumber > 25)
            numberOfCyclesbetweenHeightMeasurements = 10;
        if(shearCycleNumber > 50)
            numberOfCyclesbetweenHeightMeasurements = 15;
        if(shearCycleNumber > 100)
            numberOfCyclesbetweenHeightMeasurements = 25;

        for(int i = 0 ; i !=
            numberOfCyclesbetweenHeightMeasurements; ++i)
        {
            if(shearCycleNumber >= numberOfMaxShearCycles)
                break;
            shearCycleNumber++;
            infostring = basicName + "_cycle" +
                NumberToString (shearCycleNumber);
            std::cout << "#Doing_Shearcycle_" <<
                shearCycleNumber << std::endl;

            doShearCycle(TS1Shearer, ni, infostring);
        }

        std::cout << "#_end_measurement" << std::endl;
        exit(EXIT_SUCCESS);
    }
}

```

Literaturverzeichnis

- [AE84] F. Aurenhammer and H. Edelsbrunner. An optimal algorithm for constructing the weighted voronoi diagram in the plane. *Pattern Recognition*, 17(2):251 – 257, 1984.
- [Ale99] S. Alesker. *Geometriae Dedicata*, 74(3):241–248, 1999.
- [BDH96] C. Barber, D. Dobkin, and H. Huhdanpaa. The quickhull algorithm for convex hulls. *ACM Transactions on Mathematical Software*, 22(4):469–483, Dec 1996.
- [Ber64] J. Bernal. The bakerian lecture, 1962. the structure of liquids. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences*, 280(1382):pp. 299–322, 1964.
- [BF67] J. Bernal and J. Finney. Random close-packed hard-sphere model. ii. geometry of random packing of hard spheres. *Discussions of the Faraday Society*, 43:62, 1967.
- [BM60] J. Bernal and J. Mason. Packing of spheres: Co-ordination of randomly packed spheres. *Nature*, 188(4754):910–911, Dec 1960.
- [BMB⁺13] A. Baule, R. Mari, L. Bo, L. Portal, and H. Makse. Mean-field theory of random close packings of axisymmetric particles. *Nature Communications*, 4, Jul 2013.
- [BSM12] I. Bronstein, K. Semendjajew, and G. Musiol. *Taschenbuch der Mathematik*. Harri, 2012.
- [BT06] J Boissonat and M. Teillaud. *Effective Computational Geometry for Curves and Surfaces (Mathematics and Visualization)*. Springer, 2006.
- [Buz10] Thorsten M. Buzug. *Computed Tomography: From Photon Statistics to Modern Cone-Beam CT*. Springer, 2010.
- [DC10] G. Delaney and P. Cleary. The packing properties of superellipsoids. *EPL (Europhysics Letters)*, 89(3):34002, Feb 2010.
- [DCS⁺04] A. Donev, I. Cisse, D. Sachs, E. Variano, F. Stillinger, R. Connelly, S. Torquato, and P. Chaikin. Improving the density of jammed disordered packings using ellipsoids. *Science*, 303(5660):990–993, 2004.
- [DDMA10] G. Delaney, T. Di Matteo, and T. Aste. Combining tomographic imaging and dem simulations to investigate the structure of experimental sphere packings. *Soft Matter*, 6(13):2992, 2010.
- [fhg15] Fraunhofer ist – reibung und verschleiß testen <http://tinyurl.com/p9xm6ow>, 2015.
- [FMM10] G. Farrell, K. Martini, and N. Menon. Loose packings of frictional spheres. *Soft Matter*, 6(13):2925, 2010.
- [fri15] Kontaktmechanik und reibungsphysik prof. popov vorlesung 9, https://www.reibungsphysik.tu-berlin.de/menue/studium_und_lehre/wise_201314/kontaktmechanik_und_reibungsphysik/, 2015.
- [Fuc98] T. Fuchs. Strahlaufhärtungskorrekturen in der computer-tomographie. *Unveröffent-*

lichte Dissertation, Uni Erlangen, 1998.

- [GSM⁺03] D. Goldman, M. Shattuck, S. Moon, J. Swift, and H. Swinney. Lattice dynamics and melting of a nonequilibrium pattern. *Phys. Rev. Lett.*, 90:104302, Mar 2003.
- [Hal05] T. Hales. A proof of the kepler conjecture. *Annals of Mathematics*, 162(3):1065, 2005.
- [HK76] J. Hoshen and R. Kopelman. Percolation and cluster distribution. i. cluster multiple labeling technique and critical concentration algorithm. *Phys. Rev. B*, 14(8):3438–3445, Oct 1976.
- [hoe15] <http://www.hoefer-und-sohn.de/>, 2015.
- [HW04] H. Hinrichsen and E. Wolf. *The Physics Of Granular Media*, volume 1. 2004.
- [ISS12] ISSACS. <http://isaacs.sourceforge.net/manual/>, 2012.
- [kar15] karambola. <http://theorie1.physik.uni-erlangen.de/research/karambola/>, 2015.
- [KMMST12] S. Kapfer, W. Mickel, K. Mecke, and G. Schröder-Turk. Jammed spheres: Minkowski tensors reveal onset of local crystallinity. *Phys. Rev. E*, 85(3), Mar 2012.
- [LMOT99] V. Luchnikov, N. Medvedev, L. Oger, and J. Troadec. Voronoi-delaunay analysis of voids in systems of nonspherical particles. *Phys. Rev. E*, 59(6):7205–7212, Jun 1999.
- [LN98] A. Liu and S. Nagel. Jamming is not just cool any more. *Nature*, 396(6706):21–22, Nov 1998.
- [mab15] <http://tinyurl.com/terlux>, 2015.
- [Mak13] H. Makse. Software and data: Research on hard sphere packings, 2013.
- [Mec00] K. Mecke. Additivity, convexity, and beyond: Applications of minkowski functionals in statistical physics. *Lecture Notes in Physics*, page 111–184, 2000.
- [Med94] N. Medvedev. *Doklady Academ. Nauk.*, 337:767, 1994.
- [MKGM13] W. Mickel, S. Kapfer, Schröder-Turk G., and K. Mecke. Shortcomings of the bond orientational order parameters for the analysis of disordered particulate matter. *The Journal of Chemical Physics*, 138(4):044501, 2013.
- [OBSC00] Atsuyuki Okabe, Barry Boots, Kokichi Sugihara, and Sung Nok Chiu. *Spatial Tessellations: Concepts and Applications of Voronoi Diagrams*. Wiley, 2000.
- [Ots79] Otsu. A threshold selection method from gray-level histograms. *IEEE Transactions on Systems, Man, and Cybernetics*, 9(1):62–66, 1979.
- [ots15] http://en.wikipedia.org/wiki/Otsu%27s_method, 2015.
- [Our72] Our Molecular Physics Correspondent. What is Random Packing? *Nature*, 239(5374):488–489, Oct 1972.
- [pc15] What is the pair correlation function $g(r)$, <http://www.physics.emory.edu/faculty/weeks//idl/gofr.html>, 2015.
- [PSOL06] N. Pohlman, B. Severson, J. Ottino, and R. Lueptow. Surface roughness effects in granular matter: Influence on angle of repose and the absence of segregation. *Phys. Rev. E*, 73(3), Mar 2006.
- [PTVF07] William H. Press, Saul A. Teukolsky, William T. Vetterling, and Brian P. Flanne-

ry. *Numerical Recipes 3rd Edition: The Art of Scientific Computing*. Cambridge University Press, 2007.

- [Rad86] J. Radon. On the determination of functions from their integral values along certain manifolds. *IEEE Trans. Med. Imaging*, 5(4):170–176, Dec 1986.
- [Rag92] I. Ragnemalm. Fast erosion and dilation by contour processing and thresholding of distance maps. *Pattern Recognition Letters*, 13(3):161 – 166, 1992.
- [Ric44] O. Rice. On the statistical mechanics of liquids, and the gas of hard elastic spheres. *The Journal of Chemical Physics*, 12(1):1, 1944.
- [RRBD05] Ph. Ribi re, P. Richard, D. Bideau, and R. Delannay. Experimental compaction of anisotropic granular media. *The European Physical Journal E*, 16(4):415–420, Mar 2005.
- [RRP⁺07] Ph. Ribi re, P. Richard, P. Philippe, D. Bideau, and R. Delannay. On the existence of stationary states during granular compaction. *The European Physical Journal E*, 22(3):249–253, Mar 2007.
- [Rut62] R. Rutgers. Packing of spheres. *Nature*, 193(4814):465–466, Feb 1962.
- [Sch12] F. Schaller. *The Structure of Random Ellipsoid Packings*. PhD thesis, Friedrich-Alexander-Universit t Erlangen, 2012.
- [Sch14] M. Schr ter. Statistical mechanics of static granular media. *Unver ffentlichte Habilitationsschrift Uni G ttingen*, 2014.
- [SEG⁺02] L. Silbert, D. Ertas, G. Grest, T. Halsey, and D. Levine. Geometry of frictionless and frictional sphere packings. *Phys. Rev. E*, 65(3), Feb 2002.
- [Sil10] L. Silbert. Jamming of frictional spheres and random loose packing. *Soft Matter*, 6(13):2918, 2010.
- [SK69] G. Scott and D. Kilgour. The density of random close packing of spheres. *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 2(6):863–866, Jun 1969.
- [SKE⁺13] F. Schaller, S. Kapfer, M. Evans, M. Hoffmann, T. Aste, M. Saadatfar, K. Mecke, G. Delaney, and G. Schr der-Turk. Set voronoi diagrams of 3d assemblies of aspherical particles. *Philosophical Magazine*, 93(31-33):3993–4017, Sep 2013.
- [SKH⁺14] F. Schaller, S. Kapfer, J. Hilton, P. Cleary, K. Mecke, and C. DeMichele. The non-universal voronoi diagram of random ellipsoid packings. *unpublished*, 2014.
- [SNR83] P. Steinhardt, D. Nelson, and M. Ronchetti. Bond-orientational order in liquids and glasses. *Phys. Rev. B*, 28(2):784–805, Jul 1983.
- [SNS⁺13a] F. Schaller, M. Neudecker, M. Saadatfar, G. Delaney, K. Mecke, G. Schr der-Turk, and M. Schr ter. Tomographic analysis of jammed ellipsoid packings. *AIP Conference Proceedings*, 2013.
- [SNS⁺13b] F. Schaller, M. Neudecker, M. Saadatfar, G. Delaney, G. Schr der-Turk, and M. Schr ter. Local origin of global contact numbers in frictional ellipsoid packings, arxiv:1312.1327, 2013.
- [sph15a] <http://www.spherotech.net/en/>, 2015.
- [sph15b] http://www.spherotech.net/img/downloads/de_iso_5401.pdf, 2015.
- [SSDG02] F. Starr, S. Sastry, J. Douglas, and S. Glotzer. What do we learn from the local

geometry of glass-forming liquids? *Phys. Rev. Lett.*, 89:125501, Aug 2002.

- [STMK⁺11] G. Schröder-Turk, W. Mickel, S. Kapfer, M. Klatt, F. Schaller, M. Hoffmann, N. Kleppmann, P. Armstrong, A. Inayat, D. Hug, and et al. Minkowski tensor shape analysis of cellular, granular and porous structures. *Advanced Materials*, 23(22-23):2535–2553, Jun 2011.
- [STMK⁺13] G. Schröder-Turk, W. Mickel, S. Kapfer, F. Schaller, B. Breidenbach, D. Hug, and K. Mecke. Minkowski tensors of anisotropic spatial structure. *New Journal of Physics*, 15(8):083028, Aug 2013.
- [STMS⁺10] G. Schröder-Turk, W. Mickel, M. Schröter, G. Delaney, M. Saadatfar, T. Senden, K. Mecke, and T. Aste. Disordered spherical bead packs are anisotropic. *EPL (Europhysics Letters)*, 90(3):34001, May 2010.
- [SWM08] Ch. Song, P. Wang, and H. Makse. A phase diagram for jammed matter. *Nature*, 453(7195):629–632, May 2008.
- [tik15] <http://www.tinkerforge.com/en>, 2015.
- [TM15] Paul A. Tipler and Gene Mosca. *Physik: für Wissenschaftler und Ingenieure (German Edition)*. Springer Spektrum, 2015.
- [TNS15] N. Thyagu, M. Neudecker, and M. Schröter. Local analysis of the history dependence in tetrahedra packings. *unpublished*, 2015.
- [TS10] S. Torquato and F. Stillinger. Jammed hard-particle packings: From kepler to bernal and beyond. *Rev. Mod. Phys.*, 82(3):2633–2672, Sep 2010.
- [UAB⁺11] S. Utermann, Ph. Aurin, M. Benderoth, C. Fischer, and M. Schröter. Tailoring the frictional properties of granular media. *Phys. Rev. E*, 84(3), Sep 2011.
- [Utt12] S. Utermann. *Friction and diffusive light transport in a granular medium*. PhD thesis, Georg-August-Universität Göttingen, 2012.
- [vH07] M. van Hecke. Materials science: Shape matters. *Science*, 317(5834):49–50, Jul 2007.
- [vH09] M. van Hecke. Jamming of soft particles: geometry, mechanics, scaling and isostaticity. *J. Phys.: Condens. Matter*, 22(3):033101, Dec 2009.
- [vZKG⁺04] J. van Zon, J. Kreft, D. Goldman, D. Miracle, J. Swift, and H. Swinney. Crucial role of sidewalls in velocity distributions in quasi-two-dimensional granular gases. *Phys. Rev. E*, 70(4), Oct 2004.
- [WA08] Denis Weaire and Tomaso Aste. *The Pursuit of Perfect Packing, Second Edition*. CRC Press, 2008.
- [wik15] <http://commons.wikimedia.org>, 2015.
- [WK15] T. Williams and C. Kelley. gnuplot version 4.6 patchlevel 0 <http://www.gnuplot.info>, 2015.
- [Zac32] W. Zachariasen. The atomic arrangement in glass. *Journal of the American Chemical Society*, 54(10):3841–3851, 1932.

Erklärung

Hiermit versichere ich, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt habe, dass alle Stellen der Arbeit, die wörtlich oder sinngemäß aus anderen Quellen übernommen wurden, als solche kenntlich gemacht sind und dass die Arbeit in gleicher oder ähnlicher Form noch keiner Prüfungsbehörde vorgelegt wurde.

Erlangen, den 3. März 2015

Simon Weis

Danksagungen

Die Danksagung einer Masterarbeit ist für den wissenschaftlichen Teil unerheblich, vermittelt jedoch anschaulich, in welchem sozialen Umfeld die Arbeit stattgefunden hat. Die Bedeutung dieses Abschnitts für mich ist umso größer, da ich diese Arbeit als „Kind zweier Eltern (Institute)“ in gleich zwei sehr angenehmen Arbeitsgruppen und zusammen mit tollen Menschen durchführen durfte.



Abbildung A.1.: Eindrücke der Jam-Packed Konferenz im September 2014.

In diesem Sinne möchte ich mich hiermit bei den Menschen bedanken, ohne die diese Arbeit nicht – oder zumindest nicht in dieser Form – möglich gewesen wäre. Mein Dank gilt ...

- Zunächst den besten Betreuern (Abbildung A.1), die man für eine Masterarbeit haben kann.
 - Gerd, der mich durch seine Vorlesungen über Computerphysik und besonders durch das Seminar zu granulare Materie für diese Arbeit an der Theo 1 begeistern konnte. Er hat damit den Grundstein dieser Arbeit gelegt und sie somit überhaupt erst ermöglicht. Danke für die dauerhafte positive Motivation, das Interesse sowie die große Freiheit, die ich genießen durfte!
 - Matthias, der diese Arbeit großartig, hingebungsvoll und mit herzensguten Worten und immer einer offenen Tür co-betreut hat. Danke für Ruhe und Gelassenheit sowie für alle Diskussionen zu fachlichen und fachfremden Themen!
 - Fabian, der mich in Göttingen eingeführt hat und sicherlich den direktesten Teil der Betreuung übernommen hat. Danke für die unzähligen Ratschläge, Erläuterungen, Korrekturen und Tipps, die direkt und remote um die halbe Welt gegeben wurden. Und Danke für die Freizeitempfehlungen in Göttingen!
- meiner Familie, allen voran Werner für die durchgehend moralische Unterstützung, das Finden von sprachlichen oder logischen Problemen und die zahlreichen Anrufe. Ebenso geht mein Dank an das Stiefmonster Biggi und Ingrid.
- Allen Personen an der Theorie 1 und am Max Planck Institut für Dynamik und Selbstorganisation, für Kuchen und (Meta)^N-Diskussionen und besonders für die freundliche Aufnahme gleich in zwei Gruppen. Zu erwähnen sind hier besonders die Admins, ohne deren dauerhaftes

Engagement diese Arbeit bereits auf einem maschinellen Level gestrauchelt wäre, und die Sekreteriate, die die bürokratischen Aspekte auf ein Minimum beschränkt haben.

- Caroline für Tee, Nudeln mit Pesto und Gedanken. Danke auch für die umfassende kulturelle Betreuung mit Musik, Gedichten, Filmen, Literatur und Theater!
- Johannes, der mit seinen Ratschlägen und Beratung zur Gestaltung und zu allen T_EXnischen und typographischen Aspekten diese Arbeit nicht nur optisch geprägt hat.
- der Heerschar an fleissigen Omas und Opas, die durch ihre zahlreichen Tests und der daraus resultierenden konstruktive Kritik diese Arbeit bereichert haben. Danke hier besonders Andre, Fabian, Johannes, Julian, Sebastian E., Sebastian K., Sebastian M., Steffi und Werner.
- all den wunderbaren Menschen, die ich hier nicht namentlich nennen kann, die aber bewusst oder unbewusst zum Werdegang dieser Arbeit beigetragen haben.