

**Entmischung von kornähnlichen Epoxydharz-Markern in Weizen**  
**– Einfluss von Fördertechnik und Silolagerung –**

Dissertation  
zur Erlangung des Doktorgrades  
der Fakultät für Agrarwissenschaften  
der Georg-August-Universität Göttingen

vorgelegt von  
**Ulrich Steinmeier**  
geboren in Braunschweig

Göttingen, im Mai 2011

D 7

1. Referent: Prof. Dr. W. Lücke

2. Korreferent: Prof. Dr. E. Pawelzik

Tag der mündlichen Prüfung: 12. Mai 2011

## **Inhaltsverzeichnis**

<b>1</b>	<b>EINLEITUNG UND PROBLEMSTELLUNG</b>	<b>1</b>
1.1	Rückverfolgbarkeit von Getreide	1
1.2	Markierung von Getreide	2
1.3	Einsatz der Epoxydharz-Marker in Weizen	3
<b>2</b>	<b>MATERIAL UND METHODEN</b>	<b>8</b>
2.1	<b>Versuchsmaterial Weizen</b>	<b>8</b>
2.1.1	Weizen-Kennzeichnung	10
2.1.2	Vergleich der gekennzeichneten Weizenvarianten	12
2.2	<b>Versuchsmaterial Epoxydharz-Marker</b>	<b>16</b>
2.3	<b>Vergleich von Epoxydharz-Markern und Weizen</b>	<b>19</b>
2.3.1	Hele-Shaw-Zelle	20
2.3.2	Schwingungserreger	21
2.3.3	CT-Bilder des Schwingungserregerversuchs	24
2.3.4	Datenanalyse Schwingungserreger	27
2.4	<b>Einfluss von Fördertechnik und Silolagerung</b>	<b>29</b>
2.4.1	Getreideförderanlagen	30
2.4.2	Versuchssilo	35
2.4.3	Probenanalyse der Förder- und Siloversuche	39
2.4.4	Datenanalyse der Förder- und Siloversuche	43
<b>3</b>	<b>ERGEBNISSE</b>	<b>51</b>

---

<b>3.1</b>	<b>Ruhewinkel der Weizenvarianten.....</b>	<b>51</b>
<b>3.2</b>	<b>Fließfunktionen der Weizenvarianten.....</b>	<b>51</b>
<b>3.3</b>	<b>Vergleich von Epoxydharz-Markern und Weizen.....</b>	<b>52</b>
3.3.1	Ruhewinkel von Weizen und Epoxydharz-Markern.....	53
3.3.2	Räumliche Verteilung der Epoxydharz-Marker in Weizen.....	54
<b>3.4</b>	<b>Einfluss von Fördertechnik und Silolagerung.....</b>	<b>64</b>
3.4.1	Güte der Markierung nach pneumatischer Förderung.....	64
3.4.2	Güte der Markierung nach mechanischer Förderung.....	66
3.4.3	Vergleich der beiden Fördertechniken.....	69
3.4.4	Güte der Markierung nach Siloentleerung.....	70
3.4.5	Qualität der Probenanalyse.....	79
<b>4</b>	<b>DISKUSSION.....</b>	<b>83</b>
<b>4.1</b>	<b>Methoden zur Kennzeichnung des Weizens.....</b>	<b>83</b>
<b>4.2</b>	<b>Eigenschaften Epoxydharz-Marker.....</b>	<b>85</b>
<b>4.3</b>	<b>Eignung der Epoxydharz-Marker zur Rückverfolgung.....</b>	<b>88</b>
<b>5</b>	<b>ZUSAMMENFASSUNG.....</b>	<b>95</b>
<b>6</b>	<b>LITERATURVERZEICHNIS.....</b>	<b>96</b>

## Abbildungsverzeichnis

Abb. 1:	Ringscherzelle Bauart Schulze (nach Schulze 2006 [54]).....	14
Abb. 2:	Beispielhaft die vier Fließsorte des gefärbten Winterweizens bei den Normalspannungsniveaus 5.000, 7.500, 10.000 und 15.000 Pa .....	15
Abb. 3:	Konstruktionszeichnung der Marker (nach Beplate-Haarstrich 2008 [3], geändert; alle Maße in mm) .....	18
Abb. 4:	Marker mit und ohne Symbol im Vergleich zu Weizenkörnern .....	19
Abb. 5:	Hele-Shaw-Zelle Bauart Agrartechnik gefüllt mit 300 g unbehandeltem Weizen .....	21
Abb. 6:	LDS-Shaker mit aufgeschraubtem Versuchsbehälter .....	23
Abb. 7:	Versuchsbehälter zwischen Detektor (links) und Röntgenröhre (rechts) des Nanotoms .....	25
Abb. 8:	Pneumatische Förderstrecke (Saugförderanlage) zur Untersuchung des Entmischungsverhaltens der Epoxydharz-Marker (nach Neumann 2009 [45], geändert) .....	31
Abb. 9:	Mechanische Förderstrecke (Becherelevator) zur Untersuchung des Entmischungsverhaltens der Epoxydharz-Marker (nach Neumann 2009 [45], geändert) .....	34
Abb. 10:	Versuchssilo zur Untersuchung des Entmischungsverhaltens der Epoxydharz-Marker nach der Entleerung (Der Trichterwinkel des Silos kann verändert werden. Für die beschriebenen Versuche wurde ausschließlich der 70° Winkel zur Vertikalen genutzt.) .....	37
Abb. 11:	Großer Riffelteiler Bauart Agrartechnik (B), kleiner Riffelteiler (A), Stabmagnet (C) und Kunststoffbox (D).....	40
Abb. 12:	Fließfunktionen von gefärbtem Weizen, ungefärbtem Weizen und zinkbeschichtetem Weizen .....	52

- Abb. 13: Lage der Marker vor dem Schüttelversuch im mit Weizen gefüllten Behälter (In die Abb. sind die Daten von vier CT-Aufnahmen eingeflossen.).....54
- Abb. 14: Lage der Marker nach dem Schüttelversuch im mit Weizen gefüllten Behälter (In die Abb. sind die Daten von 36 CT-Aufnahmen eingeflossen.).....55
- Abb. 15: Verteilung der Werte für die z-Koordinate (Distanz über Behälterboden) der Marker im Weizen als Box-Plot (Minimum, 25 %, 50 %, und 75 % Quantil sowie Maximum) dargestellt. Signifikanzbuchstaben beziehen sich auf die winkeltransformierten Werte. Verschiedene Buchstaben kennzeichnen signifikant unterschiedliche Mittelwerte der Gruppe vor und nach dem Schüttelversuch ( $P < 0,05$ , einfaktorielle ANOVA). .....56
- Abb. 16: Verteilung der Werte für die z-Koordinate (Distanz über Behälterboden) der Marker im Weizen als Box-Plot (Minimum, 25 %, 50 %, und 75 % Quantil sowie Maximum) dargestellt. Signifikanzbuchstaben beziehen sich auf die winkeltransformierten Werte. Verschiedene Buchstaben kennzeichnen signifikant unterschiedliche Mittelwerte der drei Frequenz-Gruppen ( $P < 0,05$ , Scheffé).....57
- Abb. 17: Verteilung der Werte für die z-Koordinate (Distanz über Behälterboden) der Marker im Weizen als Box-Plot (Minimum, 25 %, 50 %, und 75 % Quantil sowie Maximum) dargestellt. Signifikanzbuchstaben beziehen sich auf die winkeltransformierten Werte. Verschiedene Buchstaben kennzeichnen signifikant unterschiedliche Mittelwerte der drei Marker-Gruppen ( $P < 0,05$ , Scheffé).....58
- Abb. 18: Verteilung der Werte für die Distanz zur zentralen Achse des Behälters der Marker im Weizen, dargestellt als Box-Plot (Minimum, 25 %, 50 %, und 75 % Quantil sowie

	Maximum). Verschiedene Buchstaben kennzeichnen signifikant unterschiedliche Mittelwerte der Gruppe vor und nach dem Schüttelversuch ( $P < 0,05$ , U-Test nach Mann & Whitney).....	59
Abb. 19:	Verteilung der Werte für die Distanz zur zentralen Achse des Behälters der Marker im Weizen, dargestellt als Box-Plot (Minimum, 25 %, 50 %, und 75 % Quantil sowie Maximum). Verschiedene Buchstaben kennzeichnen signifikant unterschiedliche Mittelwerte der drei Frequenz-Gruppen ( $P < 0,05$ , U-Test nach Mann & Whitney).....	60
Abb. 20:	Verteilung der Werte für die Distanz zur zentralen Achse des Behälters der Marker im Weizen, dargestellt als Box-Plot (Minimum, 25 %, 50 %, und 75 % Quantil sowie Maximum). Verschiedene Buchstaben kennzeichnen signifikant unterschiedliche Mittelwerte der drei Marker-Gruppen ( $P < 0,05$ , U-Test nach Mann & Whitney).....	61
Abb. 21:	Ablagerung der Marker 1,0 mm im Weizen am Behälterrand (CT-Bild Nr. 16 der zweiten Wiederholung bei einer Schüttelfrequenz von 20 Hz) .....	62
Abb. 22:	Lage der Marker 1,0 mm im Weizen in der Mitte des Behälters (CT-Bild Nr. 300 der zweiten Wiederholung bei einer Schüttelfrequenz von 20 Hz) .....	62
Abb. 23:	Beziehung zwischen dem durch die Anzahl an Markern errechneten und dem durch Stichproben geschätzten Anteil gefärbten Weizens in den einzelnen Proben nach Förderung mit der Saugförderanlage .....	66
Abb. 24:	Beziehung zwischen dem durch die Anzahl an Markern errechneten und dem durch Stichproben geschätzten Anteil gefärbten Weizens in den einzelnen Proben nach Förderung mit dem Becherelevator .....	69

Abb. 25:	Vergleich von Becherelevator und der Saugförderanlage anhand der mittleren Anteile des gefärbten Weizens in den Proben. Verschiedene Buchstaben kennzeichnen signifikant unterschiedliche Mittelwerte ( $P < 0,05$ , Scheffé).....	70
Abb. 26:	Beziehung zwischen der durch Markeranzahl errechneten und der geschätzten Masse an ungefärbtem Weizen in den Siloproben mit 1 Marker/kg (gestrichelte Linie = Winkelhalbierende).....	72
Abb. 27:	Durchschnittliche Abweichung (Absolutwert) der Marker-Masse von der Stichproben-Masse der Siloversuche mit einem Marker je Kilogramm Weizen, gegenübergestellt der durchschnittlichen Masse des ungefärbten Weizens und der durchschnittlichen Gesamtmasse je Probe. ....	73
Abb. 28:	Beziehung zwischen der durch Markeranzahl errechneten und der geschätzten Masse an ungefärbtem Weizen in den Siloproben mit 10 Markern/kg (gestrichelte Linie = Winkelhalbierende).....	75
Abb. 29:	Durchschnittliche Abweichung (Absolutwert) der Marker-Masse von der Stichproben-Masse der Siloversuche mit 10 Markern je Kilogramm Weizen, gegenübergestellt der durchschnittlichen Masse des ungefärbten Weizens und der durchschnittlichen Gesamtmasse je Probe. ....	76
Abb. 30:	Beziehung zwischen der durch Markeranzahl errechneten und der geschätzten Masse an ungefärbtem Weizen in den Siloproben mit 50 Markern/kg (gestrichelte Linie = Winkelhalbierende).....	78
Abb. 31:	Durchschnittliche Abweichung (Absolutwert) der Marker-Masse von der Stichproben-Masse der Siloversuche mit 50 Markern je Kilogramm Weizen, gegenübergestellt der durchschnittlichen Masse des ungefärbten Weizens und der durchschnittlichen Gesamtmasse je Probe. ....	79



---

Abb. 32: Kalibrationsfunktion für die Methode zur Ermittlung der  
Mischverhältnisse.....82

## Tabellenverzeichnis

Tab. 1:	Siebanalyse der gereinigten Winterweizencharge Sorte <i>Kranich</i> .....	9
Tab. 2:	Durchschnittliche Abmessungen von 100 Weizenkörnern der Sorte <i>Kranich</i> (Mittelwert und Standardabweichung), gegenübergestellt den Angaben aus der Literatur (Tscheuschner 1996 [68], Kruse et al. 2008 [32], Nelson 2001 [44]).....	9
Tab. 3:	Tausendkorngewicht (TKG), spezifische Dichte und Feuchtegehalt der Sorte <i>Kranich</i> , gegenübergestellt Angaben aus der Literatur (Kruse et al. 2008 [31], Nelson 2001 [44]).....	10
Tab. 4:	Tausendkorngewicht (TKG), spezifische Dichte und Feuchtegehalt der zwei Weizenvarianten .....	12
Tab. 5:	Tausendkorngewicht (TKG) und spezifische Dichte der beiden Marker-Typen .....	19
Tab. 6:	Entscheidungsmatrix zum Status Weizenkörner und Marker in einer Versuchsprobe (in Anlehnung an Immich (1974) [25] und Runkler (2010) [51]).....	44
Tab. 7:	Ruhewinkel der Weizenvarianten gemessen in einer Hele-Shaw-Zelle.....	51
Tab. 8:	Ruhewinkel des ungefärbten Weizens im Vergleich zu dem Marker mit 1,5 mm Stahlkugel gemessen in einer Hele-Shaw-Zelle.....	54
Tab. 9:	Anzahl der Marker in allen Schüttelversuchen mit Weizen je Frequenz. Aufgeteilt nach Gesamtzahl der Marker, erwartete Anzahl Marker bei gleichmäßiger Verteilung im Behälter, die tatsächliche Anzahl der am Rand liegenden Marker und deren prozentualer Anteil an der Gesamtzahl.....	63

Tab. 10:	Anzahl der Marker in allen Schüttelversuchen mit Weizen je Marker-Typ. Aufgeteilt nach Gesamtzahl der Marker, erwartete Anzahl Marker bei gleichmäßiger Verteilung im Behälter, die tatsächliche Anzahl der am Rand liegenden Marker und deren prozentualer Anteil an der Gesamtzahl. ....	64
Tab. 11:	Ergebnisse zum Status von gefärbtem Weizen und Markern in den Proben der pneumatischen Förderversuche (Korrektklassifikationsrate = 1, Falschklassifikationsrate = 0; 50 Marker/kg Weizen) .....	65
Tab. 12:	Ergebnisse zum Status von ungefärbtem Weizen und Markern in den Proben der pneumatischen Förderversuche (Korrektklassifikationsrate = 1, Falschklassifikationsrate = 0; 50 Marker/kg Weizen) .....	65
Tab. 13:	Ergebnisse zum Status von gefärbtem Weizen und Markern in den Proben der Förderversuche mit dem Becherelevator (Korrektklassifikationsrate = 1, Falschklassifikationsrate = 0; 50 Marker/kg Weizen) .....	67
Tab. 14:	Ergebnisse zum Status von ungefärbtem Weizen und Markern in den Proben der Förderversuche mit dem Becherelevator (Korrektklassifikationsrate = 1, Falschklassifikationsrate = 0; 50 Marker/kg Weizen) .....	68
Tab. 15:	Ergebnisse zum Status von ungefärbtem Weizen und Markern in den Proben der Siloversuche (Korrektklassifikationsrate = 0,83, Falschklassifikationsrate = 0,17; 1 Marker/ kg Weizen) .....	71
Tab. 16:	Ergebnisse zum Status von ungefärbtem Weizen und Markern in den Proben der Siloversuche (Korrektklassifikationsrate = 0,94, Falschklassifikationsrate = 0,06; 10 Marker/ kg Weizen) .....	74
Tab. 17:	Ergebnisse zum Status von ungefärbtem Weizen und Markern in den Proben der Siloversuche	

---

	(Korrektklassifikationsrate = 0,94, Falschklassifikationsrate = 0,06; 50 Marker/ kg Weizen) .....	77
Tab. 18:	Daten zur Bewertung der Methode zur Ermittlung der Mischverhältnisse als Zehnfachbestimmung ausgeführt.....	80
Tab. 19:	Daten für die Erstellung der Kalibrationsfunktion .....	81

## Symbol- und Abkürzungsverzeichnis

Abb.	Abbildung
$F_A$	Ausgleichskraft
$F_N$	Normalkraft
$F_1$	Kraft 1, die bei der Drehung des Bodenrings durch das Ringschergerät gemessen wird.
$F_2$	Kraft 2, die bei der Drehung des Bodenrings durch das Ringschergerät gemessen wird.
FC	siehe $\sigma_c$
FFC	siehe $ff_c$
$ff_c$	Fließfaktor
Kap.	Kapitel
$ m $	Durchschnittlicher Absolutwert der Abweichung von Marker-Masse und Stichproben-Masse
$n$	Probenanzahl
$P$	Signifikanzwert
$R^2$	Bestimmtheitsmaß
$S$	Statistische Sicherheit
S.	Seitenzahl
SIGMA 1	siehe $\sigma_1$
Tab.	Tabelle
TAU	Schubspannung $\tau$
$M_{0,5}$	50 %-Quantil (Median)

---

$Q_{0,25}$	25 %-Quantil (unteres Quantil)
$Q_{0,75}$	75 %-Quantil (oberes Quantil)
$x_i$	Masse des ungefärbten Weizens geschätzt auf Grundlage der Probenanalyse (Stichproben-Masse)
$y_i$	Masse des ungefärbten Weizens errechnet auf Grundlage der Markeranzahl in einer Probe (Marker-Masse)
$\alpha$	Signifikanzniveau
$\sigma_c$	Druckfestigkeit
$\sigma_1$	Verfestigungsspannung
$\Delta\bar{x}_{(n)}$	Vertrauensbereich einer $n$ -fachen Messwertbestimmung
$\omega$	Winkelgeschwindigkeit
...	Keine Eintragung

# 1 Einleitung und Problemstellung

## 1.1 Rückverfolgbarkeit von Getreide

Mit der EU-Basisverordnung 178/2002 schreibt der EU-Gesetzgeber die Rückverfolgbarkeit für Lebensmittel vor [2]. Seit dem 01.01.2005 muss jeder Lebensmittelunternehmer durch geeignete Systeme und Verfahren sicherstellen, dass ein Lebensmittel durch alle Produktions-, Verarbeitungs- und Vertriebsstufen zu verfolgen ist [7, 20]. Allerdings ist es dafür ausreichend, den unmittelbaren Vorlieferanten und den unmittelbaren Abnehmer von Lebensmitteln zu dokumentieren. Eine lückenlose Rückverfolgbarkeit wird durch die Verordnung nicht verlangt [20, 37].

Der Zweck der Rückverfolgbarkeit von Lebensmitteln ist in Zusammenhang mit dem Produktrückruf das schnelle und vollständige Entfernen eines gesundheitsschädlichen Produktes vom Markt [20]. Bei gesundheitsschädlichen Lebensmitteln können z.B. die Grenzwerte für Schadstoff- oder Mykotoxingehalte überschritten sein [18, 58].

Die Forderung der EU-Basisverordnung wird im Allgemeinen durch geeignete Warenwirtschaftssysteme und sorgfältige Aufbewahrung der relevanten Unterlagen (z. B. Liefer-, Bestell- und Auftragscheine) gewährleistet. Bei Bedarf sind diese Informationen den zuständigen Behörden zur Verfügung zu stellen [17, 20, 40, 67].

Darüber hinaus werden als zusätzliche Absicherung und als Beweis bei evtl. Beanstandungen Rückstellmuster von Lebensmittelchargen archiviert. Gerade im Bereich von Rohwaren, die als Schüttgut gehandhabt werden, bietet sich dieses Vorgehen an [20, 71].

Getreide ist eine solche Rohware. Es wird von der Ernte bis zur Verarbeitung zu Mehl oder Futter zum größten Teil lose transportiert. Auf diese Weise erfolgt, auf den unterschiedlichen Stufen der Warenkette, immer wieder eine Vermischung unterschiedlicher Chargen. Diese ist mit den gegenwärtig eingesetzten Systemen und Verfahren schwer zu quantifizieren [20].

So führt die Vermischung von Getreidechargen dazu, dass es deutlich erschwert wird, die Herkunft aller Rohwaren für ein verarbeitetes Produkt nachzuvollziehen. Abhängig von der Anzahl der Akteure in der Warenkette kann so die Rückverfolgung erheblich verzögert werden [17]. Dies führt bei Rückruf einer gesundheitsschädlichen Ware unter Umständen zu mehr Verunsicherung bei den Verbrauchern [9, 14].

Dem kann durch eine bessere Vernetzung und standardisiertem Informationsaustausch der Akteure entgegengewirkt werden [17]. Auch moderne analytische Verfahren, wie die Isotopenanalyse, helfen Herkünfte von Rohwaren wie Getreide schneller zu ermitteln [29, 50].

Der grundsätzlichen Problematik der Vermischung unterschiedlicher Getreidechargen, und damit dem Verlust an Information, können die genannten Verbesserungen aber nicht viel entgegensetzen.

## **1.2 Markierung von Getreide**

Eine direkte Markierung des Getreides, also die aktive Verknüpfung von Information und Ware, kann helfen, die Warenkette transparenter zu gestalten. Bei Stückgut ist dies z. B. durch Barcodes und Radiofrequenzidentifikations-Etiketten (RFID) leicht zu realisieren [15, 30].

Da Getreide meist als Schüttgut gehandelt und transportiert wird, ist hier eine andere Art der Informationsverknüpfung notwendig. Es ist beispielsweise möglich, das Getreide mit einem Isotopenmarker auf Wasserbasis zu besprühen und damit direkt zu markieren [66]. Das Verfahren ist bei der wiederkehrenden Vermischung von vielen unterschiedlichen Getreidechargen aber nicht anzuwenden. Durch die wiederkehrende Vermischung verändert sich das Isotopenverhältnis unkalkulierbar, und die Analytik liefert nicht die richtigen Herkunftsangaben [36].

Ein anderer Ansatz ist es, dem Getreide Informationsträger in kornähnlicher Form zuzufügen [3, 22, 23, 65]. Anders als bei der Markierung eines



Stückgutes besteht keine feste Verbindung von dem Informationsträger zu der Getreidecharge. Um eine Getreidecharge im Getreide-Warenstrom markieren zu können, muss der Informationsträger dem Getreidekorn sehr ähnlich sein. Identische Partikel innerhalb eines bewegten Schüttgutes neigen zu weniger Entmischung [10, 24, 27, 46, 54]. Als Entmischung ist eine Trennung von zwei Partikelkomponenten innerhalb eines bewegten Schüttgutes zu verstehen [54].

Könnte dieser Informationsträger, im Folgenden Marker genannt, zum Verbessern von Systemen zur Rückverfolgbarkeit von Getreide eingesetzt werden, so ergäbe sich daraus ein entscheidender Vorteil. Ein solches Verfahren würde schon bei der Ernte ansetzen. Während des Mähdruschs könnten die Marker in das Getreide eingespeist werden und dort bis zur Verarbeitung verbleiben [3]. Um die Information zur Herkunft der Getreidechargen auf dem Marker zu speichern, bieten sich RFID-Transponder an. Diese sind mittlerweile kleiner als ein Getreidekorn und könnten in einem Marker aus Epoxydharz vergossen werden [3, 61, 64]. Sind die Marker entsprechend präpariert, kann vor der Verarbeitung eine Aussortierung mit einem sehr sensitiven Metalldetektor erfolgen [60].

### **1.3 Einsatz der Epoxydharz-Marker in Weizen**

Wie oben angesprochen ist es wichtig, dass der hinzugefügte Marker sich nicht entmischt und dadurch in räumlicher Nähe zur markierten Getreidecharge bleibt [3].

Aus diesem Hintergrund ist es anzustreben, die Marker dem Getreide in seinen Eigenschaften weitgehend anzupassen [3]. Dann scheint eine Kennzeichnung einzelner Getreidechargen innerhalb einer mehrere Chargen umfassenden Getreidemenge möglich [3, 62].

Da Weizen weltweit unter den Getreidearten einen Spitzenwert hinsichtlich Erntemenge und Anbaufläche einnimmt, soll dieses Getreide Gegenstand der Untersuchungen dieser Arbeit sein [31, 70].

Der für die Versuche eingesetzte Epoxydharz-Marker Bauart Beplate-Haarstrich ist, was die physikalischen Eigenschaften des Einzelpartikels angeht, an ein Weizenkorn angepasst [3]. Wie sich der Marker im Partikelkollektiv, also als Schüttgut verhält, ist nicht detailliert untersucht. Im Zusammenhang mit der Rückverfolgung ist es interessant, ob auch die Schüttguteigenschaften des Markers denen des Weizens entsprechen.

Bevor in dieser Arbeit die Eignung des Markers für die Rückverfolgung von unterschiedlichen Chargen Weizen überprüft wurde, wurden die Marker und der Versuchsweizen getrennt voneinander auf ihre Schüttguteigenschaften untersucht.

Dafür ist zunächst eine sehr einfache Methode verwendet worden. Es handelt sich dabei um die Bestimmung des Ruhewinkels in einer Hele-Shaw-Zelle. In einer Hele-Shaw-Zelle kann ein Schüttgut in einem quasi zwei-dimensionalen Zustand untersucht werden [10, 19, 35, 38]. Das Schüttgut, hier die Marker oder der in den Versuchen verwendete Weizen, wird dazu an einem zentralen Punkt zwischen zwei eng aneinander stehende Platten gegeben. Je nach Fließeigenschaft des Schüttgutes bildet sich ein steiler oder flacher Ruhewinkel zwischen den Platten [35]. Dieser dient zum Vergleich der Marker und des Weizens.

Um Marker und Versuchsweizen in einem Partikelkollektiv eingehender zu testen, ist eine weitere Methode angewendet worden, das vertikale Schütteln. Diese Methode wird gezielt zur Erforschung von Partikelkollektiven (Granularer Materie) eingesetzt [24, 28, 53]. Mit einem Schwingungserreger ist eine definierte Anzahl Marker oder speziell gekennzeichnete Weizenkörner in einem Behälter mit Versuchsweizen vertikal geschüttelt worden. Nach den Schüttelversuchen ist jeweils die Lage der Marker im Behälter mit denen der speziell gekennzeichneten Weizenkörner verglichen worden. Die Lagebestimmung erfolgte für das Partikelkollektiv zerstörungsfrei in einem Computertomographen [53]. Die Marker waren auf Grund einer im Inneren des Markers eingebrachten Stahlkugel gut von dem Versuchsweizen auf den computertomographischen Aufnahmen zu

unterscheiden. Um auch die Lage einzelner Weizenkörner nach dem Schütteln bestimmen zu können, wurden diese speziell mit einer Zinkbeschichtung versehen.

Nach dem Vergleich der Schüttguteigenschaften von Markern und Versuchsweizen ist die Güte der Markierung von unterschiedlichen Weizenchargen durch die Marker untersucht worden.

Das Schüttgut Getreide wird von der Ernte bis zur Verarbeitung häufig bewegt und zwischengelagert. Dies wird mit unterschiedlichen Förder- und Lagertechniken bewältigt [31, 69]. Die dadurch hervorgerufene Vermischung von unterschiedlichen Weizenchargen stellt die bestehenden Rückverfolgungssysteme vor große Herausforderungen [43, 57].

Ob eine direkte Markierung mit dem Epoxydharz-Marker diese Vermischung aufdecken kann, wird in dieser Arbeit exemplarisch untersucht. Dazu wurden praxisübliche Förderanlagen aus der Gruppe der pneumatischen und der mechanischen Förderung für die Versuche ausgewählt. Zur Überprüfung der Einflüsse der Lagerung wurde ein Kernflusssilo genutzt. Gerade bei Silos mit Kernfluss ist eine starke Vermischung unterschiedlicher Weizenchargen während des Schüttgutabzugs (Entleerung) zu erwarten [43, 57, 69].

Es sind bei den Förder- und Siloversuchen immer zwei unterschiedliche Weizenchargen eingesetzt worden. Um die Vermischung der Chargen kenntlich zu machen, ist eine der Weizencharge mit Lebensmittelfarbe gekennzeichnet worden. Diese Methode der Einfärbung von Partikeln findet sich auch in der Literatur zu Versuchen mit Partikelkollektiven, dort häufig als granulare Materie bezeichnet [39, 45, 72].

Nach pneumatischer oder mechanischer Förderung sowie dem Entleeren des Silos sind die abgenommenen Teilproben auf ihre Zusammensetzung untersucht worden. So konnte festgestellt werden in welchem Umfang sich die Komponenten über die Teilproben ent- oder vermischt haben und eine Aussage zur Güte der Markierung abgeleitet werden. Auch die

Probenanalyse selbst ist in dieser Arbeit hinsichtlich ihrer Qualität mit einer gängigen Methode untersucht worden [11].

Es galt nicht nur herauszufinden, ob eine qualitative Bestimmung der Vermischung der Chargen durch die hinzugefügten Marker möglich ist. Es wurde auch überprüft, ob eine quantitative Ermittlung der Vermischung mit Hilfe der Marker zu realisieren ist. Dazu sind unterschiedliche Verfahren zur Datenanalyse angewendet worden.

Wie oben angesprochen führen abweichende Eigenschaften von Partikeln im Schüttgut zur Entmischung [46, 54]. Um die Auswirkungen der Kennzeichnung des Weizens im Hinblick auf veränderte Schüttguteigenschaften festzustellen, ist dies überprüft worden. Verändern sich durch die Methoden zur Kennzeichnung die Schüttguteigenschaften des Weizens, so ist dies bei der Interpretation nachfolgender Versuche zu berücksichtigen.

Für eine erste Einordnung hat sich auch hier die Hele-Shaw-Zelle angeboten. Es ist der Ruhewinkel für unbehandelten, mit Lebensmittelfarbe gefärbtem und den zinkbeschichteten Weizen bestimmt worden.

Ein Vergleich der drei Weizenvarianten in einem Schüttelversuch und anschließender Auswertung mit dem Computertomographen war mit dem gefärbten Weizen nicht durchführbar. Die Lebensmittelfarbe auf dem Weizen hat zu keiner Veränderung in den Absorptionseigenschaften der Röntgenstrahlen geführt. Ungefärbter Weizen und gefärbter Weizen hätten sich nicht auf den computertomographischen Aufnahmen voneinander abgegrenzt.

Stattdessen ist ein Vergleich der Schüttguteigenschaften auf Grundlage von Messungen mit einem Ringschergerät durchgeführt worden. Die Methode der Schergerätemessung ist im Bereich der Schüttguttechnik etabliert und für einen Vergleich von unterschiedlichen Schüttgütern geeignet [4, 26, 54, 62]. Bei einem Scherversuch werden die Partikel innerhalb eines Schüttgutes gegeneinander bewegt und die dafür notwendige Kraft gemessen.

Die bisherigen Erläuterungen lassen sich zu vier Forschungsfragen zusammenfassen. Diese sind der Gliederung der Arbeit entsprechend angeordnet:

1. Haben das Beschichten mit Zink und das Einfärben des Weizens Auswirkungen auf die Versuchsergebnisse?
2. Wie gut ist der Marker dem Versuchswitzen in seinen Schüttguteigenschaften angepasst?
3. Ist es möglich, die Vermischung von zwei Weizenchargen qualitativ zu beurteilen?
4. Für die Verbesserung der Rückverfolgbarkeit wäre es auch von Nutzen, zu wissen, zu welchen Anteilen eine einzelne Getreidecharge in einer Gesamtmasse vorliegt. Damit ist die letzte Frage: Ist es möglich, die Vermischung von zwei Getreidechargen quantitativ zu beurteilen?

## 2 Material und Methoden

### 2.1 Versuchsmaterial Weizen

Für den experimentellen Teil der Arbeit wurde stets Weizen der gleichen Charge verwendet. Bei der verwendeten Sorte Weichweizen (*Triticum aestivum* L.) handelt es sich um *Kranich* aus dem Züchterhaus Lantmänner SW Seed (Ernte 2009). Die Sorte wurde mit Hilfe einer Sortenechtheitsbestimmung durch Elektrophorese der Samenproteine ermittelt. Die Analyse hat die LUFA Nord-West: Institut der Landwirtschaftskammer Niedersachsen, Oldenburg, durchgeführt [34].

Vor der Verwendung wurde der Weizen, insgesamt 2.280 kg, bei der Raiffeisen Handelsgesellschaft mbH in Rosdorf gereinigt. Die Reinigung erfolgte mit einer Siebmaschine der Firma Petkus aus Wutha-Farnroda (Typbezeichnung war nicht vorhanden). Diese war mit einem Langlochobersieb, das eine Lochweite von 3,75 mm hatte, und einem Langlochuntersieb, das eine Lochweite von 2,5 mm hatte, sowie einer Staubabsaugung ausgestattet. Im Anschluss ist die Weizencharge über einen 2 m langen Zellenausleser (Trieur) gefördert worden.

Die Ausgangsmenge hat sich um 180 kg verringert, so dass für die Versuche 2.100 kg zur Verfügung standen. Die Schüttdichte der Weizencharge betrug nach der Reinigung  $0,78 \text{ g/cm}^3$ .

Mit der Reinigung stand eine staubarme und um Kleinkorn reduzierte Weizencharge für die Versuche zur Verfügung.

Aus Tab. 1 sind die Massenanteile in den einzelnen Korngrößenintervallen der Siebanalyse ersichtlich.

**Tab. 1: Siebanalyse der gereinigten Winterweizencharge Sorte *Kranich***

Siebmaschenweite (in mm)	Masse auf Sieb (in g)	Masse auf Sieb (in %)
1,00	0,00	0,00
1,40	0,10	0,12
2,00	0,20	0,25
2,50	0,70	0,86
2,80	20,80	25,55
3,15	59,60	73,22
4,00	0,00	0,00

Als weitere Eigenschaften der Weizencharge wurden die Abmessungen einer Stichprobe (n=100) von dem Versuchswitzen *Kranich* festgehalten (Dicke, Breite und Länge). In Tab. 2 sind diese Abmessungen denen der Literatur gegenübergestellt. Im Vergleich zu den Literaturangaben sind die Abmessungen des Versuchswitzens im oberen Bereich der angegebenen Spannen einzuordnen.

**Tab. 2: Durchschnittliche Abmessungen von 100 Weizenkörnern der Sorte *Kranich* (Mittelwert und Standardabweichung), gegenübergestellt den Angaben aus der Literatur (Tscheuschner 1996 [68], Kruse et al. 2008 [32], Nelson 2001 [44])**

	<b>Weizen <i>Kranich</i></b>	Tscheuschner	Kruse et al.	Nelson
Dicke (in mm)	<b>3,11 ± 0,22</b>	1,50...3,80	2,40...3,20	2,40...2,90
Breite (in mm)	<b>3,60 ± 0,31</b>	1,60...4,00	2,80...3,60	2,60...3,40
Länge (in mm)	<b>6,51 ± 0,35</b>	4,20...8,60	5,50...6,50	5,60...6,40

Auch das Tausendkorngewicht (TKG), die spezifische Dichte und der Feuchtegehalt sind von dem Versuchswitzen ermittelt worden. Der Tab. 3 sind die Angaben zu entnehmen. Dort sind auch Literaturangaben zu den Werten TKG und spezifische Dichte angegeben. Das TKG des Versuchswitzens liegt im Vergleich zu der Literaturangabe im unteren Bereich der Spanne. Eine Literaturquelle gibt für die spezifische Dichte keine Spanne an, sondern einen festen Wert. Dem kommt der Versuchswitzen sehr nahe. Die zweite Literaturquelle gibt eine Spanne für die Dichte an, bei

der der Versuchsweizen im oberen Bereich anzuordnen ist.

**Tab. 3: Tausendkorngewicht (TKG), spezifische Dichte und Feuchtegehalt der Sorte Kranich, gegenübergestellt Angaben aus der Literatur (Kruse et al. 2008 [31], Nelson 2001 [44])**

		<b>Weizen <i>Kranich</i></b>	Kruse et al.	Nelson
TKG	(in g)	<b>42,78</b>	40,00...50,00	...
spez. Dichte	(in g/cm <sup>3</sup> )	<b>1,415</b>	1,42	1,35...1,41
Feuchtegehalt	(in %)	<b>13,3</b>	...	...

### 2.1.1 Weizen-Kennzeichnung

Aus zwei Gründen mussten an dem Versuchsweizen Veränderungen der Eigenschaften vorgenommen werden. Erstens, um im Schüttelversuch Marker und Weizen vergleichen zu können, und zweitens, um die zwei Weizenchargen für die Förder- und Siloversuche voneinander unterscheiden zu können.

Für den Schüttelversuch wurden Marker zusammen mit Weizen in einen Behälter gegeben und definiert geschüttelt. Nach dem Schütteln erfolgte die Lagebestimmung der Marker mit einem Computertomographen. Damit Abweichungen hinsichtlich der Verteilung der Marker gegenüber den Weizenkörnern in dem Behälter festzustellen waren, musste eine Kontrollgruppe untersucht werden. In die Kontrollgruppe wurden statt der Marker zinkbeschichte Weizenkörner zu den normalen Weizenkörnern gegeben. Durch die Beschichtung mit Zink absorbierten die behandelten Weizenkörner mehr Röntgenstrahlen als die unbehandelten Weizenkörner und waren so als helle Punkte auf den Aufnahmen des Computertomographen gut zu erkennen.

Die Beschichtung der Weizenkörner mit Zink erfolgte mit einem handelsüblichen Zinkspray (Art.-No. 11000400) der Firma Weicon aus Münster. Dazu wurden rund 100 g Weizenkörner in eine saubere Kiste aus



Wellpappe gelegt und aus ca. 20 cm besprüht. Für eine gleichmäßige Verteilung der Zinkbeschichtung wurden die Körner nach dem ersten Sprühvorgang und einer Trocknungsphase gedreht und nochmals besprüht.

Für die Förder- und Siloversuche war es wichtig, die beiden eingesetzten Weizenchargen voneinander abzugrenzen. Zur Unterscheidung der beiden in den jeweiligen Versuchen verwendeten Weizenchargen wurde eine Charge mit roter Lebensmittelfarbe eingefärbt. Um die Anteile der jeweiligen Weizencharge nach den Versuchen ermitteln zu können, wurden die Weizenkörner einer Versuchsprobe nach Farbe getrennt. Die zwei Fraktionen an Weizenkörnern konnten dann unabhängig voneinander gewogen oder gezählt werden.

Für die Einfärbung des Weizens hat sich rote Lebensmittelfarbe der Firma Wusita, Sitzendorf (Cochenillerot A, E 124), bewährt. Ein halber Liter der Farbe wurde mit 10 kg Weizen zusammen in einen Trommelmischer gegeben und 10 min lang gemischt. Auf diese Weise konnte eine gleichmäßige Verteilung der Farbe auf den Weizenkörnern erreicht werden. Nach dem Mischen trocknete der gefärbte Weizen 24 Stunden lang bei Raumtemperatur.

Für die beiden Weizenvarianten sind das TKG, die Dichte und der Feuchtegehalt aus Tab. 3 ersichtlich. Bei dem TKG und der Dichte gibt es kleine Abweichungen zwischen den Weizenvarianten. Im Vergleich dazu weichen die Weizenvarianten hinsichtlich ihres Feuchtegehalts deutlich voneinander ab.

**Tab. 4: Tausendkorngewicht (TKG), spezifische Dichte und Feuchtegehalt der zwei Weizenvarianten**

		Weizen gefärbt	Weizen zinkbeschichtet
TKG	(in g)	42,95	43,59
spez. Dichte	(in g/cm <sup>3</sup> )	1,412	1,481
Feuchtegehalt	(in %)	15,2	11,1

### 2.1.2 Vergleich der gekennzeichneten Weizenvarianten

Aus den Erläuterungen des Kap. 2.1.1 wird deutlich, dass durch die Kennzeichnung des Weizens mit Zink und Lebensmittelfarbe Veränderungen der Eigenschaften auftreten (TKG, Dichte und Feuchtigkeiten). Es stellt sich die Frage, ob diese Veränderungen, bezogen auf die Entmischungseigenschaften, messbar und unter Umständen bei der Bewertung späterer Ergebnisse zu berücksichtigen sind. Wie in Kapitel 1.3 angesprochen, sind gleiche Eigenschaften anzustreben, wenn die Entmischung von Partikeln gering bleiben soll. Gerade Dichteunterschiede spielen in Verbindung mit Entmischungsmechanismen eine bedeutende Rolle.

Ob bedeutsame Veränderungen der Eigenschaften durch die Kennzeichnung aufgetreten sind, soll mit Hilfe zweier Messmethoden überprüft werden. Zur Kontrolle wird neben den beiden Weizenvarianten auch immer der unbehandelte Weizen untersucht.

Mit der ersten Methode wird der Ruhewinkel in einer so genannten Hele-Shaw-Zelle ermittelt. Diese Methode wird in der Physik für verschiedene Fragestellungen zu dem Thema granulare Materie angewendet [10, 19, 35, 37].

Die Hele-Shaw-Zelle ist eine Box, bei der Vor- und Rückwand sehr dicht beieinander liegen. Die Seitenwände sind dementsprechend sehr schmal. Am Rand einer dieser Seitenwände wird das Untersuchungsgut, zwischen

die Vorder- und Rückwand zentriert, in die Hele-Shaw-Zelle gegeben. Zu Anfang treffen die Partikel des Untersuchungsgutes, hier die unterschiedlichen Weizenvarianten, direkt auf den Boden der Hele-Shaw-Zelle. Mit zunehmender Einfüllmenge ist der Boden schnell bedeckt, und die Begrenzung durch drei Wände führt dazu, dass die Weizenkörner nur in eine Richtung ausweichen können. Und zwar in Richtung der zweiten Seitenwand.

Je nach Fließeigenschaft der Weizenkörner entsteht ein steiler oder flacher Ruhewinkel. Der Ruhewinkel wird nach Beendigung des Einfüllvorgangs abgenommen. Es ist der Winkel gemessen vom Boden der Hele-Shaw-Zelle bis zur Böschungskante. Auf diese Weise ist eine quasi-zweidimensionale Bewertung der Weizenvarianten möglich. Ein steiler Ruhewinkel steht für schlechte Fließeigenschaften, und ein flacher Ruhewinkel steht für gute Fließeigenschaften.

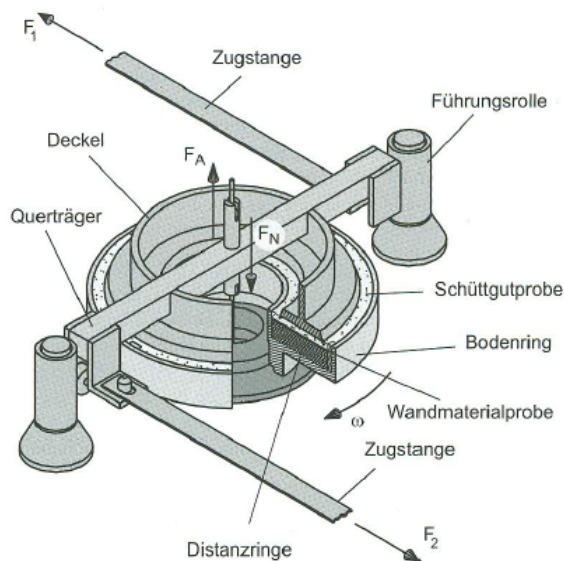
Die hier verwendete Hele-Shaw-Zelle ist in Anlehnung an Makse et al. [38] gebaut und verwendet worden. Da die Hele-Shaw-Zelle auch zum Vergleich von Markern und Weizen verwendet wurde, ist der Aufbau in Kap. 2.3.1 genau beschrieben.

Die zweite Überprüfung der Weizenvarianten hinsichtlich ihrer Eigenschaften erfolgt mit einem Ringschergerät. Mit einem Ringschergerät lässt sich die Kraft messen, die benötigt wird, um Partikel horizontal in einem Schüttgut gegeneinander zu bewegen. Diese Hauptvorgänge, die bei der Messprozedur durchgeführt werden, nennen sich An- und Abscheren [54]. Aus den Messungen lassen sich Fließfunktionen ableiten, an Hand derer die Weizenvarianten miteinander verglichen werden können [54].

Die Messungen haben am Institut für Partikeltechnik (iPAT) der Universität Carolo-Wilhelmina zu Braunschweig stattgefunden. Es ist das Ringschergerät RST-01.pc der Firma Dr.-Ing. Dietmar Schulze aus Wolfenbüttel verwendet worden.

Der schematische Aufbau der Scherzelle des Ringschergeräts ist in Abb. 1 zu sehen. Im Bodenring befindet sich die Schüttgutprobe, auf der der Deckel mit dem Querträger aufliegt. Durch einen am Deckel befestigten Hänger wird eine definierte Kraft  $F_N$  auf das Schüttgut aufgegeben. Durch Drehen des Bodenrings in Richtung  $\omega$  beginnt der Schervorgang. Der aufliegende Deckel ist über die Zugstangen fixiert, mit denen gleichzeitig die Kräfte  $F_1$  und  $F_2$  gemessen werden. Über eine Ausgleichskraft ( $F_A$ ) werden die Einflüsse von Deckel, Hänger und Zugstangen kompensiert.

Die für die Messungen verwendete Scherzelle hatte die Nummer 1 und besaß einen Außendurchmesser von 210 mm. Die Breite des Rings, in dem der Weizen eingebracht wurde, war 50 mm breit.



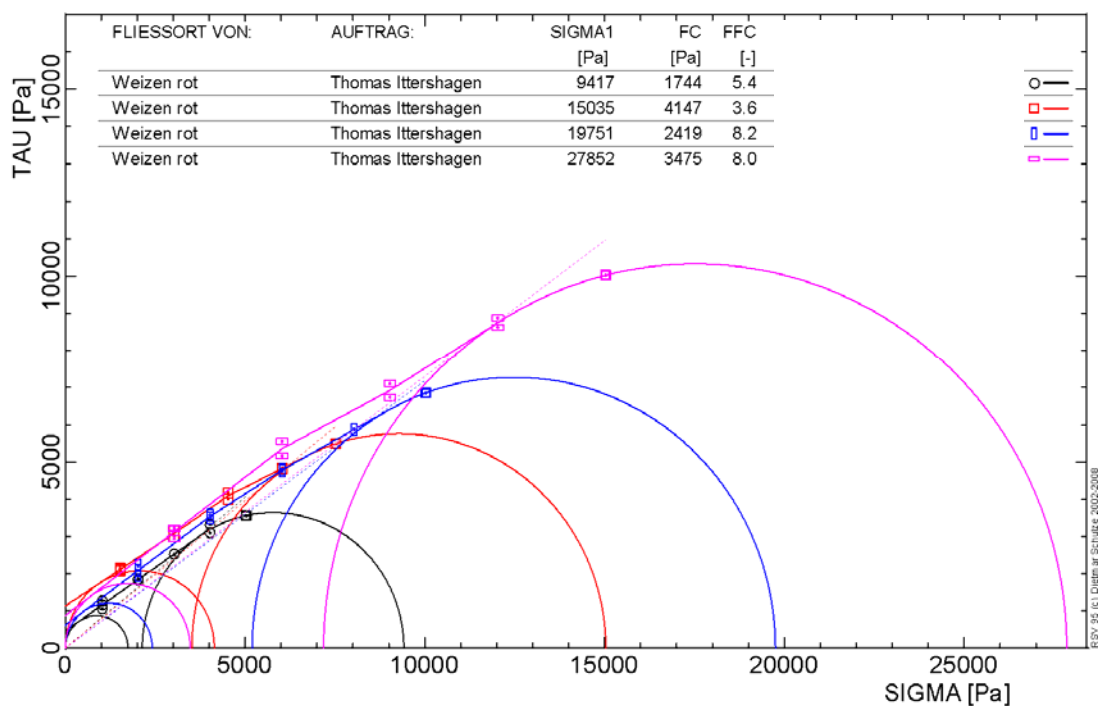
**Abb. 1: Ringscherzelle Bauart Schulze (nach Schulze 2006 [54])**

Die Messprozedur wurde nach Empfehlung von Schulze und dem Skript des iPAT durchgeführt [26, 54].

Vor der Messung mit dem Ringschergerät sind die Normalspannungen festzulegen, mit denen die Schüttgutprobe belastet werden soll. Die Normalspannung ist die Kraft  $F_N$  senkrecht zur Fläche des Scherdeckels.

Für den Vergleich von ähnlichen Stoffen brauchen die Normalspannungen nur grob festgelegt zu werden, da sie meist keinen Einfluss auf die qualitative Aussage haben [54]. In Absprache mit dem iPAT wurden als Spannungsniveaus 5.000, 7.500, 10.000 und 15.000 Pa bestimmt.

Für den gefärbten, den ungefärbten und den zinkbeschichteten Weizen wurden zusammen 12 Versuchsmessungen mit zwei Wiederholungen durchgeführt. Zur Erläuterung der gewonnenen Informationen und der weiteren Auswertung ist das Ergebnis für gefärbten Weizen in Abb. 2 abgetragen. Dort sind die Daten der Messungen für die Normalspannungen von 5.000, 7.500, 10.000 und 15.000 Pa zusammengefasst.



**Abb. 2: Beispielhaft die vier Fließorte des gefärbten Winterweizens bei den Normalspannungsniveaus 5.000, 7.500, 10.000 und 15.000 Pa**

Durch die einzelnen Messungen ergibt sich für jedes Spannungsniveau ein eigener Fließort. Diese sind in Abb. 2 durch verschiedenfarbige Linien, die die Messpunkte verbinden, gekennzeichnet. Die Weizenvarianten werden

über die Fließfunktion in Beziehung gesetzt. Für die Fließfunktion werden die jeweiligen Werte für die Druckfestigkeit  $\sigma_c$  und die Verfestigungsspannung  $\sigma_1$  benötigt. Diese ergeben sich durch die Mohrschen Spannungskreise in der Abb. 2. Die Druckfestigkeit  $\sigma_c$  ist auf den kleineren Spannungskreis, der durch den Ursprung geht und den Fließort tangiert, zurückzuführen. Der größere Spannungskreis stellt die Verfestigungsspannung  $\sigma_1$  dar. Dieser Spannungskreis liegt am Endpunkt des Fließortes (stationäres Fließen) an. Die Verfestigungsspannung  $\sigma_1$  ist der größere Wert, der sich aus den beiden Schnittpunkten des Halbkreises mit der Abszissenachse ergibt. Die einzelnen Werte sind in der darüber liegenden Tabelle der Abb. 2 abzulesen. SIGMA 1 steht für die Verfestigungsspannung  $\sigma_1$  und FC für die Druckfestigkeit  $\sigma_c$ . Die Fließfähigkeit eines Schüttgutes wird über die Abhängigkeit der beiden Größen charakterisiert. Werden die beiden Größen in ein orthogonales Koordinatensystem abgetragen, so ergibt sich für jede Weizenvariante eine Fließfunktion.

Das Verhältnis aus Druckfestigkeit  $\sigma_c$  und Verfestigungsspannung  $\sigma_1$  nennt sich Fließfaktor  $ff_c$  und ist in der Tabelle der Abb. 2 als FFC gekennzeichnet. Nach Schulze [54] wird bei einem Fließfaktor  $ff_c < 1$  ein Schüttgut als „nicht fließend“ eingeordnet. Ist für ein Schüttgut der Fließfaktor  $ff_c > 10$ , so wird dieses nach Schulze [54] als „frei fließend“ bezeichnet.

## 2.2 Versuchsmaterial Epoxydharz-Marker

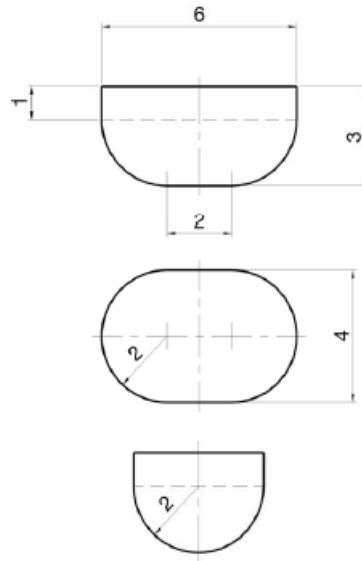
Beplate-Haarstrich (2008) hat acht unterschiedliche Marker (bei Beplate-Haarstrich als Korndummy bezeichnet) getestet [3]. Diese haben sich in ihrer Form und spezifischen Dichte unterschieden. Zwei dieser Marker haben sich durch geringe Entmischung ausgezeichnet. Beide haben sich nur minimal in ihrer Dichte unterschieden, (Dichte Dummytyp 5 = 1,378 g/cm<sup>3</sup> und Dichte Dummytyp 6 = 1,358 g/cm<sup>3</sup>) der Hauptunterschied war die Form. Der

eine Marker (Dummytyp 5) hatte eine glatte Oberfläche (gleich der Abb. 3), und der andere (Dummytyp 6) war in der Mitte des Marker-Körpers eingeschnürt.

Für die Förder- und Siloversuche (Kap. 2.4.1 und 2.4.2) dieser Arbeit ist der Marker mit der glatten Oberfläche verwendet worden (Dummytyp 5, Abb. 3). Dieser Marker ist in seinen Eigenschaften denen des Weizens am ähnlichsten.

Bei den Schüttelversuchen (Kap. 2.3.2) ist ein weiterer Marker-Typ zum Einsatz gekommen, um Auswirkungen einer veränderten Dichte der Marker auf die Verteilung im Behälter zu untersuchen. Der dort verwendete Marker-Typ ist ebenfalls von Beplate-Haarstrich (2008) beschrieben und getestet worden [3]. Es ist ein Marker mit glatter Oberfläche und geringerer spezifischer Dichte (Dichte Dummy 3 =  $1,197 \text{ g/cm}^3$ ).

Die Herstellung der zwei Marker-Typen unterschiedlicher Dichte erfolgte mit Silikonformen der Bauart Beplate-Haarstrich (2008) [3]. Die Form der Marker ist in Abb. 3 dargestellt.



**Abb. 3: Konstruktionszeichnung der Marker (nach Beplate-Haarstrich 2008 [3], geändert; alle Maße in mm)**

Der Silikonkautschuk für die Formenherstellung und das Epoxydharz L, der Härter S und die Farbpaste Smaragdgrün für die Markerherstellung wurden von der Firma R&G, Waldenbuch, beschafft.

Durch einen geschichteten Aufbau der Marker war es möglich, Stahlkugeln in diesen zu verkapseln. Die Stahlkugeln stammen von der Firma Isometall aus Pleidelsheim und hatten einen Durchmesser von 1,0 mm und 1,5 mm. Durch das unterschiedliche Volumen der Stahlkugeln wurde die spezifische Dichte variiert.

Für die Verkapselung der Stahlkugel wird die Einzelform zunächst nur halb mit Epoxydharz gefüllt. Nach einer Trocknungsphase von 45 min erfolgt die Ablage der Stahlkugel in der Mitte der Halbform. Im Anschluss wird die Einzelform bis zum Rand mit Epoxydharz aufgefüllt. Die Aushärtung erfolgt über 12 Stunden bei 45°C im Trockenschrank.

Die Abmessungen der Marker betragen für die Dicke 3 mm, für die Breite 4 mm und für die Länge 6 mm (Abb. 3). Beide Marker-Typen haben diesbezüglich identische Werte. Die Eigenschaften Tausendkorngewicht (TKG) und Dichte sind in Tab. 5 zusammengestellt.



**Tab. 5: Tausendkorngewicht (TKG) und spezifische Dichte der beiden Marker-Typen**

		Marker 1,5 mm Stahlkugel	Marker 1,0 mm Stahlkugel
TKG	(in g)	73,6	64,38
spez. Dichte	(in g/cm <sup>3</sup> )	1,249	1,169

Für die Förderversuche (Kap. 2.4.1) wurde ein Teil der Marker (1,5 mm Stahlkugel) mit Symbolen auf der Außenseite versehen. Die Symbole waren ein Kreuz auf der planen Seite und ein Strich auf der gewölbten Seite der Marker (Abb. 4). Der dafür verwendete Stift war ein wasserfester Stift der Firma edding, Ahrensburg.

Da bei den Förderversuchen von zwei unterschiedlichen Weizenchargen Marker hinzugefügt wurden, mussten sich die Marker visuell unterscheiden lassen. Durch das Auftragen der Symbole konnten die Marker bei der Versuchsauswertung der entsprechenden Weizencharge zugeordnet werden.

**Abb. 4: Marker mit und ohne Symbol im Vergleich zu Weizenkörnern**

### 2.3 Vergleich von Epoxydharz-Markern und Weizen

Nachfolgend werden die zwei Methoden beschrieben, mit denen die Schüttguteigenschaften der Marker mit denen des Versuchweizens verglichen wurden. Unterschiede in den Eigenschaften können zur

Entmischung führen, und damit die Markierung der Weizenchargen und deren Rückverfolgung erschweren.

Zunächst wird die Hele-Shaw-Zelle zur Ermittlung des Ruhewinkels beschrieben und im Anschluss die Schüttelversuche mit dem Schwingerreger. Mit den Schüttelversuchen wird die Lage der Marker, in einem Behälter gefüllt mit Weizen, mit der Lage speziell gekennzeichnete Weizenkörner verglichen.

### **2.3.1 Hele-Shaw-Zelle**

Die Hele-Shaw-Zelle wurde schon in Kap. 2.1.2 angesprochen. Dort wurde beschrieben, wie durch die Ermittlung des Ruhewinkels ein Vergleich der unterschiedlichen Weizenvarianten möglich ist.

Mit dieser Methode ist auch der Marker mit 1,5 mm Stahlkugel mit dem Versuchsweizen an Hand des Ruhewinkels verglichen worden.

Die Bestimmung des Ruhewinkels erfolgte mit einer Hele-Shaw-Zelle, die von der Abteilung Agrartechnik angefertigt wurde (Abb. 5).

Die Innenmaße der Zelle betragen 277 mm in der Höhe, 360 mm in der Breite und 23 mm in der Tiefe. Die zur Verfügung stehende Anzahl an Epoxydharz-Markern hat die eingefüllte Masse des Untersuchungsguts bestimmt. Die Messung des Ruhewinkels erfolgte mit einer Masse von 300 g für die drei Weizenvarianten und einen Marker-Typ.

Von den Markern mit 1,5 mm Stahlkugel standen 300 g für die Bestimmung des Schüttgutwinkels zur Verfügung; mit der zu geringen Anzahl an Markern mit 1,0 mm Stahlkugel ließ sich der Schüttgutwinkel nicht bestimmen.

Die Versuche wurden mit dem unbehandelten Versuchsweizen und den Markern wie in Kap. 2.1.2 beschrieben durchgeführt.



**Abb. 5: Hele-Shaw-Zelle Bauart Agrartechnik gefüllt mit 300 g unbehandeltem Weizen**

Aus Abb. 5 ist zu erkennen wie der Ruhewinkel ermittelt werden kann. Aus zweidimensionaler Sicht stellt der eingefüllte Weizen ein rechtwinkliges Dreieck innerhalb der Hele-Shaw-Zelle dar. Der rechte Winkel wird durch den Boden und die linke Seitenwand bedingt. Die Böschungskante ist dabei die Hypotenuse. Der Ruhewinkel ergibt sich aus der Geraden, repräsentiert durch den Boden der Hele-Shaw-Zelle und der Geraden, repräsentiert aus der Böschungskante des Untersuchungsgutes.

### **2.3.2 Schwingungserreger**

Ziel des vertikalen Schüttelns ist die Untersuchung des Entmischungsverhaltens von den zwei Marker-Typen im Vergleich zu den zinkbeschichteten Weizenkörnern in einem Behälter gefüllt mit unbehandeltem Weizen. Diese Methode lässt einen standardisierten Vergleich des Entmischungsverhaltens der Marker und des Weizens zu.

Zur Bestimmung der Lage der Marker und der zinkbeschichteten Weizenkörner innerhalb des unbehandelten Weizens wurde ein

Computertomograph verwendet. Die Computertomographie hat den Vorteil, dass die Weizenprobe zur Auswertung nicht bewegt werden muss und damit keine externen Einflüsse zu berücksichtigen sind. Es sind zerstörungsfreie Aufnahmen möglich.

Die Markierung der Winterweizenkörner besteht deshalb aus einer Zinkbeschichtung, damit diese sich durch die unterschiedlichen Absorptionseigenschaften der Röntgenstrahlen gegenüber den unbehandelten Weizenkörnern abgrenzen.

Es sind zwei unterschiedliche Korndummy-Typen verwendet worden. Der erste Typ ist jeweils mit einer 1,5 mm und der zweite Typ mit jeweils einer 1,0 mm Stahlkugel versehen. Die Einbettung der Stahlkugel hat zwei Hintergründe. Sie bewirkt zum einen eine Veränderung der Dichteigenschaft des Markers, und zum anderen führt die höhere Absorptionsrate der Röntgenstrahlen dazu, dass die Stahlkugeln auf den CT-Bildern gegenüber dem normalen Weizen gut zu erkennen sind. Die einzelnen Partikel sind im vorstehenden Kap. 2.1.1 und 2.2 detailliert beschrieben.

Die maximale Anzahl der Marker ist durch die Verteilung innerhalb des zylinderförmigen Behälters bestimmt (Abb. 6). Nach dem Start des Schüttelvorgangs sollen die Marker hauptsächlich mit Weizen zusammenstoßen und nicht unter sich.

Die Anzahl der zinkbeschichteten Körner im Behälter muss geringer sein, da die Körner durch die Beschichtung komplett im Computertomogram zu erkennen sind. Liegen zwei beschichtete Körner zusammen, so kann in der späteren Auswertung nicht unterschieden werden, ob ein oder zwei Körner vorliegen.

Die Anzahl der Korndummies kann höher gewählt werden, da nur die Stahlkugeln zu erkennen sind, die innerhalb der Korndummies liegen und in ihren Abmaßen wesentlich kleiner sind.



**Abb. 6: LDS-Shaker mit aufgeschraubtem Versuchsbehälter**

In einem zylinderförmigen Behälter werden für den Versuch nacheinander 42,5 g Winterweizen, 85 Marker oder 20 zinkbeschichtete Körner und nochmals 42,5 g Winterweizen eingefüllt. Die maximale Höhe und Breite der Schüttung ist durch die Bildschirmdiagonale des Detektors im Computertomographen bestimmt (Abb. 7).

Die Innenmaße des Behälters betragen für die Höhe 200 mm und für den Durchmesser 50 mm, die Füllhöhe der Schüttung beträgt rund 50 mm (Abb. 6 und 7.).

Die Marker und die zinkbeschichteten Körner wurden in dem Behälter mittig abgelegt. Der Grund für die mittlere Ablage ist eine schnelle Verteilung der einzelnen Marker nach dem Start des vertikalen Schüttelns über die gesamte Schüttung. So kann die Dauer des Schüttelvorgangs reduziert werden.

Der so gefüllte Behälter wird auf eine vorgefertigte Platte des Schwingerregers der Firma Ling Dynamics Systems (LDS) aus Herfordshire, England, geschraubt (Abb. 6, mit zentraler Verschraubung). Danach werden die gewünschten Parameter (Amplitude und Frequenz) eingestellt.

Das vertikale Schütteln soll zu stark ausgeprägten Partikelbewegungen führen, um die Abweichungen der Verteilungen zwischen den einzelnen Komponenten deutlich zu erkennen. In Vorversuchen wurde dazu nach Einstellungen gesucht, die ausgeprägte Partikelbewegungen zur Folge hatten. Durch schrittweise Veränderung der Parameter Amplitude, Frequenz und Zeit haben sich folgende Einstellungen als günstig erwiesen:

Eine Amplitude von 2,5 mm, die über die Versuche konstant gehalten wird, da bei anderen Amplituden (im Bereich von 1 mm bis 5 mm) weniger Bewegung der Komponenten zu erkennen war.

Als variabler Parameter wurden die Frequenzen 15 Hz, 20 Hz und 30 Hz gewählt, da hier die Partikelbewegung am auffälligsten war. Die Dauer des Schüttelns betrug jeweils 10 Minuten. Nach diesem Zeitraum waren keine großen Veränderungen in der Verteilung der Partikel zu erkennen.

Es sind insgesamt 36 Versuche durchgeführt worden. Diese Zahl kommt durch die Untersuchung von drei verschiedenen Komponenten (zwei unterschiedliche Marker-Typen und die zinkbeschichteten Weizenkörner), drei verschiedenen Frequenzen und jeweils vier Wiederholungen zustande.

### **2.3.3 CT-Bilder des Schwingungserregerversuchs**

Nach dem vertikalen Schütteln kommt der Behälter mit den 85 g Weizen in den Computertomographen zur Bestimmung der Lage der Marker und zinkbeschichteten Körner (Abb. 7).

Der Behälter ist zwischen dem volldigitalen Detektor und der Röntgenröhre positioniert. Nach dem Start der Aufnahme dreht sich der Behälter um seine vertikale Achse. Dadurch ist es möglich, die dabei entstehenden Einzelbilder nach der Aufnahme-prozedur zu einem dreidimensionalen Bild zu verknüpfen.

Bei dem schon im vorherigen Kapitel angesprochenen Computertomographen handelte es sich um ein Gerät der Firma GE Sensing

& Inspection Technologies (phoenix/x-ray) aus Wunstorf mit der Typenbezeichnung Nanotom.



**Abb. 7: Versuchsbehälter zwischen Detektor (links) und Röntgenröhre (rechts) des Nanotoms**

Der mit der Weizenschüttung gefüllte Behälter wurde mit einer Spannung an der Röntgenröhre von 70 kV und einem Widerstand von 90  $\mu$ A durchleuchtet. Bei dieser Einstellung waren die Kontraste der Marker und zinkbeschichteten Körner auf den Bildern am größten.

Die auf diese Weise entstandenen Röntgenbilder wurden mit der geräteeigenen Software zu einer computertomographischen Bildsequenz zusammengefügt. Nach entsprechendem Umrechnen standen rund 500 Bilder zur Verfügung, die einzelne Querschnitte des Behälters abbilden. Das erste Bild des Querschnitts zeigt den Behälterboden, das letzte Bild endet mit dem letzten Korn des Schüttkegels.

Es sind insgesamt 36 Versuche durchgeführt worden, somit liegen ebenso viele Bildsequenzen zur Auswertung vor. Diese Zahl kommt durch die Untersuchung der drei verschiedenen Komponenten, drei verschiedenen Frequenzen und jeweils vier Wiederholungen zustande.

Die Koordinaten der einzelnen 85 bzw. 20 Partikel wurden durch die Software ImageJ mit dem Plugin Object Counter 3D bestimmt.

Für die Auswertung war es ausreichend, nur jedes zweite Bild der rund 500 in die Software zu importieren. Für die Zählung musste ein Grenzwert der Voxel-Information und der zu suchenden Voxel-Anzahl festgelegt werden, so dass nur für Marker oder zinkbeschichtete Körner eine Koordinateninformation ausgegeben wurde.

Die Stahlkugeln der Marker wurden von der Software ohne Schwierigkeiten erkannt. Neben der größeren Dichte des Stahls gegenüber den Weizenkörnern lag dies auch an der Epoxydharzverkapselung. Auf Grund der Verkapselung gab es nie direkten Kontakt zwischen zwei Stahlkugeln.

Anders hat es sich bei den zinkbeschichteten Körnern dargestellt. Die Beschichtung der äußeren Oberfläche der Körner hat zu einer fehlerhaften Auswertung geführt. Wenn zwei Körner in dem Behälter so dicht beieinander lagen, dass sie sich berührten, hat die Software diese als ein Korn identifiziert. In dem Fall wurde eine zu geringe Anzahl an enthaltenen Körnern angegeben, und der Fehler musste manuell korrigiert werden. Dazu wurde die Bildsequenz nach der beschriebenen Konstellation durchsucht, und das Zentrum der einzelnen sich berührenden Körner als Koordinate aufgenommen.

Mit den so gewonnenen Koordinaten für die Marker und zinkbeschichteten Körner konnte die im nächsten Kapitel vorgestellte Auswertung stattfinden.



### 2.3.4 Datenanalyse Schwingungserreger

#### *Distanz zum Behälterboden*

Für eine Beurteilung, ob die drei Marker sich hinsichtlich ihrer Verteilung im verwendeten Behälter unterscheiden, wurde zunächst deren mittlere Entfernung zum Behälterboden verglichen.

Die Auswertung fand mit der Statistiksoftware PASW 18.0 statt. Für den Test auf Normalverteilung war die Shapiro-Wilk-Statistik ausschlaggebend.

Die nicht normalverteilte Variable für die Höhenangabe (z-Koordinate) wurde mit Hilfe einer Relativierung an der mittleren Höhe des Behälterinhalts und einer Winkeltransformation an diese angenähert [16, 33].

Die so transformierten Werte sind dann als abhängige Variable in ein varianzanalytisches Modell (ALM – univariat) mit den zwei festen Faktoren Dichte und Frequenz und der Versuchswiederholung als Zufallsfaktor eingeflossen. Die Daten von allen 36 Versuchen sind für die Auswertung berücksichtigt worden.

Weiterhin wurde für die zwei festen Faktoren Dichte und Frequenz der Post-Hoc-Test Scheffé durchgeführt. Dieser Test gibt erst bei größeren Differenzen der Mittelwerte einen signifikanten Unterschied aus und gilt daher als vergleichsweise konservativ [6]. Das Signifikanzniveau wurde jeweils mit  $\alpha = 0,05$  festgelegt.

#### *Distanz zur zentralen Achse des Behälters*

Als ein weiteres Kriterium für die Bestimmung der Verteilung der jeweiligen Marker im Behälter wurde deren mittlere Distanz zur zentralen Achse des Behälters ermittelt.

Die Distanz ließ sich aus den Koordinaten für den Mittelpunkt des runden Behälters und den individuellen Koordinaten der Marker (x- und y-Koordinaten) durch Anwendung des Satzes des Pythagoras berechnen.

Der Test auf Normalverteilung wurde, wie unter dem Abschnitt Distanz zum Behälterboden beschrieben, durchgeführt.

Auf Grund des Tests auf die Hypothese, die Daten der Variable „Distanz zur zentralen Achse des Behälters“ seien normalverteilt, ist die Annahme der Normalverteilung zurückzuweisen.

Ein Transformieren der Daten führte zu keinem anderen Ergebnis. Somit konnte keine Varianzanalyse durchgeführt werden, stattdessen wurde ein nichtparametrischer Test genutzt.

Der hier verwendete U-Test nach Mann & Whitney vergleicht die Rangunterschiede zweier unabhängiger Stichproben. Bei den zu berücksichtigenden Fragestellungen lagen aber immer drei Stichproben, drei unterschiedliche Frequenzen und drei unterschiedliche Marker vor. Deshalb wurden nacheinander immer zwei Stichproben gegeneinander getestet (z. B. bei der Frequenz die Gruppe 15 Hz gegen die Gruppe 20 Hz).

Insgesamt waren es für die Faktoren Frequenz und Dichte zwei mal drei Konstellationen. Das Signifikanzniveau wurde jeweils mit  $\alpha = 0,05$  festgelegt.

Zu dem Verfahren ist anzumerken, dass für die drei Tests die Fehlerwahrscheinlichkeit für den Fehler erster Art von 5 % auf 14.3 % steigt (Problem des multiplen Testens). Wird ein signifikanter Unterschied durch das Verfahren festgestellt, so ist die Wahrscheinlichkeit größer, durch das wiederholte Testen falsch signifikante Resultate zu erhalten [49]. Das muss bei der Interpretation der Ergebnisse berücksichtigt werden.

#### *Ablagerung der Marker am Behälterrand*

An dieser Stelle wird dem Ergebnisteil etwas vorgegriffen. Bei den Versuchen mit dem Schwingungserreger hat sich ein unerwartetes Ergebnis ergeben. Eine größere Anzahl bestimmter Marker hat sich zwischen Behälterboden und –rand abgelagert. Damit dieser Effekt im Ergebnisteil

korrekt dargestellt werden kann, soll hier die dafür verwendete Methode beschrieben werden.

Neben der Feststellung, dass vermehrt Marker am Rand des Behälters liegen, interessiert auch bei welcher eingestellten Frequenz und bei welchem Marker genau dieser Effekt verstärkt auftritt. Dazu wurde zunächst ein Raster festgelegt, nachdem ein Marker als am Rand liegend definiert wird. Das für die Definition verwendete Wertepaar ist aus den beiden oberen Abschnitten *Distanz zum Behälterboden* und *Distanz zur zentralen Achse des Behälters* bekannt.

Ist der Wert für die Distanz zum Behälterboden gleich oder kleiner als 0,03 Pixel (rund 4 mm) und die Distanz zur zentralen Achse des Behälters größer oder gleich 0,12 Pixel (rund 16 mm), dann befindet sich der Marker nach dieser Definition am Boden und Rand des Behälters. Der so gewählte Raum entspricht einem Ring mit der Höhe eines flach liegenden Weizenkorns, und die Breite des Rings entspricht ca. der doppelten Länge eines Weizenkorns. Dieser gedachte Ring liegt passgenau am Rand des Behälters. Das Volumen des Rings sind rund  $6.900 \text{ mm}^3$ , das Volumen des Behälterinhalts beträgt rund  $98.000 \text{ mm}^3$ . Damit nimmt der Ring rund 7 % des Behältervolumens ein. Die Sortierung der Daten erfolgte mit dem Tabellenkalkulationsprogramm Microsoft Office Excel 2003.

Ein Vorher-Nachher-Vergleich zeigt bei welcher Frequenz und bei welcher Dichte die tatsächliche von der erwarteten Anzahl an Markern innerhalb der Gruppe abweicht. Dieser Vergleich wurde mit der Statistiksoftware PASW 18.0, Deskriptive Statistik, durchgeführt.

## **2.4 Einfluss von Fördertechnik und Silolagerung**

Von der Ernte bis zur Verarbeitung wird der Weizen mehrere Male gefördert und zwischengelagert. Bei diesem Prozess werden Weizenchargen unterschiedlicher Herkünfte mehr oder weniger häufig vermischt.

Die Verfahren für eine erste Überprüfung, ob der Epoxydharz-Marker zu einer Verbesserung der Rückverfolgungssysteme beitragen kann, werden nachfolgend geschildert.

Als Fördertechnik wurden ein mechanisches Verfahren (Becherelevator) und ein pneumatisches Verfahren (Saugförderanlage) ausgewählt. Bei beiden handelt es sich um Standardtechnik, die so oder so ähnlich in der Praxis eingesetzt wird [69]. Die Technik wurde vom Forschungsinstitut Futtermitteltechnik der Internationalen Forschungsgemeinschaft Futtermitteltechnik (IFF), Braunschweig (Thune) bereitgestellt.

Die Folgen der Vermischung von unterschiedlichen Weizenchargen bei der Lagerentnahme wurden mit einem Kernflusssilo untersucht. Das Kernflusssilo ist speziell für diese Versuche von der Agrartechnik konstruiert worden, da bei Kernfluss die größte Vermischung unterschiedlicher Weizenchargen zu erwarten ist [43, 57].

Bei den Förder- und Siloversuchen kamen zwei unterschiedliche Weizenchargen zum Einsatz. Die Markierung erfolgte mit dem in Kap. 2.2 beschriebenen Marker (1,5 mm Stahlkugel). Mit den Versuchen wurde die Güte der Markierung der Weizenchargen untersucht.

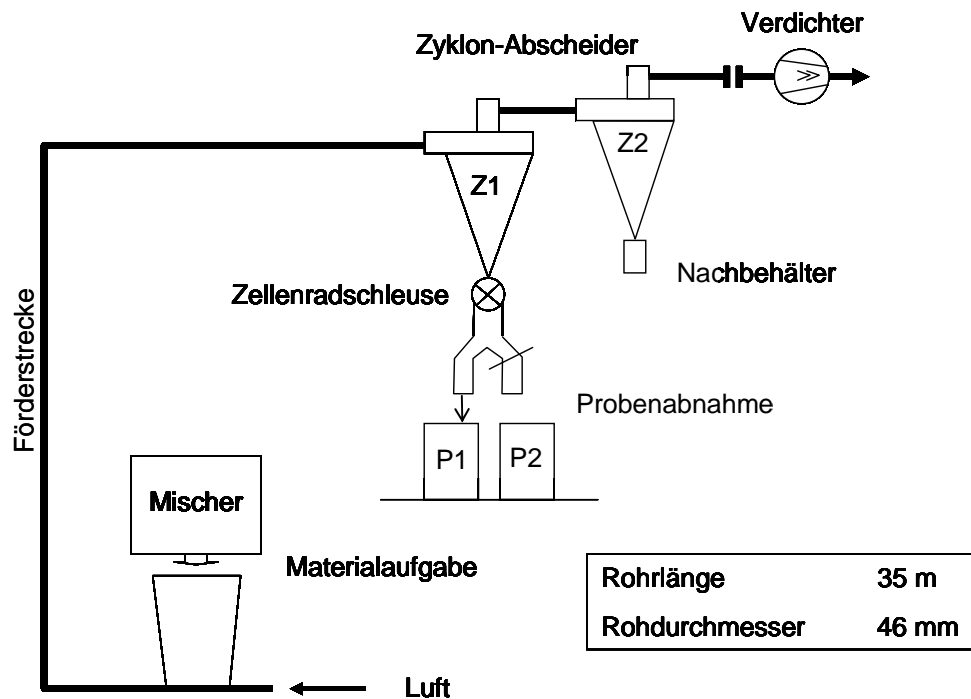
#### **2.4.1 Getreideförderanlagen**

##### *Pneumatische Förderung – Versuchsaufbau –*

Innerhalb eines Versuchs ist mit der Saugförderanlage eine Gesamtmenge von 15 kg Versuchsweizen gefördert worden. Diese bestand aus zwei unterschiedlichen Weizenchargen, die vor dem Förderprozess vermischt wurden. Jede Weizencharge war mit unterschiedlichen Markern versehen (50 Stück/kg Weizen).

Am Ende der Förderstrecke wurde die geförderte Menge aufgeteilt (Abb. 8). Durch die Aufteilung der Fördermenge war eine Bewertung der einzelnen

Teilabschnitte des Förderprozesses möglich. So konnte die Entmischung und damit die Qualität der Markierung beurteilt werden.



**Abb. 8: Pneumatische Förderstrecke (Saugförderanlage) zur Untersuchung des Entmischungsverhaltens der Epoxydharz-Marker (nach Neumann 2009 [45], geändert)**

Wie aus der Abb. 8 zu erkennen ist, handelte es sich bei der pneumatischen Förderstrecke um eine Saugförderanlage (Dünnstrom) mit einer Rohrlänge von 35 m. Der Querschnitt der Rohre betrug 46 mm. Am Ende der Strecke befanden sich ein Zyklon-Abscheider (Z1) und darunter eine Zellenradschleuse mit Klappkasten (Weiche). Über den Klappkasten ist die Fördermenge in mehrere Proben aufgeteilt worden (P1 und P2).

Mit dem zweiten Zyklon-Abscheider (Z2) wurden Schwebstoffe im Luftstrom vor dem Verdichter abgeschieden. Diese wurden in einem Nachbehälter aufgefangen.

Zur Herstellung einer für den Versuch günstigen Weizen-Marker-Mischung wurde ein Schrägblattmischer der Firma Draiswerke aus Mannheim-Waldhof verwendet (Typ T-50). Dieser Mischer ist der Gruppe der Wurfmischer zuzuordnen und hatte ein Nutzvolumen von rund 20 l [63]. Der Mischer ist genau über dem Startpunkt der pneumatischen Förderstrecke angebracht, so dass die Mischung bei der Entleerung direkt in den Förderstrom gelangt ist.

Vor den pneumatischen Förderversuchen erfolgte eine Mischzeitbestimmung nach Stieß (2009) [63]. Durch diese Maßnahme ist sichergestellt worden, dass mit der bestmöglichen Mischung (gleichmäßige Zufallsmischung) aus Markern und Weizen die Versuche durchgeführt wurden.

Eine gute Vermischung der Komponenten ist deshalb wichtig, um das Auftreten von Schwankungen zwischen den Anteilen der Komponenten (2x Weizen, 2x Marker) nach der Förderung erklären zu können. Treten nach der pneumatischen Förderung große Schwankungen der Anteile zwischen den aufgeteilten Proben auf, so kann dies nur auf die Förderung selbst zurückzuführen sein.

#### *Pneumatische Förderung – Versuchsdurchführung –*

Die Absicht des Versuchs war es, zwei miteinander gemischte Weizenchargen pneumatisch zu fördern (Gesamtmenge 15 kg). Dazu wurden jeder einzelnen Weizencharge (ungefärbt 10 kg und gefärbt 5 kg) im Vorfeld Marker zugemischt (50 Stück/kg). So wurde eine praktische Markierung simuliert. Die Mischung erfolgte über 30 sec, so dass eine gleichmäßige Zufallsmischung entstand.

Die so gemischten einzelnen Chargen wurden anschließend zusammen in den Drais-Mischer gefüllt und ebenfalls für eine Dauer von 30 sec gemischt.

Anschließend wurde der Drais-Mischer über der pneumatischen Förderlinie entleert. Zur Sicherstellung einer nahezu vollständigen Entleerung war der Mischer in dieser Zeit im Betriebszustand. Die Menge wurde 12 m vertikal und 23 m horizontal gefördert und am Ende der Förderstrecke über einen

Klappkasten in fünf Proben aufgeteilt. Die Aufteilung erfolgte nach Gewicht. Dies wurde durch eine Waage, auf der ein Probensack stand, bestimmt. War ein Probensack (P1, Abb. 8) mit ca. 3 kg Weizen-Marker-Mischung gefüllt, so wurde der Förderstrom durch die Klappe in einen neuen Probensack (P2, Abb. 8) umgelenkt. Nach dem Entfernen des ersten Probensackes wurde während des Befüllvorgangs der zweite Probensack auf die Waage gestellt. Diese Arbeitsschritte wurden bis zum Ende des Förderprozesses für fünf Proben wiederholt.

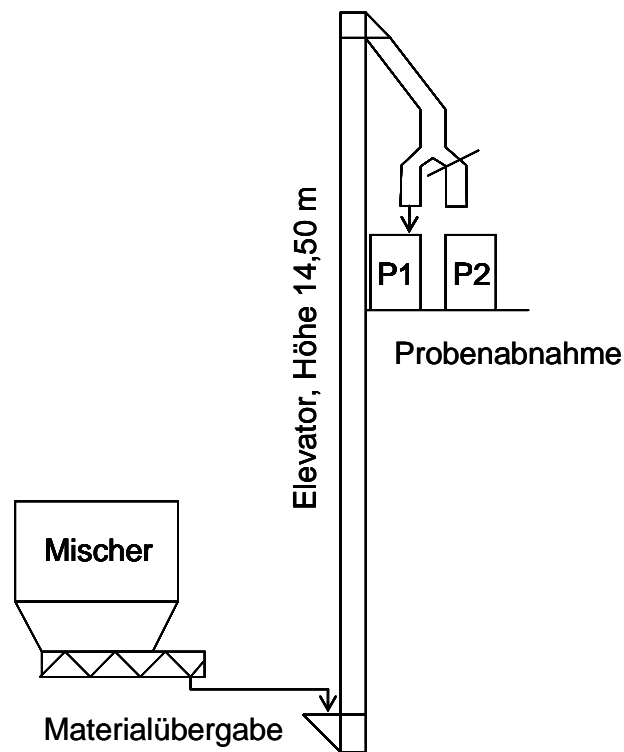
Der Versuch mit der Saugförderanlage wurde dreimal wiederholt.

#### *Mechanische Förderung – Versuchsaufbau –*

Wie schon bei der pneumatischen Förderung war das Ziel der mechanischen Förderung mit einem Becherelevator, die Auswirkungen auf eine Weizen-Marker-Mischung zu untersuchen.

Im Unterschied zur pneumatischen Förderung wurden 99 kg Versuchsweizen gefördert, und statt 50 Marker je Kilogramm waren es 45 Marker je Kilogramm. Die Konzentration an Markern je Kilogramm musste auf Grund einer begrenzten Anzahl abgesenkt werden. Die Fördermenge konnte erhöht werden, da sie im Gegensatz zur pneumatischen Förderung nicht auf 15 kg beschränkt war (Kapazität des Drais-Mischers).

Am Ende des Elevatorkopfes wurde die Fördermenge wie bei der pneumatischen Förderung mit einem Klappkasten aufgeteilt, um die Qualität der Markierung beurteilen zu können (Abb. 9).



**Abb. 9: Mechanische Förderstrecke (Becherelevator) zur Untersuchung des Entmischungsverhaltens der Epoxydharz-Marker (nach Neumann 2009 [45], geändert)**

Der verwendete Becherelevator hatte eine Förderhöhe von 14,50 m und stand am Standort des Forschungsinstituts Futtermitteltechnik zur Verfügung. Die Weizen-Marker-Mischung wurde mit dem Schrägblattmischer Speedmix (Typ DFML 1000) der Firma Bühler aus Uzwil, Schweiz, hergestellt. Das Nutzvolumen dieses Wurfmischers betrug 1.000 l. Die Mischzeit wurde auch hier nach Stieß (2009) bestimmt [63].

Die Entleerung des Mixers erfolgte durch Öffnen des aus zwei Klappen bestehenden Mischerbodens. Die Weizen-Marker-Mischung wurde, aus einem unter dem Mischer liegenden Auffangbehälter, mit einer Förderschnecke in ein Rohr gefördert. Dieses Rohr endete am Fuß des Becherelevators. Von dort aus konnte der Weizen mit den Markern mechanisch über 14,5 m gefördert und am Ende über einen Klappkasten aufgeteilt werden (P1 und P2, Abb. 9).



### *Mechanische Förderung – Versuchsdurchführung –*

Zunächst wurden mit Hilfe des Speedmix dem 66 kg ungefärbten Weizen 3.000 Marker zugemischt (45 Marker/kg), als Mischzeit wurden 30 sec angesetzt. Da die Entnahme der Mischung aufwendiger war als bei dem Drais-Mischer, wurden die 66 kg im Mischer belassen. Die Mischung von 33 kg gefärbtem Weizen und 1.500 Markern (45 Marker/kg) erfolgte in zwei Schritten im Drais-Mischer (siehe pneumatische Förderung). Die Mischzeiten betragen jeweils 30 sec. Die Menge von 33 kg wurde dann zu den 66 kg im Speedmix zugegeben und 30 sec lang gemischt.

Der Förderversuch wurde mit dem Entleeren des Mixers gestartet. Die Weizen-Marker-Mischung gelangte über die Förderschnecke und das Rohr in den Elevatorfuß.

Nach der Förderung im Becherelevator wurde am Elevatorkopf die Fördermenge aufgeteilt. Unter dem dafür verwendeten Klappkasten standen leere Probensäcke auf einer Waage. Bei einem Gewicht von rund 20 kg wurde die Befüllung des Probensacks gestoppt, indem der Klappkasten umgestellt wurde. Es erfolgte die Befüllung eines weiteren Probensacks. Diese Arbeitsschritte wurden bis zum Ende der Förderung fünfmal durchgeführt.

Der Versuch mit dem Becherelevator wurde dreimal wiederholt.

## **2.4.2 Versuchssilo**

### *Versuchsaufbau*

Das Ziel des Versuches war die Bewertung unterschiedlicher Markerkonzentrationen bei der Entleerung des Versuchssilos unter Kernflussbedingungen. Dazu wurden zwei Weizenchargen nacheinander in das Versuchssilo gefüllt, wovon nur eine mit Markern versehen war.

Dadurch, dass nur eine Weizencharge markiert war, wurde die Versuchsauswertung verbessert. Es waren nicht 10.980 Marker zu zählen,

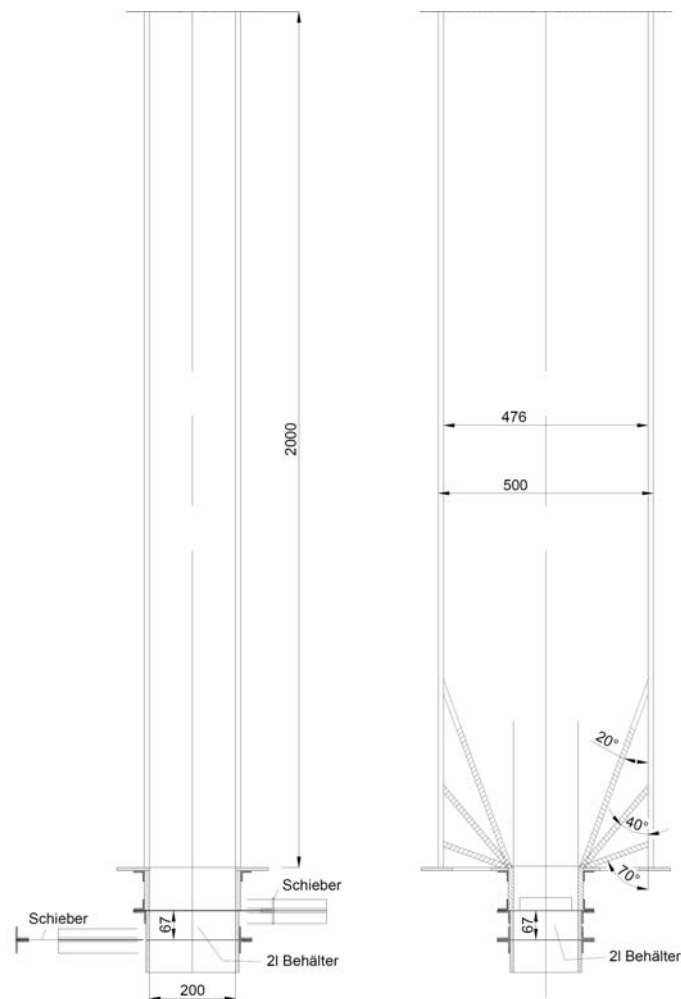
sondern nur die Hälfte, also 5.490 Marker. Die Zahl ergibt sich aus den unterschiedlichen Konzentrationen der Marker im Weizen. Es waren für jeweils drei Wiederholungen 1 Marker, 10 Marker und 50 Marker je Kilogramm Weizen. Es sind für die Siloversuche immer ungefärbte Weizenchargen von 30 kg markiert worden.

Ein zusätzlicher Vorteil war, dass das Sortieren der Marker entfiel und gleich mit dem Zählen begonnen werden konnte. Mit der veränderten Markierung musste auch die Datenauswertung angepasst werden. Dieser Punkt wird in Kapitel 2.4.4 erläutert.

Das Versuchssilo hat eine rechteckige Grundfläche, und der Trichter ist keilförmig. Silos dieser Bauart werden auch Schlitzbunker genannt. Die Innenmaße betragen für die Breite 476 mm, für die Tiefe 200 mm und für die Höhe 2000 mm. Die Auslauföffnung ist 150 mm breit und 200 mm tief (Abb. 10).

Da für die Versuche Kernfluss als Fließprofil des Silos angestrebt wurde, musste der dafür geeignete Trichterwinkel gefunden werden.

Für die Auslegung des Trichterwinkels ist nach dem Verfahren von Jenike vorgegangen worden. Dies ist bei Schulze (2006) und Stieß (2009) beschrieben [54, 63]. Bei diesem Verfahren wird der notwendige Trichterwinkel zur Vertikalen für Massenflusssilos bestimmt. Der Trichterwinkel für Massenfluss liegt bei dem verwendeten Versuchssilo bei  $48^\circ$  zur Vertikalen. Um sicher Kernfluss zu haben, aber auch noch eine vollständige Entleerung des Versuchssilos zu realisieren, wurde mit einem Trichterwinkel von  $70^\circ$  zur Vertikalen gearbeitet.



**Abb. 10: Versuchssilo zur Untersuchung des Entmischungsverhaltens der Epoxydharz-Marker nach der Entleerung (Der Trichterwinkel des Silos kann verändert werden. Für die beschriebenen Versuche wurde ausschließlich der 70° Winkel zur Vertikalen genutzt.)**

Oberhalb des Versuchssilos befand sich ein V-Mischer (Freifallmischer), der zum Herstellen einer den Anforderungen gewünschten Weizen-Marker-Mischung genutzt wurde. Der Mischer wurde von der Abteilung Agrartechnik konstruiert und gefertigt. Als Vorbild diente ein bei Harnby et al. (1997) beschriebener V-Mischer [21].

Der V-Mischer ist ein Hohlkörper, der aus zwei Rohren besteht. Bei dem Mischer Bauart Agrartechnik stehen diese Rohre in einem Winkel von 60°

aufeinander. Der Auslauf ist an der Verbindungsstelle der beiden Rohre positioniert. Das Nutzvolumen beträgt für den V-Mischer rund 20 l.

Die optimale Mischzeit wurde auch in diesem Fall nach Stieß (2009) bestimmt [63].

### *Versuchsdurchführung*

Zuerst wurden 3 mal 10 kg gefärbter Winterweizen in den V-Mischer gefüllt. In dieser Charge waren keine Marker eingemischt.

Zur Positionierung der Auslauföffnung über dem Versuchssilo wurde der Mischer etwas mehr als eine halbe Umdrehung um die eigene Achse bewegt. Durch Öffnen der Verschlussklappen wurde der Mischer vollständig entleert.

Danach erfolgte eine Befüllung mit 3 mal 10 kg ungefärbtem Weizen in den, je nach Versuch, eine definierte Anzahl Marker eingemischt wurde. Durch die Auslegung des V-Mischers war die maximale Mischmenge auf 10 kg beschränkt. Darum erfolgte die Befüllung des Versuchssilos mit ungefärbtem Weizen in drei Schritten. Die Mischzeit betrug 1 min 20 sec.

Die gewählte Anzahl Marker war für die drei Versuchsanstellungen 1 Marker je Kilogramm Weizen, 10 Marker je kg Weizen und 50 Marker je kg Weizen. Jede Versuchsanstellung wurde dreimal wiederholt.

Der gesamte Inhalt des Versuchssilos (60 kg Weizen und Marker) wurde über den Auslauf entnommen und in sechs Proben (ca. 10 kg je Probe) aufgeteilt.

Die Aufteilung konnte nicht über eine Waage erfolgen, da die Entleerung bei der gewählten Größe der Auslauföffnung nur wenige Sekunden dauerte. Zur Entleerung wurde der Schieber am Auslauf kurz geöffnet und sofort wieder geschlossen.

Der Siloversuch wurde dreimal wiederholt.

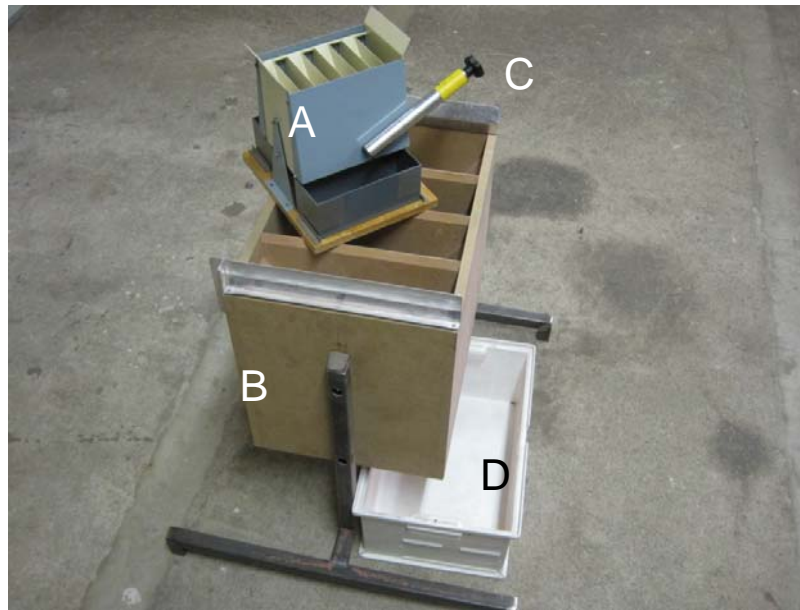
### 2.4.3 Probenanalyse der Förder- und Siloversuche

Die Weizen-Marker-Proben der Förder- und Siloversuche, bestehend aus ungefärbtem Weizen, gefärbtem Weizen und den gekennzeichneten Markern, wurden mit einer einheitlichen Methode auf ihre Zusammensetzung hin untersucht.

Da in der verwendeten Literatur keine Standardmethode zur Auswertung der gewonnenen Proben beschrieben wurde, soll die hier verwendete Methode eingehend erläutert werden. Im Anschluss wird ein Verfahren zur Bewertung der Analysemethode nach Danzer et al. (2001) erläutert [11]. Damit wird überprüft, ob die angewendete Methode zur Probenanalyse für die Fragestellung der Arbeit geeignet ist.

#### *Versuchsaufbau*

Vier unterschiedliche Geräte wurden für die Probenanalyse der Förder- und Siloversuche verwendet; der Stabmagnet Easy clean SMN9-E-0200 der Firma S+S aus Schönberg (Abb. 11 C), ein von der Abteilung Agrartechnik gebauter Riffelteiler (Abb. 11 B), ein kleinerer Riffelteiler unbekannter Bauart (Abb. 11 A) und eine Kunststoffbox mit den Abmessungen 400 mm x 200 mm x 100 mm (Abb. 11 D).



**Abb. 11: Großer Riffelteiler Bauart Agrartechnik (B), kleiner Riffelteiler (A), Stabmagnet (C) und Kunststoffbox (D)**

Es erwies sich als vorteilhaft, zunächst die Marker mit dem Stabmagneten (C, Abb. 11) vom Winterweizen zu trennen und händisch zu zählen. Zum Trennen der beiden Fraktionen wurden die Weizen-Marker-Proben durch ein PVC-Rohr (50 mm Durchmesser) geschüttet, an dessen unterem Ende der Stabmagnet quer zur Fließrichtung durch das Rohr gesteckt war. Das Fließen des Weizens durch das Rohr wurde durch den Stabmagneten nicht beeinträchtigt, so dass der Weizen am Ende des Rohrs in eine Kunststoffbox gelangte (D, Abb. 11). Allerdings blieben die Marker mit den verkapselten Stahlkugeln am Magneten haften. Nachdem die Proben vollständig durch das Rohr am Stabmagneten vorbeigelaufen waren, konnte dieser aus der Steckvorrichtung entnommen werden. Dabei blieben die am Stabmagneten haftenden Marker an der Rohrwandung hängen und fielen durch das Endstück des Rohres in ein separates Gefäß. Alle enthaltenen Marker wurden per Hand ausgezählt.

Die unterschiedlichen Getreidefraktionen (gefärbt und ungefärbt) konnten auf Grund der großen Anzahl an Körnern nicht auf diese Weise ausgezählt werden. Es musste eine Probenteilung erfolgen. In der Literatur sind dafür

verschiedene Verfahren beschrieben. Für diese Arbeit erfolgte die Teilung der Proben mit Riffelteilern [59, 63].

In einem weiteren Schritt wurde daher der Winterweizen aus der Kunststoffbox durch den Riffelteiler Bauart Agrartechnik (B, Abb. 11) geschüttet und so in kleine Proben aufgeteilt (ca. 100 g). Diese Menge war für eine händische Auszählung immer noch zu groß, so dass die gewonnene Probe mit Hilfe des zweiten Riffelteilers (A, Abb. 11) weiter aufgeteilt wurde. Eine Teilung fand solange statt, bis die Probe aus etwa 100 Körnern (Masse ca. 4 g) bestand. Zur Ermittlung der Varianz wurden die Partikelzählungen und Stichprobenwiegungen für jede Weizen-Marker-Probe dreimal wiederholt.

Die aus dieser Teilung hervorgegangene Probe wurde händisch in die Bestandteile ungefärbte Körner und gefärbte Körner zerlegt. Diese wurden abschließend gezählt und/oder gewogen und somit der Anteil des jeweiligen Bestandteils ermittelt.

#### *Versuchsdurchführung und -analyse*

Die Ermittlung des Messfehlers bei der Bestimmung der Zusammensetzung der Weizenanteile in der Weizen-Marker-Probe wurde wie nachfolgend geschildert geprüft.

Zunächst wurden dafür 5 kg gefärbter und 5 kg ungefärbter Weizen in dem Pflugscharmischer (Labormischer M 20 G der Gebrüder Lödige aus Paderborn, Nutzvolumen rund 15 l) 20 sec lang gemischt. Der zeitliche Mischgüteverlauf wurde nach Stieß (2009) ermittelt [63].

Die gemischten 10 kg Weizen wurden wie oben geschildert in eine kleine Probe von etwa 100 Körnern aufgeteilt. So ließen sich auch hier die Anteile von gefärbtem und ungefärbtem Weizen schnell trennen. Die Körner des jeweiligen Anteils wurden gezählt und gewogen. Die Prozedur wurde zehnmal mit den 50 % ungefärbten und den 50 % gefärbten Weizenanteilen wiederholt, um den Messfehler beurteilen zu können.

Nach Danzer et al. lässt sich der Vertrauensbereich einer Mehrfachbestimmung wie folgt ermitteln [11]:

$$\Delta \bar{x}_{(n)} = s \frac{t(S = 1 - \alpha, f = (n - 1))}{\sqrt{n}}, \quad (1)$$

darin sind:

$s$  = Standardabweichung der Mehrfachbestimmung

$t(S = 1 - \alpha, f = (n - 1))$  = Student-Faktor  $t$  der Student-Verteilung zur statistischen Sicherheit ( $S = 1 - \alpha$ ) in Abhängigkeit vom Freiheitsgrad  $f$

$n$  = Anzahl Analyseergebnisse.

Die Anteile von ungefärbtem und gefärbtem Weizen wurden immer mit einer Dreifachbestimmung ( $n = 3$ ) überprüft. Die statistische Sicherheit wird für die Bestimmung des Vertrauensbereichs mit  $S = 0,95$  festgelegt.

Zusätzlich zu der Ermittlung des Messfehlers erfolgte die Erstellung einer Kalibrationsfunktion. Die Kalibrationsfunktion dient dazu, eine Beziehung zwischen dem Anteil an gefärbtem Weizen in der Grundgesamtheit und dem Messverfahren zur Ermittlung der Mischverhältnisse herzustellen.

Dazu wurden sechs Mischungen (Mischzeit 20 sec) mit einem Gesamtgewicht von 7 kg im Lödige-Mischer hergestellt. Deren Anteile an gefärbtem und ungefärbtem Weizen lagen in unterschiedlichen Abstufungen vor. Bezogen auf gefärbten Weizen lag dieser je Stufe zu 0 %, 20 %, 40 %, 60 %, 80 % und 100 % vor. Die Probenaufteilung erfolgte wie oben beschrieben mit den zwei Riffelteilern. Die durch Wiegen ermittelten Anteile sind Mittelwerte einer Dreifachbestimmung und werden in einem



orthogonalen Koordinatensystem mit den tatsächlichen Anteilen in Beziehung gesetzt.

#### **2.4.4 Datenanalyse der Förder- und Siloversuche**

##### *Bewertung der qualitativen Markierung von Weizen*

Die Qualität der Kennzeichnung von zwei Weizenchargen mit Markern ist unter verschiedenen Transport- und Lagereinflüssen untersucht worden. Es ist zu entscheiden, ob anhand der Marker die richtigen Rückschlüsse auf die Weizenchargen gezogen werden können.

Zur Überprüfung dieser Frage wird in einem ersten Schritt eine allgemeine Methode angewendet, die zur Bewertung von Testentscheidungen bekannt ist [25, 51, 55].

Dazu wird zunächst eine Entscheidungsmatrix erstellt, die die möglichen Testergebnisse darstellt (Tab. 6).

Vier Ergebnisse sind möglich. Diese werden am Beispiel von gefärbtem Weizen und Markern, die für gefärbten Weizen stehen, dargestellt:

1. Es ist gefärbter Weizen vorhanden, und es ist ein Marker, der gefärbten Weizen kennzeichnet, vorhanden. Dieses Ergebnis ist korrekt (a.).
2. Es ist kein gefärbter Weizen vorhanden, und es ist ein Marker, der gefärbten Weizen kennzeichnet, vorhanden. Das Ergebnis ist „falsch positiv“ (b.).
3. Es ist gefärbter Weizen vorhanden, und es ist kein Marker, der gefärbten Weizen kennzeichnet, vorhanden. Das Ergebnis ist „falsch negativ“ (c.).

4. Es ist kein gefärbter Weizen vorhanden, und es ist kein Marker, der gefärbten Weizen kennzeichnet, vorhanden. Das Ergebnis ist korrekt (d.).

**Tab. 6: Entscheidungsmatrix zum Status Weizenkörner und Marker in einer Versuchsprobe (in Anlehnung an Immich (1974) [25] und Runkler (2010) [51])**

Status der Marker	Status Weizenkörner	
	Körner ungefärbt/gefärbt vorhanden	Körner ungefärbt/gefärbt nicht vorhanden
Marker ungefärbt/gefärbt vorhanden	a. Wahr/ Positiv	b. Falsch/ Positiv
Marker ungefärbt/gefärbt nicht vorhanden	c. Falsch/ Negativ	d. Wahr/ Negativ

Aus der Matrix lassen sich die Kennzahlen Korrektklassifikationsrate (Gl. 2) und die Falschklassifikationsrate (Gl. 3) zur Beurteilung des Tests ableiten. Die beiden Kennzahlen können Werte zwischen 0 und 1 annehmen [25, 51].

Damit ein Test besser als eine zufällige Auswahl ist, sollten die Werte für die Korrektklassifikationsrate deutlich über 0,5 und die für die Falschklassifikationsrate deutlich unter 0,5 liegen [25].

Die Korrektklassifikationsrate wird abgeleitet aus:

$$T_R = \frac{(a. + d.)}{(a. + b. + c. + d.)} \quad (2)$$

Darin sind:

- a.* = Wahr Positiv
- b.* = Falsch Positiv
- c.* = Falsch Negativ
- d.* = Wahr Negativ

Die Falschklassifikationsrate wird abgeleitet aus:

$$F_R = \frac{(b. + c.)}{(a. + b. + c. + d.)} \quad (3)$$

Darin sind:

- a.* = Wahr Positiv
- b.* = Falsch Positiv
- c.* = Falsch Negativ
- d.* = Wahr Negativ

Da es sich um eine einfache Ja-Nein-Entscheidung handelt, konnte die Information sofort bei der Probenanalyse notiert und ausgewertet werden.

#### *Bewertung der Markierung des Weizens hinsichtlich ihrer quantitativen Güte*

Mit dem nächsten Auswertungsschritt sollten, bezogen auf die jeweiligen Versuche, Regressionsmodelle gefunden werden, mit denen im Idealfall aus der Anzahl an Markern der Anteil an der jeweiligen Weizencharge geschätzt werden könnte. Diese Modelle gehen über die Ja-Nein-Entscheidung hinaus. Über die Güte des Regressionsmodells (Anteil der erklärten Streuung) soll mit Hilfe des Bestimmtheitsmaßes  $R^2$  entschieden werden.

Die Regressionsmodelle für die Förderanlagen beziehen sich auf die ermittelten Anteile in Prozent und die Regressionsmodelle für die Silolagerung auf die errechnete Masse an Weizen in Kilogramm.

Die Abwandlung des Vorgehens bei dem Siloversuch ist in Kap. 2.4.2 angesprochen worden und soll im Folgenden näher erläutert werden.

Nur die ungefärbte Weizencharge war bei dem Versuch mit Markern gekennzeichnet, somit stand ein Marker für eine bestimmte Masse Weizen. Die Anzahl an gefundenen Markern wurde mit dem Wert für die Masse multipliziert (Marker-Masse) und mit der Schätzung aus der Stichprobe (Stichproben-Masse) in Zusammenhang gebracht. Der aus der Schätzung ermittelte Wert wurde mit der Probenmasse multipliziert.

Zum besseren Verständnis ist an dieser Stelle eine Rechnung aus der Arbeit als Beispiel angeführt.

---

#### Beispielrechnung für die Variablen des Silo-Regressionsmodells

Gegebene Werte einer Probe des zweiten Siloversuchs (10 Marker je Kilogramm ungefärbten Weizens):

a) 10 kg Probenmasse

b) 40 Marker und

c) 50 % Anteil an ungefärbtem Weizen in der Probe

Gesuchte Werte sind die auf Grundlage der Anzahl Marker errechnete Masse ungefärbten Weizens (A) und die aus der Stichprobe geschätzte Masse an ungefärbtem Weizen (B).

Lösung:

A) Bei 10 enthaltenen Markern je Kilogramm steht ein Marker für 0,1 kg ungefärbten Weizen. Bei 40 in der Probe gefundenen Markern beträgt die errechnete Masse an ungefärbtem Weizen 4 kg ( $0,1 \text{ kg} \times 40 \text{ Marker} = 4 \text{ kg}$ ).

B) Bei 10 kg Probenmasse und einem geschätzten Anteil an ungefärbtem Weizen von 50 % beträgt die gesuchte Masse 5 kg ( $10 \text{ kg Probenmasse} \times 0,5 = 5 \text{ kg}$ ).

In dem oben angesprochenen Koordinatensystem werden der Wert von 4 kg (A) auf die Ordinate und der Wert von 5 kg (B) auf die Abszisse abgetragen.

---

Bei dem Siloversuch wird nur auf die gekennzeichnete, also die ungefärbte Weizencharge, Bezug genommen.

Der Wert (A) aus der Beispielrechnung wird im Folgenden Marker-Masse genannt. Der Wert (B) aus der Beispielrechnung wird im Folgenden Stichproben-Masse genannt.

Die Auswertung erfolgte mit dem Tabellenkalkulationsprogramm Microsoft Office Excel 2003.

*Durchschnittliche Abweichung der Marker-Masse von der Stichproben-Masse*

Gerade bei den Siloversuchen ist es interessant zu erfahren, wie die Güte der quantitativen Schätzung mit Hilfe des Markers ist. Durch den im Silo vorherrschenden Kernfluss ist eine nichtvorhersagbare Vermischung der zwei unterschiedlichen Weizenchargen sehr wahrscheinlich.

Es soll hier ein weiterer Wert zur Beurteilung der Markierung erläutert werden, der nur für die Siloversuche ermittelt wurde.

Es handelt sich dabei um den durchschnittlichen Absolutwert für die Abweichung von Marker-Masse und Stichproben-Masse. Als Absolutwert oder auch Betrag wird eine nichtnegative, reelle Zahl bezeichnet [52, 74]. Mit dem Absolutwert ist es möglich, die Abweichung zwischen der Marker-Masse und der Stichproben-Masse – beide angegeben in Kilogramm – zu ermitteln [52]. Der Siloversuch wurde für jede Markerkonzentration dreimal wiederholt. Aus den drei Versuchswiederholungen ist der durchschnittliche Absolutwert für die Abweichung wie folgt berechnet worden:

$$|m| = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |x_i - y_i| \quad (4)$$

Darin sind:

$n$  = Anzahl der Wiederholungen einer Probennummer

$x_i$  = Masse des ungefärbten Weizens geschätzt auf Grundlage der Probenanalyse (Stichproben-Masse)

$y_i$  = Masse des ungefärbten Weizens errechnet auf Grundlage der Markeranzahl in einer Probe (Marker-Masse).

Zur Verdeutlichung von Gl. 4 soll ein weiteres Beispiel gerechnet werden.

---

Gegeben sind die Werte für die drei Wiederholungen der Probennummer eins:

Stichproben-Masse:  $x_1 = 2$ ,  $x_2 = 5$ ,  $x_3 = 8$

Marker-Masse:  $y_1 = 3$ ,  $y_2 = 1$ ,  $y_3 = 9$

Gesucht ist der durchschnittliche Absolutwert für die Abweichung  $|m|$ .

Lösung nach Gl. 4:

$$|m| = \frac{(|2-3| + |5-1| + |8-9|)}{3} = 2$$

---

Im Ergebnisteil sind dem durchschnittlichen Absolutwert für die Abweichung  $|m|$  die Mittelwerte der Gesamtprobenmasse der Wiederholungen und die Mittelwerte der geschätzten Masse des ungefärbten Weizens (Stichproben-Masse) in einer Probe gegenübergestellt.

#### *Vergleich mechanische und pneumatische Förderung*

In einer weiteren Maßnahme wurden die mechanische und die pneumatische Förderung miteinander verglichen. Dazu wurden, für die beiden Förderanlagen, die geschätzten Anteilswerte der Weizenchargen aus den Stichproben und die aus der Markerzahl abgeleiteten Anteile zusammengefasst.

Es sind nur die ermittelten Werte für den Anteil an gefärbtem Weizen (rund 33 % in der Ausgangsmischung) berücksichtigt worden.

Die Auswertung fand mit der Statistiksoftware PASW 18.0 statt. Für den Test auf Normalverteilung war die Shapiro-Wilk-Statistik ausschlaggebend.

Die Werte sind als abhängige Variable in ein varianzanalytisches Modell (ALM - univariat) mit dem festen Faktor Förderart und Art der Schätzung (vier Faktoren) eingeflossen. Die Daten von allen 60 Einzelproben (5 Proben, 3 Wiederholungen, 2 Förderarten und 2 Anteilsermittlungen) sind verwendet worden.

Weiterhin wurde für den festen Faktor Förderart der Post-Hoc-Test Scheffé angefordert. Das Signifikanzniveau wurde mit  $\alpha = 0,05$  festgelegt.



### 3 Ergebnisse

#### 3.1 Ruhewinkel der Weizenvarianten

Für einen ersten Vergleich der eingesetzten Weizenvarianten (Kap. 2.1.2) hinsichtlich ihrer Schüttguteigenschaften ist der Ruhewinkel in einer Hele-Shaw-Zelle ermittelt worden. Aus dem Vergleich soll abgeleitet werden, ob die Kennzeichnung der Weizenvarianten Auswirkungen auf Ergebnisse der Schüttel-, Förder- und Siloversuche hat.

Aus der Tab. 7 ist abzulesen, dass der Ruhewinkel des gefärbten vom ungefärbten Weizen um  $1^\circ$  abweicht. Der zinkbeschichtete Weizen weicht von den anderen beiden Weizenvarianten um  $10^\circ$  und  $11^\circ$  ab.

**Tab. 7: Ruhewinkel der Weizenvarianten gemessen in einer Hele-Shaw-Zelle**

		Weizen ungefärbt	Weizen gefärbt	Weizen zinkbeschichtet
Winkel Hele-Shaw-Zelle zur Horizontalen gemessen	(in $^\circ$ )	29	30	40

#### 3.2 Fließfunktionen der Weizenvarianten

Eine andere Art, die Weizenvarianten in Bezug auf ihre Schüttguteigenschaften zu charakterisieren, ist die Erstellung von Fließfunktionen. Die Fließfunktionen ergeben sich aus den Messungen mit einem Ringschergerät (Kap. 2.1.2)

In Abb. 12 sind die Fließfunktionen zum Vergleich der drei Weizenvarianten zu sehen. Auf der Abszissenachse ist die Verfestigungsspannung  $\sigma_1$  abgetragen und auf der Ordinatenachse die Druckfestigkeit  $\sigma_c$ . Zur Einordnung der Fließfunktionen wurden die Geraden für die Fließfaktoren  $ff_c = \sigma_c / \sigma_1 = 1, 2, 4, \text{ und } 10$  eingetragen.

Es ist zu erkennen, dass mit steigender Verfestigungsspannung  $\sigma_1$  das Verhältnis  $ff_c = \sigma_c / \sigma_1$  bei allen drei Funktionen zunimmt. Dabei geht die Fließfunktion für zinkbeschichteten Weizen von einem kohäsiven Fließverhalten ( $2 < ff_c < 4$ ) über in den Bereich des „leicht fließenden“ ( $4 < ff_c < 10$ ). Die Fließfunktion für gefärbten Weizen liegt vollständig im „leicht fließenden“ Bereich. Die dritte Fließfunktion für den ungefärbten Weizen geht vom „leicht fließenden“ Bereich über in den „frei fließenden“ ( $10 < ff_c$ ).

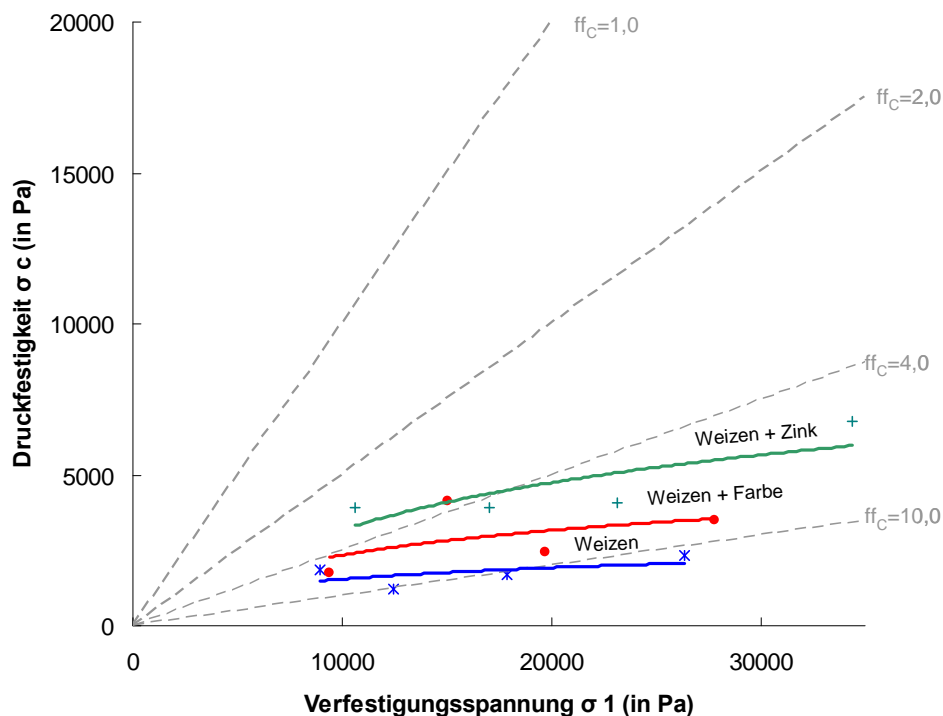


Abb. 12: Fließfunktionen von gefärbtem Weizen, ungefärbtem Weizen und zinkbeschichtetem Weizen

### 3.3 Vergleich von Epoxydharz-Markern und Weizen

In den Unterkapiteln 3.3.1 und 3.3.2 sind die Ergebnisse zum Vergleich der Marker (1,5 mm Stahlkugel) und des Versuchweizens abgetragen. Wie in der

Einleitung angesprochen, sollten sich Marker und Weizen in ihren Schüttguteigenschaften möglichst ähnlich sein. Sind sie sich nicht ähnlich, so besteht die große Wahrscheinlichkeit, dass sie sich entmischen. Dies würde unter Umständen bedeuten, dass eine Markierung von unterschiedlichen Weizenchargen zur Rückverfolgung nur schwer umsetzbar wäre.

Für den Vergleich wurde zunächst der Ruhewinkel von Markern und Weizen in einer Hele-Shaw-Zelle bestimmt. Mit dieser Methode wurden schon die Weizenvarianten verglichen (Kap. 3.1).

In einem umfangreicheren Versuch mit einem Schwingerreger wurden Weizen und Marker (1,5 mm Stahlkugel und 1,0 mm Stahlkugel) vertikal geschüttelt. Vor dem Schütteln wurden Marker oder zinkbeschichtete Weizenkörner mittig in einen Behälter mit unbehandeltem Weizen abgelegt. Nach dem Schütteln wurde die Lage von Markern und zinkbeschichteten Körnern in einem Computertomographen ermittelt. An Hand der Distanz zum Boden und der Distanz zur zentralen Achse des Behälters wurde die Lage der zwei Marker-Typen und der zinkbeschichteten Körner verglichen.

### **3.3.1 Ruhewinkel von Weizen und Epoxydharz-Markern**

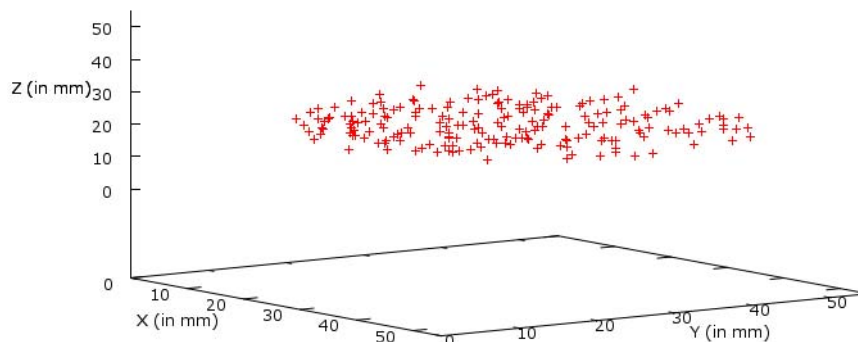
Für einen ersten Vergleich zwischen dem eingesetzten Weizen und den Epoxydharz-Markern diente die Bestimmung des Ruhewinkels in einer Hele-Shaw-Zelle. Aus Tab. 7 ist abzulesen, dass der Ruhewinkel des ungefärbten Weizens um  $1^\circ$  von dem Ruhewinkel des Markers (1,5 mm Stahlkugel) abweicht.

**Tab. 8: Ruhewinkel des ungefärbten Weizens im Vergleich zu dem Marker mit 1,5 mm Stahlkugel gemessen in einer Hele-Shaw-Zelle**

	Weizen ungefärbt	Marker 1,5 mm Stahlkugel
Winkel Hele-Shaw-Zelle zur Horizontalen gemessen (in °)	29	30

### 3.3.2 Räumliche Verteilung der Epoxydharz-Marker in Weizen

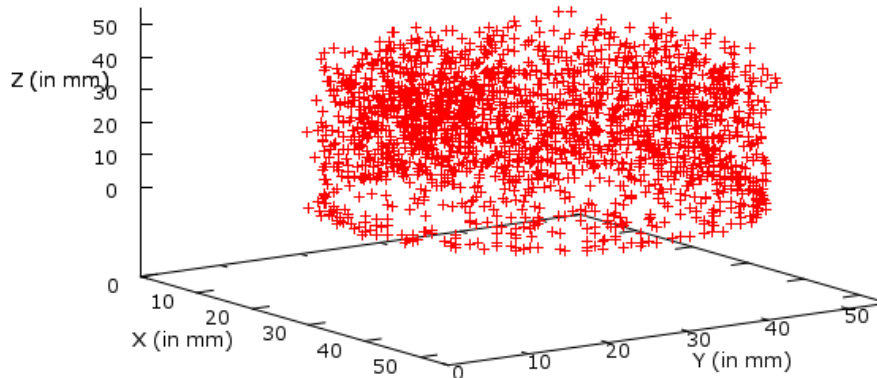
Die Abb. 13 zeigt in einem 3D-Koordinatensystem die Position der Marker vor dem Schüttelversuch. Dabei handelt es sich um Daten aus vier CT-Aufnahmen. Mit der Abb. 13 wird veranschaulicht wie sich die Ausgangslage der Marker im Behälter dargestellt hat.



**Abb. 13: Lage der Marker vor dem Schüttelversuch im mit Weizen gefüllten Behälter (In die Abb. sind die Daten von vier CT-Aufnahmen eingeflossen.)**

Mit Abb. 14 wird dokumentiert wie sich die Marker nach dem Schüttelversuch über den Behälter verteilt haben. Für die Darstellung wurden alle CT-Aufnahmen der 36 Versuche verwendet. Durch die große Anzahl an Markern, die mehr oder weniger gleichmäßig verteilt sind, zeichnet sich die Behälterform deutlich ab.

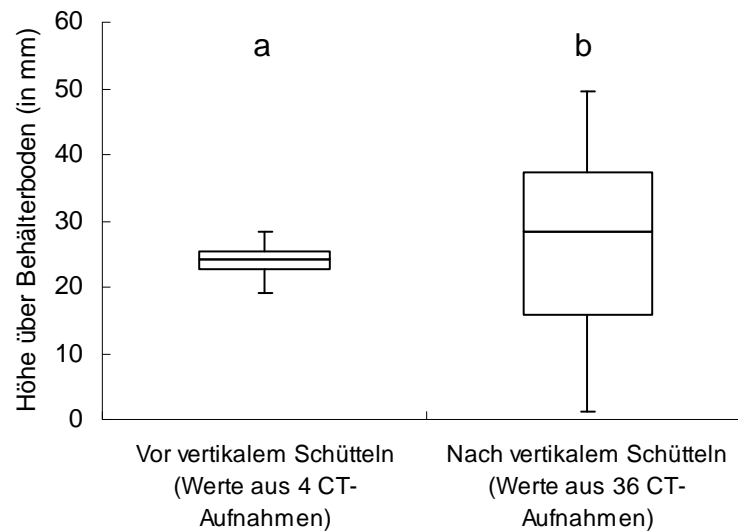
Die Verteilung ist allerdings nicht in allen Bereichen gleichmäßig. Gerade am Behälterboden in der Nähe der Behälterwand ist eine ungewöhnliche Häufung an Markern festzustellen.



**Abb. 14:** Lage der Marker nach dem Schüttelversuch im mit Weizen gefüllten Behälter  
(In die Abb. sind die Daten von 36 CT-Aufnahmen eingeflossen.)

#### *Distanz zum Behälterboden – Höhe –*

Eine andere Darstellungsweise, die nur die Höhenposition der Marker betrifft, ist in Abb. 15 zu erkennen. Die beiden abgebildeten Box-Plots bestätigen noch einmal den Eindruck aus den Abb. 13 und 14, dass die Marker nach dem Schütteln nahezu über den gesamten Behälter verteilt sind. Die Hälfte der Marker vor dem Schüttelversuch liegt zwischen 19,0 mm (25 %-Quantil) und 25,5 mm (75 %-Quantil), nach dem Schüttelversuch liegt die Hälfte der Marker in einem Bereich von 15,9 mm (25 %-Quantil) und 37,4 mm (75 %-Quantil). Die Verteilungen vor und nach dem Schüttelversuch unterscheiden sich signifikant (einfaktoriellen ANOVA  $P < 0,05$ ).

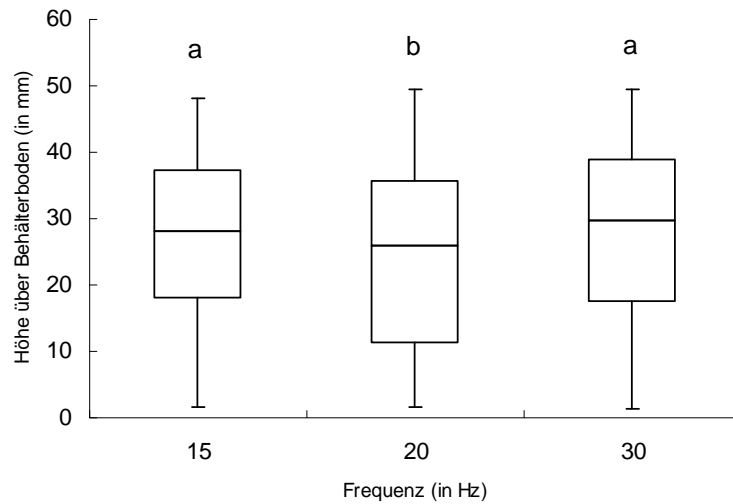


**Abb. 15:** Verteilung der Werte für die z-Koordinate (Distanz über Behälterboden) der Marker im Weizen als Box-Plot (Minimum, 25 %, 50 %, und 75 % Quantil sowie Maximum) dargestellt. Signifikanzbuchstaben beziehen sich auf die winkeltransformierten Werte. Verschiedene Buchstaben kennzeichnen signifikant unterschiedliche Mittelwerte der Gruppe vor und nach dem Schüttelversuch ( $P < 0,05$ , einfaktorielle ANOVA).

Nachfolgend werden das untere Quantil (25 %-Quantil) und das obere Quantil (75 %-Quantil) mit  $Q_{0,25}$  und  $Q_{0,75}$  abgekürzt. Für den Median (50 %-Quantil) wird die Abkürzung  $M_{0,5}$  genutzt.

Die Schüttelversuche mit dem Schwingerreger sind mit drei unterschiedlichen Frequenzen durchgeführt worden. Aus den Ergebnissen lässt sich ableiten, ob sich die Höhenverteilung der Marker insgesamt bei unterschiedlichen Frequenzen unterscheidet.

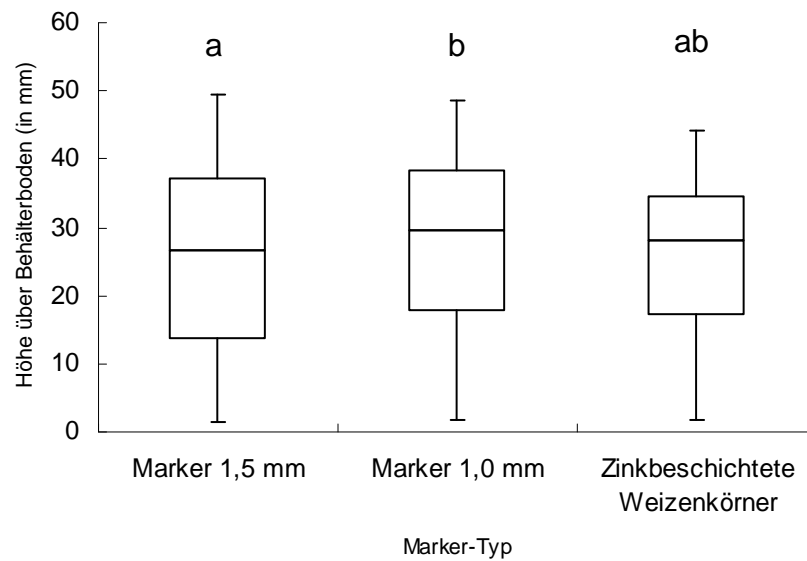
Die Abb. 16 zeigt, dass die Frequenzen 15 Hz ( $M_{0,5}=28,23$  mm,  $Q_{0,25}=18,18$  mm und  $Q_{0,75}=37,37$  mm) und 30 Hz ( $M_{0,5}=29,84$  mm,  $Q_{0,25}=17,61$  mm und  $Q_{0,75}=38,95$  mm) in ihrer Verteilung nicht stark abweichen. Wo hingegen die Frequenz 20 Hz signifikant von den beiden anderen Frequenzen abweicht ( $M_{0,5}=25,94$  mm,  $Q_{0,25}=11,43$  mm und  $Q_{0,75}=35,72$  mm).



**Abb. 16:** Verteilung der Werte für die z-Koordinate (Distanz über Behälterboden) der Marker im Weizen als Box-Plot (Minimum, 25 %, 50 %, und 75 % Quantil sowie Maximum) dargestellt. Signifikanzbuchstaben beziehen sich auf die winkeltransformierten Werte. Verschiedene Buchstaben kennzeichnen signifikant unterschiedliche Mittelwerte der drei Frequenz-Gruppen ( $P < 0,05$ , Scheffé).

Ob sich die Marker innerhalb des gesamten Schüttelversuchs bezüglich ihrer Höhenverteilung unterscheiden zeigt die Abb. 17.

Von den drei Marker-Typen unterscheiden sich der Marker mit 1,5 mm Stahlkugel ( $M_{0,5}=26,75$  mm,  $Q_{0,25}=13,71$  mm und  $Q_{0,75}=37,1$  mm) von dem mit 1,0 mm Stahlkugel ( $M_{0,5}=29,57$  mm,  $Q_{0,25}=17,74$  mm und  $Q_{0,75}=38,41$  mm) signifikant. Der zinkbeschichtete Marker ( $M_{0,5}=28,23$  mm,  $Q_{0,25}=17,2$  mm und  $Q_{0,75}=34,58$  mm) weicht von den anderen Markern nicht signifikant ab (Abb. 17).



**Abb. 17:** Verteilung der Werte für die z-Koordinate (Distanz über Behälterboden) der Marker im Weizen als Box-Plot (Minimum, 25 %, 50 %, und 75 % Quantil sowie Maximum) dargestellt. Signifikanzbuchstaben beziehen sich auf die winkeltransformierten Werte. Verschiedene Buchstaben kennzeichnen signifikant unterschiedliche Mittelwerte der drei Marker-Gruppen ( $P < 0,05$ , Scheffé).

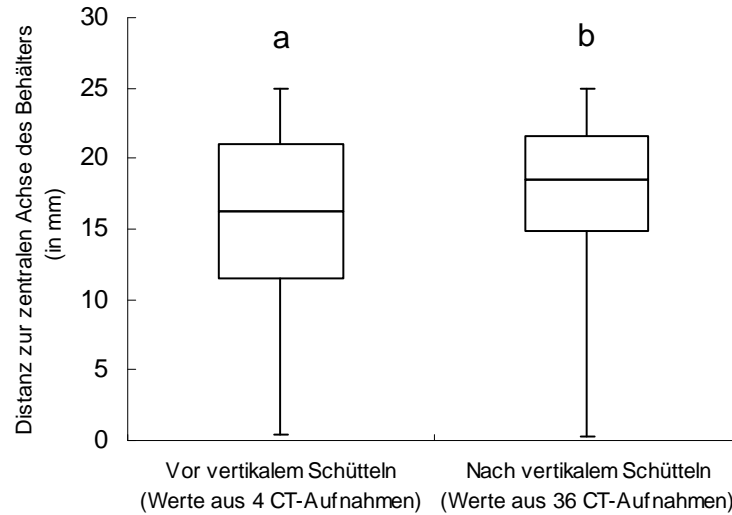
#### *Distanz zur zentralen Achse des Behälters*

Es wurde neben der Höhenverteilung der Marker auch deren Position, bezogen auf die zentrale Achse des Behälters, untersucht. Mit dieser Auswertung wird die Frage beantwortet, ob die Marker insgesamt nach dem vertikalen Schütteln eher im Zentrum des Behälters oder näher an der Wand liegen. Weiterhin wird auch dargestellt, ob sich die Marker untereinander in Bezug auf ihre Distanz zur zentralen Achse des Behälters unterscheiden.

Die Abb. 18 zeigt zunächst die Verteilung der Marker im Weizen vor und nach dem Schüttelversuch in Bezug auf deren Distanz zur zentralen Achse des Behälters. Die Verteilung vor dem Schüttelversuch ( $M_{0,5}=16,26$  mm,  $Q_{0,25}=11,49$  mm und  $Q_{0,75}=20,96$  mm) weicht signifikant von der Verteilung nach dem Schüttelversuch ab ( $M_{0,5}=18,56$  mm,  $Q_{0,25}=14,84$  mm und

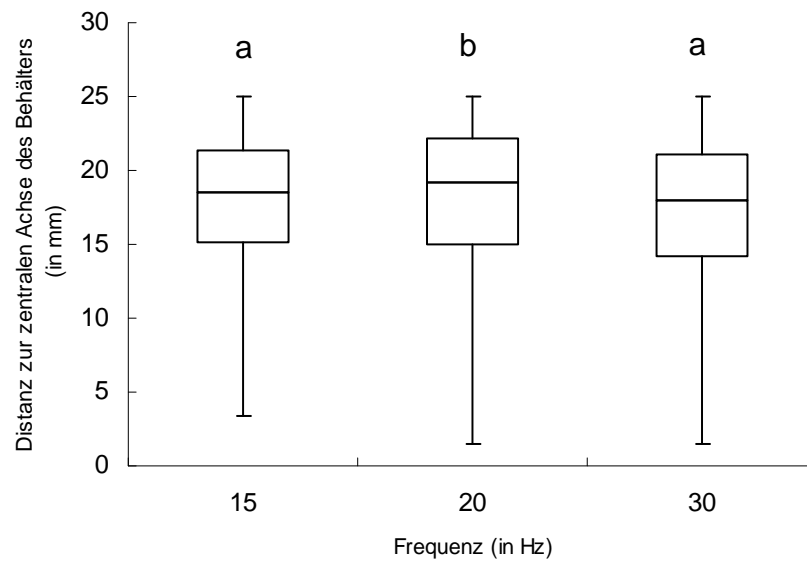


$Q_{0,75}=21,62$  mm). Nach dem Schüttelversuch lagen die Marker insgesamt weiter vom Zentrum entfernt.



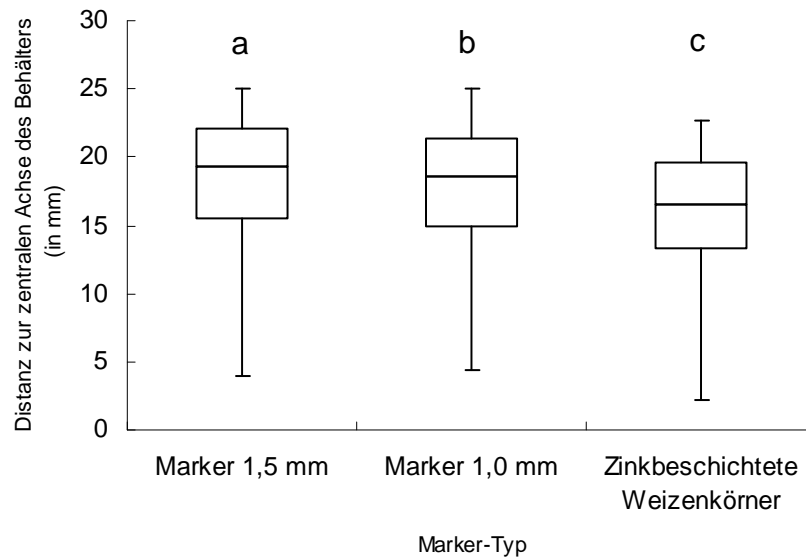
**Abb. 18:** Verteilung der Werte für die Distanz zur zentralen Achse des Behälters der Marker im Weizen, dargestellt als Box-Plot (Minimum, 25 %, 50 %, und 75 % Quantil sowie Maximum). Verschiedene Buchstaben kennzeichnen signifikant unterschiedliche Mittelwerte der Gruppe vor und nach dem Schüttelversuch ( $P < 0,05$ , U-Test nach Mann & Whitney).

Wie bei der Entfernung der Marker zum Behälterboden unterscheidet sich die Frequenz von 20 Hz ( $M_{0,5}=19,22$  mm,  $Q_{0,25}=14,95$  mm und  $Q_{0,75}=22,17$  mm) signifikant von den beiden anderen Frequenzen (Abb. 19). Die Frequenzen 15 Hz ( $M_{0,5}=18,54$  mm,  $Q_{0,25}=15,18$  mm und  $Q_{0,75}=21,37$  mm) und 30 Hz ( $M_{0,5}=18,01$  mm,  $Q_{0,25}=14,24$  mm und  $Q_{0,75}=21,1$  mm) unterscheiden sich hinsichtlich der Distanz zur zentralen Achse des Behälters nicht signifikant.



**Abb. 19:** Verteilung der Werte für die Distanz zur zentralen Achse des Behälters der Marker im Weizen, dargestellt als Box-Plot (Minimum, 25 %, 50 %, und 75 % Quantil sowie Maximum). Verschiedene Buchstaben kennzeichnen signifikant unterschiedliche Mittelwerte der drei Frequenz-Gruppen ( $P < 0,05$ , U-Test nach Mann & Whitney).

Alle Marker-Typen (Marker 1,5 mm, Marker 1,0 mm und zinkbeschichtete Weizenkörner) unterscheiden sich signifikant (Abb. 20). Die Marker mit 1,5 mm Stahlkugel ( $M_{0,5}=19,35$  mm,  $Q_{0,25}=15,45$  mm und  $Q_{0,75}=22,04$  mm) liegen dabei tendenziell am weitesten entfernt von der zentralen Achse des Behälters. Es folgt der Marker mit 1,0 mm Stahlkugel ( $M_{0,5}=18,54$  mm,  $Q_{0,25}=14,91$  mm und  $Q_{0,75}=19,62$  mm). Und die zinkbeschichteten Körner ( $M_{0,5}=16,59$  mm,  $Q_{0,25}=13,34$  mm und  $Q_{0,75}=19,62$  mm) liegen im Verhältnis zu den anderen beiden Markern am dichtesten an der zentralen Achse des Behälters.

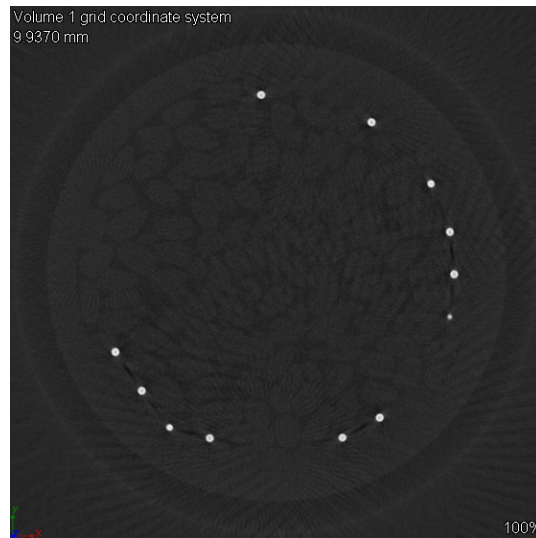


**Abb. 20:** Verteilung der Werte für die Distanz zur zentralen Achse des Behälters der Marker im Weizen, dargestellt als Box-Plot (Minimum, 25 %, 50 %, und 75 % Quantil sowie Maximum). Verschiedene Buchstaben kennzeichnen signifikant unterschiedliche Mittelwerte der drei Marker-Gruppen ( $P < 0,05$ , U-Test nach Mann & Whitney).

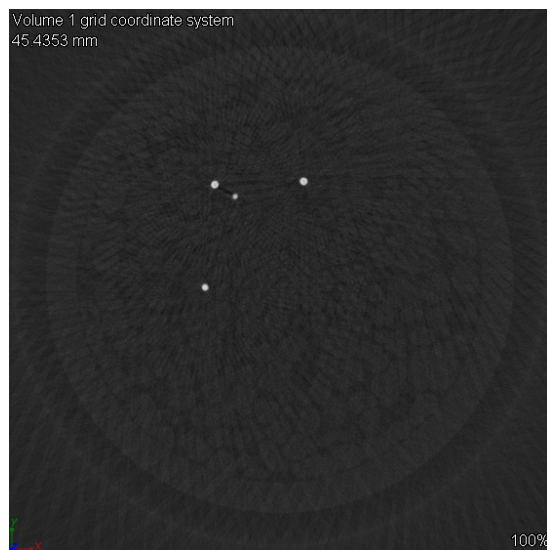
#### *Ablagerung der Marker am Behälterrand*

Bei der Beschreibung der Abb. 14 ist auf die scheinbar mehr als zufällige Anhäufung der Marker am Rand des Behälterbodens hingewiesen worden. Dies ist in den entsprechenden CT-Aufnahmen ebenfalls gut zu erkennen. Zum Vergleich soll hier eine einzelne Schichtaufnahme knapp über dem Behälterboden (Abb. 21) einer einzelnen Schichtaufnahme aus der oberen Mitte des Behälters (Abb. 22) gegenübergestellt werden.

In der Abb. 21 sind insgesamt 12 weiße Punkte (Marker mit 1,0 mm Stahlkugel) und in Abb. 22 sind insgesamt 4 weiße Punkte (Marker mit 1,0 mm Stahlkugel) zu erkennen. Die weißen Punkte sind die in Epoxydharz gekapselten Stahlkugeln. Es zeigt sich die Diskrepanz zwischen der Anzahl Marker am Behälterrand und –boden gegenüber dem restlichen Behälterraum.



**Abb. 21:** Ablagerung der Marker 1,0 mm im Weizen am Behälterrand (CT-Bild Nr. 16 der zweiten Wiederholung bei einer Schüttelfrequenz von 20 Hz)



**Abb. 22:** Lage der Marker 1,0 mm im Weizen in der Mitte des Behälters (CT-Bild Nr. 300 der zweiten Wiederholung bei einer Schüttelfrequenz von 20 Hz)

Um diesen visuellen Eindruck mit Zahlen zu belegen, sind getrennt nach Frequenz und Marker-Typ die absoluten und relativen Anteile der am Rand liegenden Marker in den Tab. 9 und 10 dargestellt.

Die Tab. 9 zeigt, dass bei einer Frequenz von 20 Hz im Vergleich zu den anderen Frequenzen die meisten Marker am Rand liegen bleiben. Die erwartete Anzahl beträgt 53 Marker. Es finden sich allerdings 93 Marker am Rand, und damit übersteigt die Anzahl die Erwartung um rund 76 %. Bei der Frequenz 30 Hz sind es noch rund 36 %, und bei der Frequenz 15 Hz unterschreitet die gefundene Anzahl die erwartete um rund 85 %.

**Tab. 9: Anzahl der Marker in allen Schüttelversuchen mit Weizen je Frequenz. Aufgeteilt nach Gesamtzahl der Marker, erwartete Anzahl Marker bei gleichmäßiger Verteilung im Behälter, die tatsächliche Anzahl der am Rand liegenden Marker und deren prozentualer Anteil an der Gesamtzahl.**

Frequenz	(in Hz)	15	20	30
Marker insgesamt	(Stück)	760	760	760
Bei gleichmäßiger Verteilung zu erwartende Marker am Rand (gerundet)	(Stück)	53	53	53
Marker am Rand	(Stück)	8	93	72
Anteil Rand-Marker	(in %)	1,05	12,24	9,47

Die Ergebnisse zur Ablagerung am Rand, aufgeteilt nach Marker-Typ, zeigt die Tab. 10. Am auffälligsten ist hier der Marker mit der 1,5 mm Stahlkugel am Rand zu finden. Bei diesem Marker-Typ wird die erwartete Anzahl um rund 62 % überschritten. Bei den anderen beiden Marker-Typen werden die erwarteten Anzahlen unterschritten. Um rund 20 % bei dem Marker mit 1,0 mm Stahlkugel und bei den zinkbeschichteten Weizenkörnern um rund 94 %.

**Tab. 10: Anzahl der Marker in allen Schüttelversuchen mit Weizen je Marker-Typ. Aufgeteilt nach Gesamtzahl der Marker, erwartete Anzahl Marker bei gleichmäßiger Verteilung im Behälter, die tatsächliche Anzahl der am Rand liegenden Marker und deren prozentualer Anteil an der Gesamtzahl.**

Marker-Typ		Marker 1,5 mm	Marker 1,0 mm	Zinkbeschichtete Weizenkörner
Marker insgesamt	(Stück)	1020	1020	240
Bei gleichmäßiger Verteilung zu erwartende Marker am Rand (gerundet)	(Stück)	71	71	17
Marker am Rand	(Stück)	115	57	1
Anteil Rand-Marker	(in %)	11,27	5,59	0,42

### 3.4 Einfluss von Fördertechnik und Silolagerung

Ist es möglich, die Vermischung von zwei unterschiedlichen Weizenchargen mit Hilfe des Markers (1,5 mm Stahlkugel) qualitativ und quantitativ zu beurteilen? Zu dieser Frage werden die Ergebnisse aus den Versuchen zur pneumatischen und mechanischen Förderung sowie den Siloversuchen in den Kapiteln 3.4.1 bis 3.4.4 zusammengefasst.

In dem Unterkapitel 3.4.5 sind die Ergebnisse zur Qualität der Analyse zur Bewertung der Weizenanteile in einer Versuchsprobe dargestellt.

#### 3.4.1 Güte der Markierung nach pneumatischer Förderung

Bei der pneumatischen Förderung sind je Versuch 15 kg Weizen in zwei Chargen (5 kg gefärbter und 10 kg ungefärbter Weizen) gefördert worden. Die Chargen waren mit 50 gekennzeichneten Markern je Kilogramm versehen. Am Ende der Förderung wurde die Gesamtmenge in fünf Teilmengen von rund 3 kg aufgeteilt.

Mit Hilfe der Entscheidungsmatrix (Kap. 2.4.4, Tab. 6) ist eine qualitative Bewertung der Markierung vorgenommen worden. Die gewonnenen

Informationen über die Güte der Markierung sind für den gefärbten Weizen in Tab. 11 und für den ungefärbten Weizen in Tab. 12 abgetragen.

In beiden Fällen zeigt sich, mit einer Korrektklassifikationsrate von 1 und dementsprechend einer Falschklassifikationsrate von 0, für eine Testentscheidung das bestmögliche Ergebnis.

**Tab. 11: Ergebnisse zum Status von gefärbtem Weizen und Markern in den Proben der pneumatischen Förderversuche (Korrektklassifikationsrate = 1, Falschklassifikationsrate = 0; 50 Marker/kg Weizen)**

Status der Marker	Status Weizenkörner		Gesamt
	Körner gefärbt vorhanden	Körner gefärbt nicht vorhanden	
Marker gefärbt vorhanden	15	0	15
Marker gefärbt nicht vorhanden	0	0	0
Gesamt	15	0	15

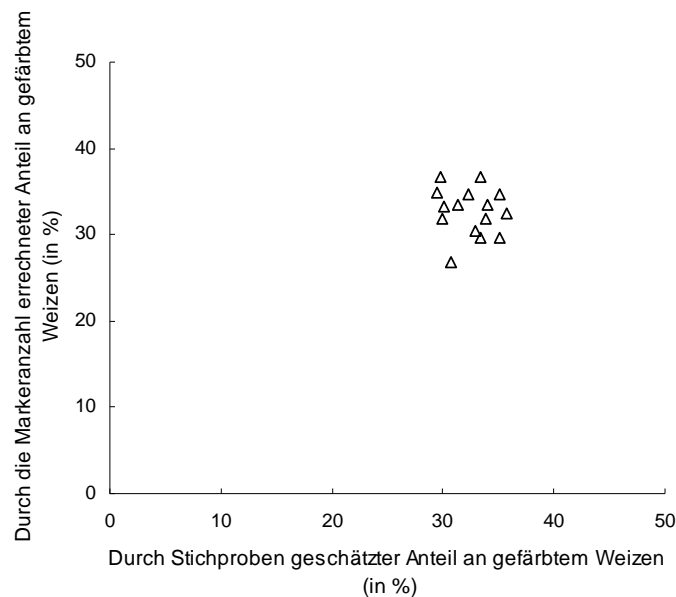
**Tab. 12: Ergebnisse zum Status von ungefärbtem Weizen und Markern in den Proben der pneumatischen Förderversuche (Korrektklassifikationsrate = 1, Falschklassifikationsrate = 0; 50 Marker/kg Weizen)**

Status der Marker	Status Weizenkörner		Gesamt
	Körner ungefärbt vorhanden	Körner ungefärbt nicht vorhanden	
Marker ungefärbt vorhanden	15	0	15
Marker ungefärbt nicht vorhanden	0	0	0
Gesamt	15	0	15

Mit der Gegenüberstellung der ermittelten Anteile an Weizen durch die Anzahl an Markern und die durch Stichprobenziehung geschätzten Anteile

soll gezeigt werden, ob ein linearer Zusammenhang zwischen beiden besteht.

Das Regressionsmodell der pneumatischen Förderung gibt, für die in Abb. 23 gezeigte Streuung, ein Bestimmtheitsmaß  $R^2$  von 0,019 aus. Es lässt sich sagen, dass es keinen Zusammenhang zwischen den beiden Variablen gibt. Die Werte für die Variable „Durch Markeranzahl errechneter Anteil“ liegen zwischen rund 25 % und 35 % und für die Variable „Durch Stichproben geschätzter Anteil“ zwischen rund 30 % und 40 %.



**Abb. 23: Beziehung zwischen dem durch die Anzahl an Markern errechneten und dem durch Stichproben geschätzten Anteil gefärbten Weizens in den einzelnen Proben nach Förderung mit der Saugförderanlage**

### 3.4.2 Güte der Markierung nach mechanischer Förderung

Mit dem Becherelevator wurde eine Masse von 99 kg Weizen gefördert. Die Gesamtmasse hat sich auf zwei mit Markern gekennzeichneten Chargen aufgeteilt (33 kg gefärbter Weizen und 66 kg ungefärbter Weizen). Am Ende



der Förderung wurde die Gesamtmasse in fünf Teilmengen zu rund 20 kg aufgeteilt.

Die Ergebnisse zum Status des gefärbten oder ungefärbten Weizens, bewertet am Vorhandensein der entsprechend gekennzeichneten Marker, sind in Tab. 13 und 14 zu finden. Die Korrektklassifikationsrate ist in beiden Fällen 1, und entsprechend ist die Falschklassifikationsrate gleich 0.

Auch hier ist das bestmögliche Ergebnis für die Testentscheidung zu finden.

**Tab. 13: Ergebnisse zum Status von gefärbtem Weizen und Markern in den Proben der Förderversuche mit dem Becherelevator (Korrektklassifikationsrate = 1, Falschklassifikationsrate = 0; 50 Marker/kg Weizen)**

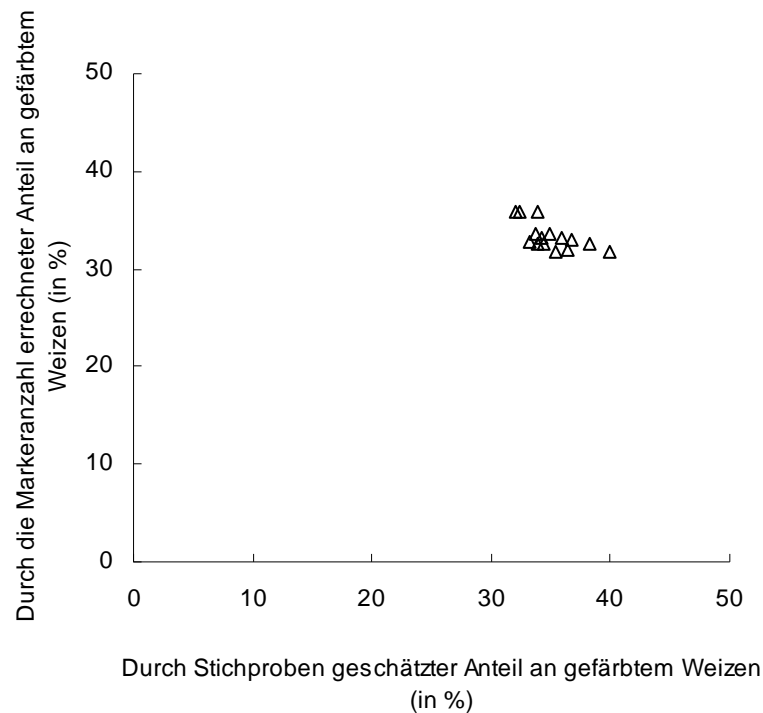
Status der Marker	Status Weizenkörner		Gesamt
	Körner gefärbt vorhanden	Körner gefärbt nicht vorhanden	
Marker gefärbt vorhanden	15	0	15
Marker gefärbt nicht vorhanden	0	0	0
Gesamt	15	0	15

**Tab. 14: Ergebnisse zum Status von ungefärbtem Weizen und Markern in den Proben der Förderversuche mit dem Becherelevator (Korrektklassifikationsrate = 1, Falschklassifikationsrate = 0; 50 Marker/kg Weizen)**

Status der Marker	Status Weizenkörner		Gesamt
	Körner ungefärbt vorhanden	Körner ungefärbt nicht vorhanden	
Marker ungefärbt vorhanden	15	0	15
Marker ungefärbt nicht vorhanden	0	0	0
Gesamt	15	0	15

Mit einem Bestimmtheitsmaß  $R^2$  von 0,437 wird die Streuung der Daten aus den Förderversuchen mit dem Becherelevator besser erklärt als im Fall der pneumatischen Förderung. Der Zusammenhang ist aber als sehr schwach anzusehen.

Die Streuung der Daten der Variablen „Durch Markeranzahl errechneter Anteil“ (zwischen rund 30 % und 35 %) ist gegenüber der Streuung der Variablen „Durch Stichproben geschätzter Anteil“ (zwischen rund 30 % und 40 %) geringer (Abb. 24).



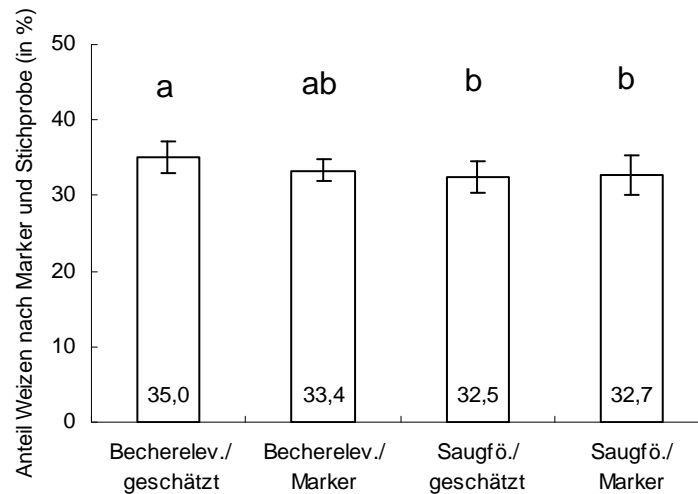
**Abb. 24:** Beziehung zwischen dem durch die Anzahl an Markern errechneten und dem durch Stichproben geschätzten Anteil gefärbten Weizens in den einzelnen Proben nach Förderung mit dem Becherelevator

### 3.4.3 Vergleich der beiden Fördertechniken

Aus den Regressionsmodellen der pneumatischen Förderung und der mechanischen Förderung lässt sich vermuten, dass sich diese hinsichtlich der Mittelwerte für die ermittelten Anteile an Weizen unterscheiden (Abb. 23 und 24). Mit dem Ergebnis der Varianzanalyse lässt sich diese Vermutung bestätigen.

Die Mittelwerte der vier möglichen Konstellationen aus Förderung und Art der Ermittlung des Anteils gefärbten Weizens sind in Abb. 25 abgetragen. Die Anteile wurden entweder auf Grundlage der gefundenen Marker geschätzt oder durch Aufteilung der Proben und anschließend händischer Sortierung

bestimmt. Mit der Prozedur ALM - univariat und dem Post-Hoc-Test Scheffé sind die Konstellationen auf gleiche Mittelwerte geprüft worden.



**Abb. 25: Vergleich von Becherelevator und der Saugförderanlage anhand der mittleren Anteile des gefärbten Weizens in den Proben. Verschiedene Buchstaben kennzeichnen signifikant unterschiedliche Mittelwerte ( $P < 0,05$ , Scheffé).**

Für den Mittelwert des durch Stichproben geschätzten Weizenanteils nach der Förderung im Becherelevator ergibt sich ein signifikanter Unterschied zu den beiden Konstellationen der pneumatischen Förderung.

Für die Konstellation Förderung im Becherelevator und Errechnung der unterschiedlichen Weizenanteile über die Anzahl Marker ergibt sich zu keiner anderen Konstellation ein signifikanter Unterschied.

#### **3.4.4 Güte der Markierung nach Siloentleerung**

Im Ergebnisteil der Förderversuche ist die Matrix zum Berechnen der Korrekt- und Falschklassifikationsrate besprochen worden. Auch bei den Siloversuchen kommt sie zur Anwendung.

Allerdings ist für die Siloversuche eine Abwandlung vorgenommen worden. Da nur eine der zwei verwendeten Weizenchargen mit Markern

gekennzeichnet war, liegt auch nur eine Matrix für den ungefärbten Weizen vor. Die Ergebnisse für die ungefärbte Weizencharge sind in den Tab. 15 bis Tab. 17 zu finden.

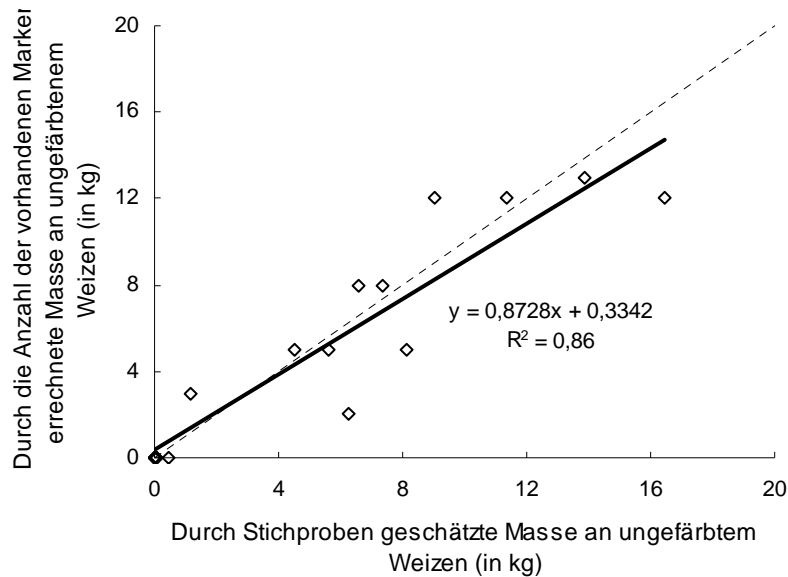
Verglichen mit den Werten der Förderversuche ist die Korrektklassifikationsrate für den ersten Siloversuch (1 Marker je Kilogramm Weizen) mit 0,83 weniger günstig ausgefallen (Falschklassifikationsrate 0,17). Durch die drei Falschklassifikationen, Zelle c. Falsch/Negativ, ist dies begründet (Tab. 15).

**Tab. 15: Ergebnisse zum Status von ungefärbtem Weizen und Markern in den Proben der Siloversuche (Korrektklassifikationsrate = 0,83, Falschklassifikationsrate = 0,17; 1 Marker/ kg Weizen)**

Status der Marker	Status Weizenkörner		Gesamt
	Körner ungefärbt vorhanden	Körner ungefärbt nicht vorhanden	
Marker ungefärbt vorhanden	12	0	12
Marker ungefärbt nicht vorhanden	(c.) 3	3	0
Gesamt	15	3	18

Mit einem Bestimmtheitsmaß  $R^2$  von 0,86 ist ein Zusammenhang zwischen der durch die vorhandene Anzahl Marker errechneten und der durch Stichproben geschätzten Masse gegeben. Die Streuung wird gut erklärt (Abb. 26).

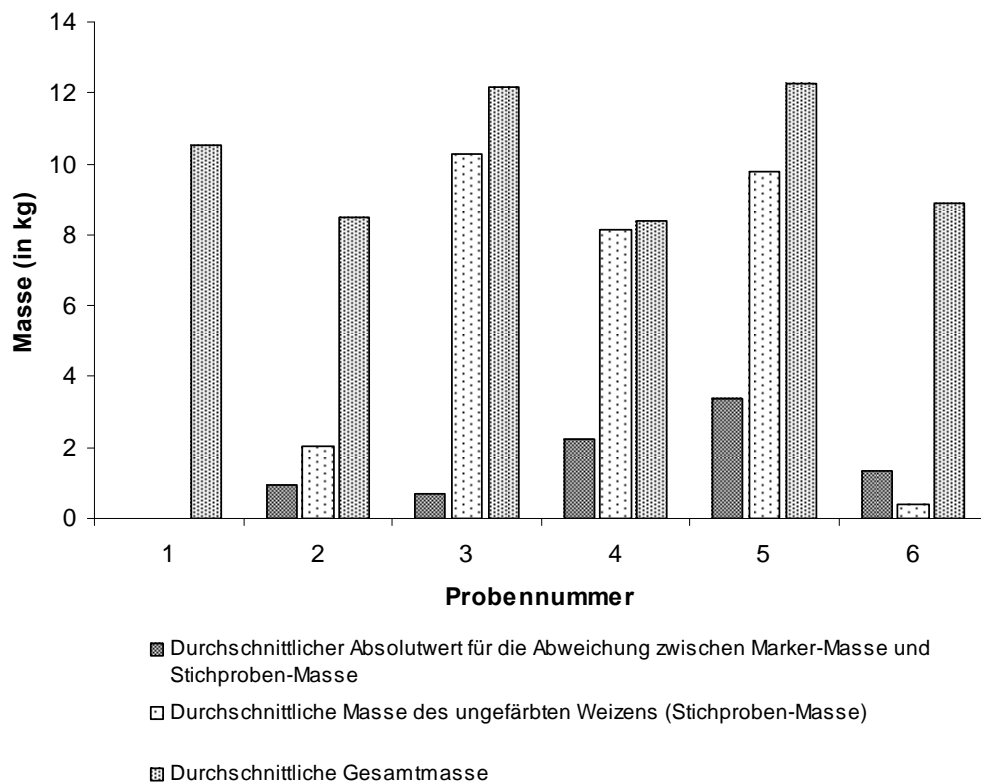
Allerdings zeigt die eingezeichnete Winkelhalbierende, dass bei einer gering geschätzten Masse (unter 4 kg) diese durch die vom Marker errechnete Masse überschritten wird. Ab 4 kg und mehr kippt das Verhältnis. Dann ist die errechnete Masse in der Tendenz geringer als die geschätzte Masse. Der geschilderte Umstand drückt sich auch in der Geradengleichung aus. Der Achsversatz ist positiv, die Steigung ist aber geringer als 1.



**Abb. 26: Beziehung zwischen der durch Markeranzahl errechneten und der geschätzten Masse an ungefärbtem Weizen in den Siloproben mit 1 Marker/kg (gestrichelte Linie = Winkelhalbierende)**

Die Abweichungen zwischen der durch die Markeranzahl errechneten Masse (Marker-Masse) und der durch Stichproben geschätzten Masse (Stichproben-Masse) werden mit dem durchschnittlichen Absolutwert dargestellt. Aus Abb. 27 ist für die Siloversuche mit einem Marker je Kilogramm ungefärbten Weizens zu erkennen, dass die durchschnittliche Abweichung zwischen den Proben schwankt. Je nach Probennummer beträgt die Abweichung rund 3,5 kg oder bei Probennummer 1 auch 0 kg.

Die Probennummer 1 enthält auch keinen ungefärbten Weizen. Die größten Massenanteile an ungefärbtem Weizen finden sich in den Proben 3, 4 und 5. Die durchschnittliche Gesamtmasse der Proben schwankt zwischen rund 8 kg und 12 kg.



**Abb. 27: Durchschnittliche Abweichung (Absolutwert) der Marker-Masse von der Stichproben-Masse der Siloversuche mit einem Marker je Kilogramm Weizen, gegenübergestellt der durchschnittlichen Masse des ungefärbten Weizens und der durchschnittlichen Gesamtmasse je Probe.**

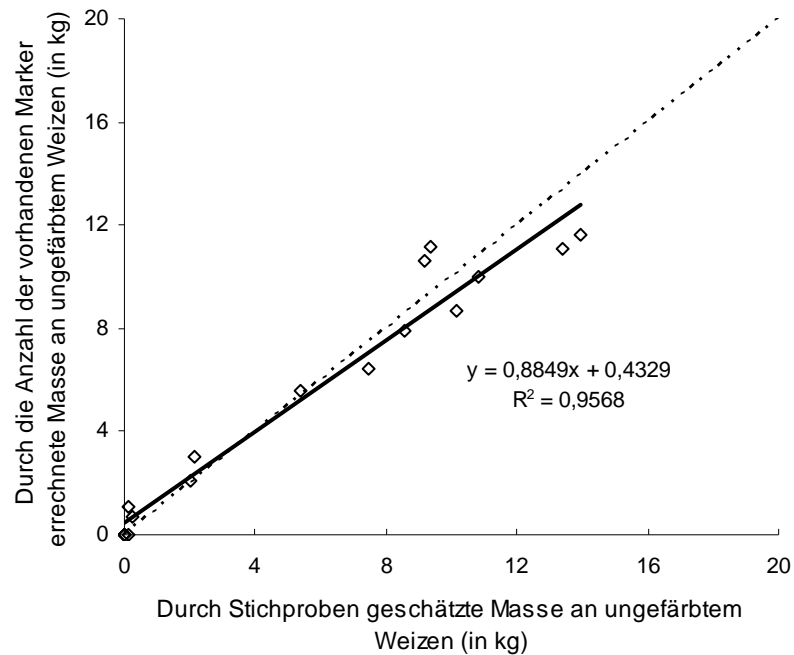
Für die Siloversuche mit einer Marker-Konzentration von 10 Markern je Kilogramm Weizen beträgt die Korrektclassifikationsrate 0,94 (Falschclassifikationsrate 0,06). Das ist gegenüber dem ersten Siloversuch (1 Marker/kg) eine Verbesserung um den Betrag von 0,08 (Tab. 16). Es ist ein Fehler in Zelle c. Falsch/Negativ aufgetreten.

**Tab. 16: Ergebnisse zum Status von ungefärbtem Weizen und Markern in den Proben der Siloversuche (Korrektklassifikationsrate = 0,94, Falschklassifikationsrate = 0,06; 10 Marker/ kg Weizen)**

Status der Marker	Status Weizenkörner		Gesamt
	Körner ungefärbt vorhanden	Körner ungefärbt nicht vorhanden	
Marker ungefärbt vorhanden	13	0	13
Marker ungefärbt nicht vorhanden	(c.) 1	4	5
Gesamt	14	4	18

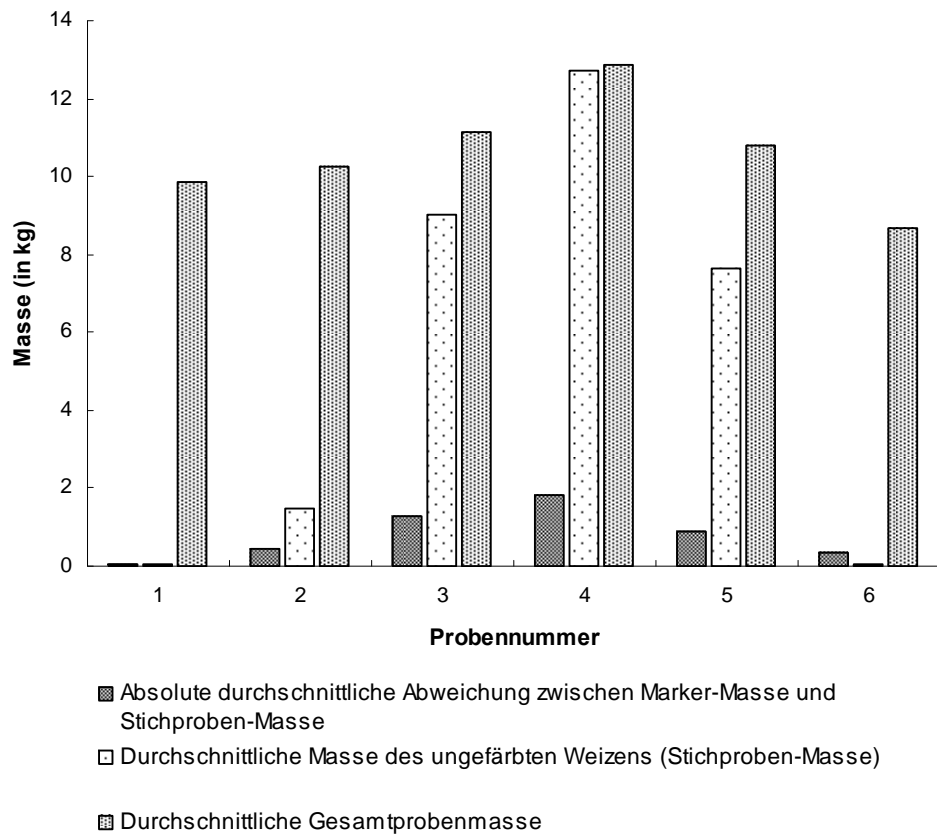
Für die Regressionsgerade in Abb. 28 stellt sich ein ähnliches Bild wie in Abb. 27 dar. Hier spricht das Bestimmtheitsmaß  $R^2$  mit 0,9568 aber für eine bessere Erklärung der Streuung durch die Gerade. Bis rund 4 kg ist die durch den Marker errechnete Masse aber tendenziell höher als die auf Grundlage der Stichprobe geschätzte Masse. Ab 4 kg und darüber dreht sich auch hier das Verhältnis um.





**Abb. 28: Beziehung zwischen der durch Markeranzahl errechneten und der geschätzten Masse an ungefärbtem Weizen in den Siloproben mit 10 Markern/kg (gestrichelte Linie = Winkelhalbierende)**

Aus Abb. 29 ist zu erkennen, dass in jeder Probe eine Abweichung zwischen Marker-Masse und Stichproben-Masse vorliegt. Die Abweichungen sind allerdings mit deutlich unter einem Kilogramm (Probenummer 1) und rund zwei Kilogramm (Probenummer 4) geringer als im ersten Fall (1 Marker je Kilogramm Weizen). Die größte Masse an ungefärbtem Weizen liegt wieder in den Proben 3, 4 und 5 vor. Die durchschnittliche Gesamtmasse schwankt zwischen rund 10 kg und 12 kg je nach Probe.



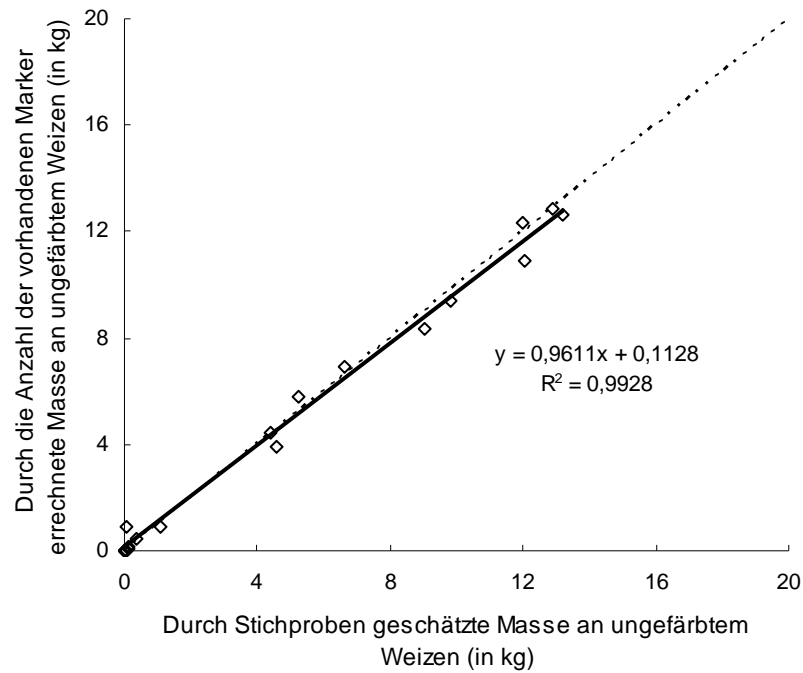
**Abb. 29: Durchschnittliche Abweichung (Absolutwert) der Marker-Masse von der Stichproben-Masse der Siloversuche mit 10 Markern je Kilogramm Weizen, gegenübergestellt der durchschnittlichen Masse des ungefärbten Weizens und der durchschnittlichen Gesamtmasse je Probe.**

Der letzte Siloversuch hat mit 50 Markern je Kilogramm Weizen stattgefunden. Die Tab. 17 zeigt, dass in Zelle c. Falsch/Negativ wieder ein Fehler zu finden ist. Damit beträgt die Korrekturklassifikationsrate 0,94 (Falschklassifikationsrate 0,06) und hat damit den gleichen Wert wie im Fall des zweiten Versuchs (10 Marker/kg).

**Tab. 17: Ergebnisse zum Status von ungefärbtem Weizen und Markern in den Proben der Siloversuche (Korrektklassifikationsrate = 0,94, Falschklassifikationsrate = 0,06; 50 Marker/ kg Weizen)**

Status der Marker	Status Weizenkörner		Gesamt
	Körner ungefärbt vorhanden	Körner ungefärbt nicht vorhanden	
Marker ungefärbt vorhanden	15	0	15
Marker ungefärbt nicht vorhanden	(c.) 1	2	3
Gesamt	16	2	18

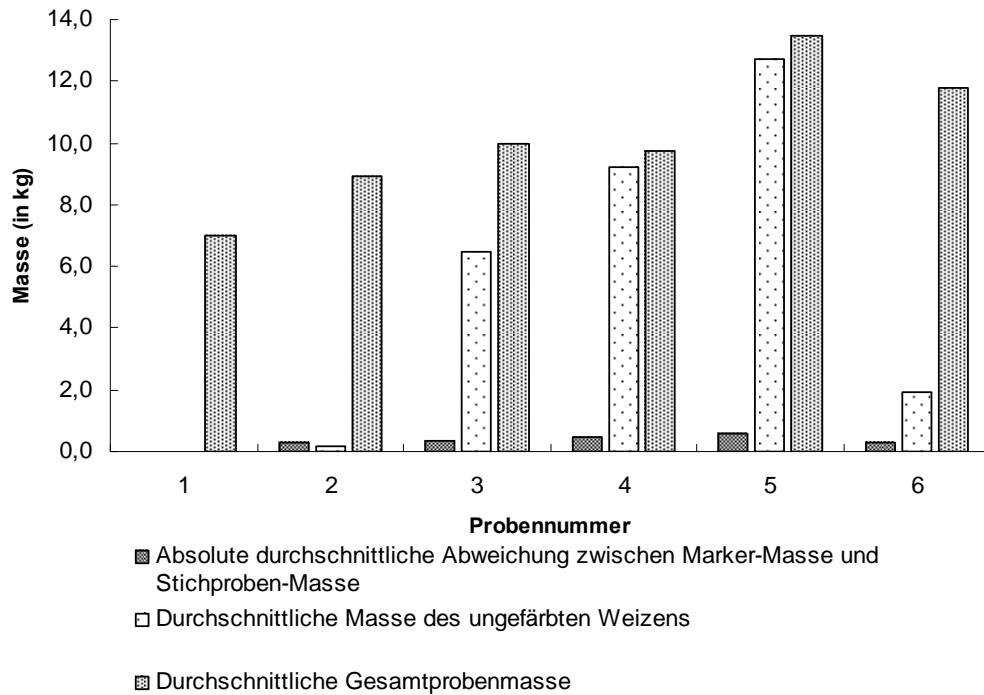
Die Streuung der Variablen wird, mit einem Bestimmtheitsmaß  $R^2$  von 0,9928, im letzten Versuch am besten erklärt (Abb. 30). Die Gleichung zeigt, dass die Regressionsgerade fast auf der Winkelhalbierenden liegt. Der Achsversatz ist mit 0,1128 nahe null und die Steigung mit 0,9611 nahe 1.



**Abb. 30: Beziehung zwischen der durch Markeranzahl errechneten und der geschätzten Masse an ungefärbtem Weizen in den Siloproben mit 50 Markern/kg (gestrichelte Linie = Winkelhalbierende)**

Für den Versuch mit 50 Markern je Kilogramm Weizen ist der durchschnittliche Absolutwert für die Abweichung von Marker-Masse und Stichproben-Masse am niedrigsten. Die Abweichung ist für jede Probe deutlich unter einem Kilogramm. Dies wurde bei keiner der anderen Versuchsanstellungen erreicht (Abb. 31).

Der größte Massenanteil an ungefärbtem Weizen ist wieder in den Proben 3, 4 und 5 zu finden. Die durchschnittliche Gesamtmasse der Proben schwankt je nach Probennummer zwischen rund 6,5 kg und 14 kg.



**Abb. 31:** Durchschnittliche Abweichung (Absolutwert) der Marker-Masse von der Stichproben-Masse der Siloversuche mit 50 Markern je Kilogramm Weizen, gegenübergestellt der durchschnittlichen Masse des ungefärbten Weizens und der durchschnittlichen Gesamtmasse je Probe.

### 3.4.5 Qualität der Probenanalyse

Mit einer Zehnfachbestimmung wurde eine Mischung mit einem 50 % Anteil an gefärbtem Weizen auf ihre jeweiligen durch Sortieren, Zählen und Wiegen ermittelten Weizenanteile untersucht.

Aus Tab. 18 lässt sich ablesen, dass der Mittelwert für den Anteil gefärbter Weizenkörner in der Probe um 0,6 % vom tatsächlichen Anteil abweicht. Die Ergebnisse der Analyse streuen mit 5,5 % um den Mittelwert. Die Abweichung vom tatsächlichen Anteil ist bei dem Mittelwert der Gewichtsanteile des gefärbten Weizens größer als bei dem Mittelwert der Zählung. Die Abweichung beträgt 1,5 % und ist damit um 0,9 % höher. Die Streuung um den Mittelwert ist ebenfalls mit 6,1 % ausgeprägter.

**Tab. 18: Daten zur Bewertung der Methode zur Ermittlung der Mischverhältnisse als Zehnfachbestimmung ausgeführt**

Probe mit 50 % gefärbtem Weizen	Anteil gefärbter Weizenkörner in der Probe (in %)	Gewichtsanteil des gefärbten Weizens in der Probe (in %)
1	53,1	51,7
2	45,2	44,7
3	55,8	56,4
4	56,2	62,9
5	50,4	49,2
6	42,1	47,1
7	48,8	48,6
8	53,7	53,6
9	57,3	57,1
10	43,9	43,3
Mittelwert	50,6	51,5
Standardabweichung	5,5	6,1

Alle Proben der Förder- und Siloversuche sind mit einer Dreifachbestimmung auf ihre Weizenanteile untersucht worden. Der Vertrauensbereich ist für die Gewichtsanteile nach Gl. (1),  $S = 0,95$ :

$$\Delta \bar{x}_{(3)} = 6,1 \frac{2,26}{\sqrt{3}} = 7,96.$$

Das heißt im Ergebnis, dass eine Abweichung von größer 8 % nicht zufällig ist (Vertrauensbereich der Dreifachbestimmung =  $\bar{x} \pm 7,96\%$ ,  $S = 0,95$ ).

Für den Vertrauensbereich der ermittelten Anteile durch Zählung ergibt sich nach Gl. (1),  $S = 0,95$ :

$$\Delta \bar{x}_{(3)} = 5,5 \frac{2,26}{\sqrt{3}} = 7,18.$$

Auch hier lässt sich sagen, dass eine Abweichung größer 8 % nicht zufällig ist (Vertrauensbereich der Dreifachbestimmung =  $\bar{x} \pm 7,18\%$ ,  $S = 0,95$ ).

Die Zehnfachbestimmung wurde für einen 50 % Anteil an gefärbtem Weizen durchgeführt. Um den Zusammenhang zwischen unterschiedlichen Anteilen aufzuzeigen, wurde eine Kalibrationsfunktion erstellt.

Aus Tab. 19 lassen sich die Abstufungen und die, durch Sortierung und Wiegung für die Kalibrationsfunktion ermittelten Anteile, an gefärbtem Weizen ablesen.

**Tab. 19: Daten für die Erstellung der Kalibrationsfunktion**

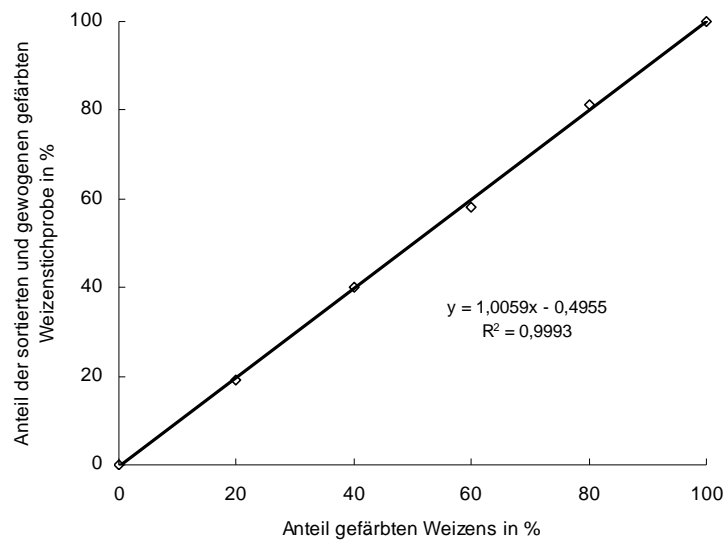
Anteil gefärbten Weizens (in %)	Anteil der sortierten und gewogenen gefärbten Weizenstichprobe (in %)
0	0
20	19
40	40
60	58
80	81
100	100

In Abb. 32 ist die dazugehörige Kalibrationsfunktion in einem orthogonalen Koordinatensystem abgetragen. Auf der Abszisse sind die tatsächlichen Anteile in der Gesamtmischung abgetragen und auf der Ordinate die durch Sortierung und Wiegung geschätzten.

Mit einem Bestimmtheitsmaß  $R^2$  von 0,9993 ist ein starker Zusammenhang zwischen dem tatsächlichen und dem durch Stichproben geschätzten Anteil gegeben.

Es ist überdies ein sehr enger Zusammenhang zwischen den absoluten Werten gegeben. Die Gleichung der Schätzfunktion mit einer Steigung knapp über 1 und einem negativen Achsversatz nahe dem Ursprung belegt dies.

Die gewählte Analyse zur Ermittlung der Weizenanteile in einer Probe ist, auf Grundlage der geschilderten Daten, für die bearbeitete Fragestellung als zuverlässig einzustufen.



**Abb. 32:** Kalibrationsfunktion für die Methode zur Ermittlung der Mischverhältnisse



## 4 Diskussion

### 4.1 Methoden zur Kennzeichnung des Weizens

Für die Förder- und Siloversuche war es wichtig, zwei Weizenchargen voneinander zu unterscheiden. Deshalb ist eine Charge mit Lebensmittelfarbe eingefärbt worden. Für die Schüttelversuche mussten einzelne Körner mit Zink beschichtet werden, um diese auf den CT-Aufnahmen wieder zu finden. Zum Vergleich der Eigenschaften der drei Weizenvarianten sind einige Kennzahlen erhoben worden.

Die Ergebnisse zur Bestimmung des Ruhewinkels (Tab. 7) und der Fließfunktion (Abb. 12) zeigen, dass sich die Weizenvarianten unterscheiden. Diese Kennzahlen sagen etwas über die Fließfähigkeit der eingesetzten Weizenvarianten aus [35, 54, 63].

Es stellt sich die Frage, welche Auswirkungen die gemessenen Abweichungen für die Interpretation der Hauptversuche haben. Dem soll hier nachgegangen werden.

Für den Ruhewinkel des ungefärbten Weizens sind  $29^\circ$ , für den des gefärbten Weizens  $30^\circ$  und für den zinkbeschichteten Weizen  $40^\circ$  gemessen worden (Tab. 7). Zwar handelt es sich immer um den gleichen Weizen, so dass die abweichenden Ruhewinkel mit der Kennzeichnung zu tun haben müssen. Es stellt sich aber die Frage, ob z.B. andere Weizensorten nicht auch zu einer Variation der Gradzahlen des Ruhewinkels geführt hätten, und diese noch in einem vertretbaren Rahmen liegt.

Ein direkter Vergleich des Ruhewinkels zu Literaturangaben kann durch die Art der Messung in einer Hele-Shaw-Zelle nicht getroffen werden. Um dennoch eine Aussage zur Schwankungsbreite treffen zu können, soll hier zum Vergleich der Böschungswinkel herangezogen werden. Kersten et al. (2004) geben für den Böschungswinkel von Weizen  $24^\circ$  bis  $32^\circ$  an [31]. Das ist eine Differenz zwischen den beiden Angaben von  $8^\circ$ . Übertragen auf die eigenen Untersuchungen ist die Abweichung von  $1^\circ$  zwischen ungefärbtem

und gefärbtem Weizen für die Interpretation der Hauptversuche zu vernachlässigen.

Etwas anderes ist es bei dem zinkbeschichteten Weizen (Abweichung  $11^\circ$  bzw.  $10^\circ$ ). Dort erscheint die Abweichung eine Grenze zu überschreiten. Mit  $40^\circ$  hat der zinkbeschichtete Weizen einen deutlich steileren Ruhewinkel, und dieser lässt auf ein weniger günstiges Fließverhalten schließen.

Die Einschätzung der Weizenvarianten hinsichtlich ihrer Fließeigenschaften wird durch die Ringschergerätemessungen und die daraus abgeleiteten Fließfunktionen bestätigt (Abb. 12). Die Fließfunktion des ungefärbten Weizens liegt bei 25 kPa im „frei fließenden“ und damit in einem üblichen Bereich für Weizen [42]. Der gefärbte Weizen hingegen überschreitet die Grenze des Fließfaktors  $ff_c$  von 10 nicht und bleibt damit im „leicht fließenden“ Bereich. Der zinkbeschichtete Weizen ist bei 10 kPa sogar im „kohäsiven“ Bereich, ist allerdings bei 25 kPa wie der gefärbte Weizen im „leicht fließenden“ Bereich. Dort aber auf einem höheren Niveau als der gefärbte Weizen.

Die weniger günstigen Fließeigenschaften des zinkbeschichteten Weizens sind bei der Interpretation der Schüttelversuche zu berücksichtigen. Durch die Versuche der vorliegenden Arbeit ist nicht festzustellen, ob die abweichenden Fließeigenschaften des zinkbeschichteten Weizens zu einer Entmischung geführt haben. Es ist aber nicht auszuschließen, da gerade bei „frei fließenden“ Schüttgütern bei unterschiedlichen Partikeleigenschaften Entmischungen auftreten [54]. Bei schlecht fließenden Schüttgütern, die meist sehr feine Partikel aufweisen, verhindern die zwischen ihnen wirkenden Haftkräfte eine Entmischung [63].

Es lässt sich festhalten, dass die vorgenommene Veränderung an dem Weizen messbare Auswirkungen hat. Es fehlt aber an Verfahren, die eine schnellere und einfachere Kennzeichnung ermöglichen, ohne Veränderungen hervorzurufen.

Zwar sind außergewöhnliche Techniken wie die Positron emission particle tracking (PEPT) Technik für eine wenig verändernde Kennzeichnung denkbar, aber für die Aufgabenstellung noch zu wenig anwendbar [47]. Handelt es sich um feine, gemahlene Partikel, dann kann nach ähnlichen Materialien gesucht werden, die ebenfalls gemahlen werden und als Marker (Tracer) dienen [45, 73]. Aber auch dies scheint für Partikel wie Weizenkörner wenig anwendbar.

Für größere Partikel ist in der Literatur das Anfärben als bewährte Methode beschrieben und kann für diese Arbeit auch als geeignet betrachtet werden [39, 72].

## **4.2 Eigenschaften Epoxydharz-Marker**

Beplate-Haarstrich (2008) hat bei der Konstruktion der Epoxydharz-Marker (bei ihm Korndummies genannt) darauf geachtet, dass diese dem Weizen möglichst entsprechen [3].

Die in dieser Arbeit durchgeführten Versuche zum Ruhewinkel und der Mischgüte lassen auf ähnliche Eigenschaften von Markern und Weizen schließen.

Die Versuche mit dem Schwingerreger zeigen allerdings einen Unterschied zu den Eigenschaften des Weizens, der in der Marker-Form begründet liegt. Dazu am Ende des Kapitels mehr. Zunächst soll kurz auf den Ruhewinkel und die Mischgüte eingegangen werden.

Der Ruhewinkel der Marker mit 1,5 mm Stahlkugel ist mit  $28^\circ$  um  $1^\circ$  geringer als der des ungefärbten Weizens (Tab. 8). Damit liegt der Marker in einem sehr guten Bereich, wie schon in Kap. 4.1 angesprochen.

Ein interessantes Ergebnis hat sich bei den Schüttelversuchen eingestellt. Die Marker haben sich in größerer Anzahl am Rand abgelagert (Tab. 10). Der Effekt konnte für beide Marker (1,5 mm und 1,0 mm Stahlkugel) über alle

Frequenzen festgestellt werden. Allerdings ist der Anteil an Rand-Markern bei dem Marker mit 1,5 mm Stahlkugel am höchsten.

Übertragen auf die Verteilung im Behälter (Abb. 20) ist zu erkennen, dass der größte Anteil der Marker mit 1,5 mm Stahlkugel weiter vom Behälterzentrum entfernt liegt als der Anteil Marker mit 1,0 mm Stahlkugel. Dem Zentrum am nächsten liegen die zinkbeschichteten Körner.

Bezogen auf die Distanz zum Behälterboden liegen die Marker mit 1,5 mm Stahlkugel diesem am nächsten, gefolgt von den zinkbeschichteten Körnern und den Markern mit 1,0 mm Stahlkugel (Abb. 17).

Bei genauer Betrachtung der Frequenz-Ergebnisse zur Distanz zum Boden (Abb. 16) und der Distanz zur zentralen Achse des Behälters (Abb. 19) fällt die Schüttelfrequenz von 20 Hz auf. Gegenüber den anderen beiden Frequenzen ist ein signifikanter Unterschied auszumachen. Wie aus Tab. 9 zu sehen, ist bei dieser Frequenz der Anteil an Rand-Markern am höchsten.

Das Phänomen der Ablagerung am Behälterboden und Behälterrang könnte mit dem inversen Paranaß-Effekt zu tun haben. Der inverse Paranaß-Effekt zeichnet sich dadurch aus, dass sich in einer Mischung aus zwei Komponenten die größeren Partikel am Boden sammeln [53].

Zwei Argumente sprechen dagegen. Zum einen ist der Marker nicht deutlich größer als die meisten Weizenkörner (Tab. 2 und Abb. 3), zum anderen tritt der inverse Paranaß-Effekt erst ab einer Amplitude von 5 mm auf [53]. In dieser Arbeit wurde aber mit einer konstanten Amplitude von 2,5 mm gearbeitet.

Eine andere Möglichkeit wäre das Fluidisieren der Weizenpackung durch die induzierte Schwingung, die dazu führt, dass Partikel auf Grund ihrer Massenträgheit Richtung Boden sinken [24]. Das würde unter Umständen auf die Marker mit 1,5 mm Stahlkugel zutreffen, da diese die größte Masse besitzen (Tab. 3 und Tab. 5). Allerdings tritt das Fluidisieren gerade bei hohen Frequenzen auf. Da der stärkste Effekt der Ablagerung am Rand bei 20 Hz und nicht bei 30 Hz auftrat, ist diese Erklärung allein nicht ausreichend.

Die Vermutung ist, dass die Form der Marker einen entscheidenden Einfluss hat. Durch die flache Oberseite entsteht ein um den Marker laufender Rand, der zu einer Verkantung zwischen Behälterboden und Behälterwand führt (Abb. 3). Damit ist aber nicht die Erklärung geliefert, warum gerade bei 20 Hz die meisten Ablagerungen am Rand zu beobachten sind.

Für den dafür gewählten Erklärungsansatz soll noch der Mechanismus der Konvektionsrolle geschildert werden.

Während des vertikalen Schüttelns bei Amplituden unter 5 mm und Frequenzen unter 50 Hz treten Konvektionsrollen auf. Das heißt, dass die Partikel im Behälter an der Wand nach unten wandern und im Behälterzentrum wieder nach oben steigen [24, 27, 53].

Die Überlegung ist jetzt, dass bei 15 Hz die Marker im Behälter durch die Konvektionsrollen nur selten bis an den Boden sinken. Bei 20 Hz beginnt die Fluidisierung. Die Marker, die eine höhere Masse aber keine höhere Dichte als der Weizen besitzen (Tab. 3 und 5), sinken an der Wand vermehrt bis auf den Behälterboden. Dort verkanten sie zwischen Boden und Wand. Bei 30 Hz setzt die Fluidisierung voll ein, und die Marker werden von einzelnen schweren Weizenkörnern, die jetzt eine höhere Energie besitzen, aus ihrer verkanteten Position verdrängt.

Zur Überprüfung dieser These sollten die Versuche mit einer größeren Anzahl Markern wiederholt werden. Es sollten so viele Marker sein, dass die Konvektionsrolle auf den CT-Bildern nachvollziehbar ist. Dann wäre bei 15 Hz und unterschiedlicher Schütteldauer festzustellen, ob die Marker bis an den Rand vordringen oder sich kurz vorher von der Behälterwand lösen. Im nächsten Schritt kann überprüft werden, ob die Marker bei 20 Hz bis auf den Boden absinken. Ob die Marker bei 30 Hz von schweren Weizenkörnern verdrängt werden, könnte evtl. mit den zinkbeschichteten Körnern im gleichen Behälter überprüft werden.

Der beschriebene Effekt der Rand-Marker hat auch Relevanz für die Praxis. Es ist denkbar, dass in Fördereinrichtungen (z.B. Elevatoren) oder Silos die

Marker gegenüber den Weizenkörnern vermehrt in Ecken und an Kanten liegen bleiben und so die Rückverfolgbarkeit einer Weizencharge beeinträchtigen würden.

Das spricht für eine Verbesserung der Form. Diese könnte mit einer geeigneten Software konstruiert und ihr Fließverhalten vor dem Bau simuliert werden. Dafür würden sich Rechenmodelle zur Festkörpersimulation (z.B. Discrete-Element-Method oder Finite-Element-Method) anbieten [8, 41, 48, 56].

In empirischen Versuchen kann dann die Eignung der Marker getestet und die notwendige Anzahl für die Aufgabenstellung bestimmt werden.

### **4.3 Eignung der Epoxydharz-Marker zur Rückverfolgung**

Die eingangs gestellte Frage, ob sich Weizenchargen mit kornähnlichen Epoxydharz-Markern kennzeichnen lassen, kann bejaht werden. Es kommt allerdings auf die Konzentration der Marker im Weizen an.

Die mechanischen und pneumatischen Förderversuche haben gezeigt, dass mit 45 und 50 Markern je Kilogramm Weizen zu 100 % die enthaltenen Weizenchargen in einer Probe qualitativ erkannt werden (Tab. 11-14). Das gilt für gut durchmischte Chargen und Probengrößen von 3 kg und 20 kg Weizen.

Die qualitativen Aussagen unterliegen wiederum einem erheblichen Fehler. Wenn beide Chargen mit 45 bzw. 50 Markern je Kilogramm Weizen gekennzeichnet sind, ist die Streuung der Werte nicht unerheblich. Die Aussage zu der Streuung wird durch die niedrigen Werte der Bestimmtheitsmaße  $R^2$  gestützt (S. 68 und S. 70).

Interessanterweise ist für den Vergleich der Anteilsmittelwerte der pneumatischen und der mechanischen Förderung zwischen den durch Stichproben ermittelten und den durch Markerzahl errechneten Anteilen kein signifikanter Unterschied innerhalb der Gruppe festzustellen (Abb. 25). Das

Ergebnis kann so ausgelegt werden, dass zumindest eine tendenzielle quantitative Bewertung nicht ausgeschlossen ist.

Was zu erwarten ist, wenn nur eine Weizencharge und diese mit unter 50 Markern je Kilogramm gekennzeichnet ist, zeigen die Siloversuche. Hier ist in keinem der drei Versuchsanstellungen der Status in den Proben zu 100 % richtig erkannt worden (Tab. 15 – 17). Bei dem Versuch mit einem Marker je Kilogramm sind drei Fälle falsch klassifiziert worden (Korrektklassifikationsrate = 0,83). Bei dem Versuch mit 10 Markern, genauso wie bei dem mit 50 Markern je Kilogramm Weizen, ist jeweils ein Fall falsch klassifiziert worden (Korrektklassifikationsrate = 0,94).

Die Streuung der drei Versuchsanstellungen des Silos wird durch die Regressionsgeraden unterschiedlich gut erklärt. Es ist zu berücksichtigen, dass hier die Anteile der beiden Weizenchargen variieren, und zwar in dem maximal möglichen Bereich von 0 % bis 100 %.

Bei dem Versuch mit einem Marker je Kilogramm und einer Probengröße von rund 10 kg beträgt das Bestimmtheitsmaß  $R^2$  0,86 (Abb. 26). Eine Aufstockung um 9 Marker je Kilogramm Weizen führt zu einer deutlichen Verbesserung der erklärten Streuung. Das Bestimmtheitsmaß  $R^2$  hat hier einen Wert von rund 0,96 (Abb. 28).

Für die 50 Marker je Kilogramm Weizen wird die Streuung der Daten am besten erklärt. Das Bestimmtheitsmaß  $R^2$  hat einen Wert von rund 0,99 (Abb. 30). Die Regressionsgerade liegt dicht an der Winkelhalbierenden. Absolut gesehen sind der durch Stichproben geschätzte Wert und der durch die Anzahl Marker berechnete Wert nahezu identisch.

Bei allen drei Regressionsgeraden der Siloversuche ist zu erkennen, dass die Winkelhalbierende eine Steigung kleiner als eins und einen positiven Achseversatz aufweist. Bei sehr geringen Anteilen des gefärbten Weizens überschätzt der durch die Markeranzahl errechnete Anteil den Wert, der durch Stichproben geschätzt wurde. Bei rund 4 kg dreht sich dieses Verhältnis um.

Der Hintergrund ist, dass bei sehr geringen Anteilen, z. B. unter einem Prozent an gefärbtem Weizen in der Probe, ein einzelner Marker schon zu einer Überschätzung führt. Bei 10 kg Probenmasse entspricht ein Anteil von einem Prozent der Masse von 100 g Weizen.

Bei der Konzentration von einem Marker je Kilogramm führt ein einzelner Marker in der Probe mit einer Konzentration an 1% ungefärbtem Weizen zu einer 10 fachen Überschätzung.

Konzentrationen von 10 oder 50 Markern je Kilogramm Weizen senken den theoretischen Wert für die zugehörige Masse. Gleichzeitig steigt im Gegenzug die Wahrscheinlichkeit, dass mehrere Marker in der Probe enthalten sind. Was wiederum zu einer Überschätzung führt.

Diese Überschätzung bei geringen Anteilen des zu markierenden Weizens ist durch die Absolutwerte der durchschnittlichen Abweichung gut nachzuvollziehen (Abb. 27, 29 und 31). Gerade bei der letzten Probe des Siloversuchs (Probennummer 6) waren die Anteile an ungefärbtem Weizen in der Probe gering. Durch den Marker (Marker-Masse) wurde der tatsächliche Anteil an ungefärbtem Weizen in der Probe (Stichproben-Masse) aber teilweise um mehr als den Faktor 3 überschätzt (Abb. 27 und 29).

Mit zunehmendem Ausgleich der Anteile der beiden Weizenchargen reduziert sich der Effekt. Das erklärt auch das gedrehte Verhältnis der Anteilswerte größer als 4 kg Weizen (Abb. 26, 28 und 30).

An dieser Stelle soll versucht werden, eine Aussage hinsichtlich der notwendigen Anzahl an Markern je Mengeneinheit aus den durchgeführten Versuchen abzuleiten.

Dazu vorweg einige Angaben aus der Literatur. Aus dem Mischfutterbereich ist die Zahl bekannt, dass in einer Futterration pro Tier (z. B. bei Küken 10 g) mindestens 10 bis 20 Partikel eines Einzelfuttermittels enthalten sein müssen [69]. Handelt es sich dabei z.B. um ein wichtiges Vitamin, sollte das Tier mit hoher Wahrscheinlichkeit die richtige Dosierung aufnehmen. Diese Aussage



beinhaltet zwei Annahmen; diese Partikelzahl gilt für jede Futterrationsgröße, und die Anzahl sollte nicht in den einstelligen Bereich abfallen.

Hirai et al. (2006) schlägt für die Rückverfolgbarkeit von Weizen 5 Marker je Kilogramm vor [22]. Sie begründen diese Zahl mit der Aufnahmekapazität der Dosiereinrichtung auf dem Mähdrescher von rund 39 kg. Die tägliche Druschkapazität eines Mähdreschers in den USA liegt bei 90 Tonnen. Nach Hirai et al (2006) muss das Ziel sein, mit einer Füllung in der Dosiereinrichtung diese 90 Tonnen Weizen am Tag zu markieren [22]. In den von ihnen durchgeführten Versuchen wurden rund 13 Marker je Kilogramm Weizen zur Markierung genutzt. Diese wurden beim Überladen des Weizens auf Transportfahrzeuge in den Gutstrom des Überladerohrs gespeist. Die Auswertungen zeigen, dass mit schwankendem Gutstrom am Anfang und Ende des Überladens auch die gefundenen Marker je Mengeneinheit schwanken. Als Grund werden die nicht an den Gutstrom angepasste Dosierung und Restmengen an Markern im Auslauftrichter der Förderschnecke genannt.

Jetzt sind verschiedene Anzahlen an Partikeln je spezifischer oder unspezifischer Mengeneinheit genannt worden. Diese liegen zwischen 5 und 20 Partikeln je Mengeneinheit.

Dem kann aus den Ergebnissen der Versuche dieser Arbeit noch eine weitere Zahl hinzugefügt werden. Bei einer minimalen Probenmasse von 3 kg zeigen die Versuche, dass mit 50 Markern je Kilogramm eine zuverlässige Markierung für die gewählten Förder- und Lagereinrichtungen möglich ist.

Diese Anzahl sollte schon aus technischen und finanziellen Gründen als Obergrenze für die Rückverfolgung angesehen werden.

Mit einer noch höheren Anzahl könnten sicher die quantitativen Aussagen verbessert werden. Aber quantitative Markierung soll hier nicht weiter erörtert werden, da davon ausgegangen wird, dass es für die Rückverfolgung

zunächst einmal ausreicht zu wissen, welche Weizenherkünfte sich in einer Ein- oder Verkaufseinheit befinden.

Interessant ist es, jetzt die Frage der Untergrenze zu klären und in wieweit die notwendige Partikelanzahl mit der Probengröße zusammenhängt.

Speziell für die durchgeführten Siloversuche ist zu sagen, dass 10 Marker je Kilogramm Weizen und einer Probengröße von 10 kg ausreichen. Die Steigerung auf 50 Marker je Kilogramm bringt nicht mehr Informationsgewinn bezogen auf die Korrektklassifikationsrate. Unter 10 Markern je Kilogramm, speziell bei dem Versuch mit einem Marker je Kilogramm, sinkt die Korrektklassifikationsrate. Der Verlust an Information durch Verlust von Markern in langen Förderprozessen ist bei geringen Anzahlen zusätzlich gravierender.

Mit den Versuchen dieser Arbeit lässt sich die allgemeine Frage der notwendigen Anzahl an Markern je Mengeneinheit nicht klären. Darum soll hier ein Ansatz skizziert werden, wie weitere Untersuchungen aussehen könnten, um die Frage besser beantworten zu können.

Um zielgerichtet vorzugehen helfen die gewonnenen Erkenntnisse aus dieser Arbeit weiter. Es lässt sich besser eingrenzen, was der Marker zur Verbesserung der Rückverfolgbarkeit von Getreide beitragen kann.

Der Marker ist eine andere Art der Weitergabe von Information. Auf diese Weise könnte eine andere Form der Informationssicherung dem Produkt Weizen zugefügt werden. Der Marker muss nicht zwingend die gesamte Transportkette bis zur Verarbeitung durchlaufen.

Der Marker sollte da eingesetzt werden, wo es auf schnelle und gefilterte Verfügbarkeit von Herkunftsinformation ankommt [9, 17]. Zu denken ist dabei an die Abgrenzung von ökologischem oder konventionellem Weizen, an die Diskussion um Grenzwerte bei gentechnisch veränderten Organismen (GVO) Schadstoffe oder Mykotoxine im Getreide [1, 5, 12, 13, 18, 58].

Um für die Breite der Anforderungen die richtige Antwort auf die Frage nach der Anzahl an Markern je Mengeneinheit bieten zu können, sollten

systematisch unterschiedliche Probengröße, Konzentrationen an Markern und verschiedenste Förder- und Lagerszenarien empirisch untersucht werden. Es ist nicht auszuschließen, dass die erforderliche Partikelanzahl je Mengeneinheit in dem angesprochenen Bereich von 5 bis 20 Partikeln liegt.

Mit einer Analyse des betreffenden Transportweges des Getreides ließe sich dann evtl. eine Handlungsempfehlung für die Praxis ableiten.

Neben der essentiellen Frage der Güte der Markierung und den Entmischungsmechanismen sind natürlich auch Fragen zu der Dosierung der Marker in dem Getreidestrom zu klären. Erste Ergebnisse gibt es für die Einspeisung auf dem Mährescher von Hirai et al. (2006) [22].

Aus der vorstehenden Diskussion lassen sich folgende Aussagen festhalten.

Die Methode zur Kennzeichnung einzelner Weizenchargen mit Lebensmittelfarbe hat geringe Auswirkungen auf die dargestellten Versuchsergebnisse. Etwas anders stellt es sich mit der Kennzeichnung der einzelnen Weizenkörner für die Schüttelversuche mit Zink dar. Hier konnten deutliche Abweichungen gegenüber den Kennzahlen für unbehandelten Weizen festgestellt werden. Allerdings ist die Methode zum gegenwärtigen Zeitpunkt alternativlos, und die Abweichungen müssen bei der Interpretation der Ergebnisse berücksichtigt werden.

Die durchgeführten Schüttelversuche haben gezeigt, dass unter bestimmten Bedingungen die flache Oberseite der Marker zu einer Verkantung im Versuchsbehälter führt. Für weitere Anwendungen der Markierung von einzelnen Chargen sollte folglich die Marker-Form der Form eines Weizenkorns weiter angenähert werden.

Die letzte Aussage betrifft die Eignung der Marker zur Rückverfolgung. Die Realisierung der qualitativ richtigen Markierung konnte durch die Förder- und Siloversuche gezeigt werden. Für praktische Anwendungen war die Konzentration an Markern allerdings sehr hoch. Diese hohe Konzentration hat für eine quantitative Markierung nur bedingt ausgereicht. Welche Anforderungen an ein auf Markern basierendes System zur

Rückverfolgbarkeit von Getreide zu stellen sind muss an anderer Stelle diskutiert werden.

Da zu vermuten ist, dass die Anforderungen an die Rückverfolgbarkeit in den nächsten Jahren nicht sinken werden, lohnt es in dem Bereich neue Wege zu gehen.

## 5 Zusammenfassung

Gerade spezielle Eigenschaften des Schüttgutes Getreide – wie z. B. Kernfluss in Silos – stellen bestehende Rückverfolgungssysteme vor große Herausforderungen. Mit dem Ansatz, kornähnliche Marker zur direkten Kennzeichnung von Getreide zu nutzen, sollen die bestehenden Rückverfolgungssysteme unterstützt werden.

Die durchgeführten Versuche zur Entmischung des Markers zeigen, dass eine Kennzeichnung von zwei unterschiedlichen Weizenchargen möglich ist. Dies ist unabhängig von den untersuchten Einflüssen der Förderung oder Lagerung. Mit der gewählten Konzentration von 50 Markern je Kilogramm konnten in mehr als 95 % der Fälle unterschiedliche Teilchargen in einer Gesamtcharge Weizen identifiziert werden. Allerdings war es nicht möglich, den prozentualen Anteil der jeweiligen Charge in der Gesamtcharge zufriedenstellend zu bestimmen.

Eine Verbesserung könnte möglicherweise durch eine Optimierung der Form der bisher eingesetzten Marker erreicht werden. Dies haben Versuche gezeigt, bei denen Marker und Weizenkörner bei unterschiedlichen Frequenzen vertikal geschüttelt wurden. Dort haben sich die Marker, auf Grund ihrer flachen Unterseite, vermehrt am Rand des Versuchsgefäßes abgelagert. Dies kann auch in Förder- oder in Siloanlagen mit ihren vielen Ecken und Kanten geschehen.

Als Fazit lässt sich festhalten, dass die in den Versuchen gewählte Konzentration an Markern eine Obergrenze darstellt und so auf die Praxis nicht übertragbar ist. Es bedarf weiterer Untersuchungen, um eine notwendige und gleichzeitig vertretbare Anzahl an Markern je Mengeneinheit festzulegen. Die Schüttelversuche zeigen, dass es dafür zunächst sinnvoll erscheint, eine Optimierung der Markereigenschaften (insbesondere der Form) vorzunehmen.

## 6 Literaturverzeichnis

- [1] agrarzeitung (2011) GVO-Grenzwert entzweit EU. 25. Februar 2011, S. 1.
- [2] Amtsblatt der Europäischen Gemeinschaften (2002): *Verordnung (EG) Nr. 178/2002 des europäischen Parlaments und des Rates vom 28. Januar 2002 zur Festlegung der allgemeinen Grundsätze und Anforderungen des Lebensmittelrechts, zur Errichtung der Europäischen Behörde für Lebensmittelsicherheit und zur Fes.* Amtsblatt L31 vom 01.02.2001, S. 1-24.
- [3] Beplate-Haarstrich, L. (2008): *Entwicklung eines Korndummies zur direkten Markierung von Getreide mittels Radiofrequenzidentifikation (RFID) als technische Möglichkeit zur Rückverfolgung.* Dissertation, Georg-August-Universität Göttingen.
- [4] Bohnet, M. (2007): *Mechanische Verfahrenstechnik.* Wiley-VCH, Weinheim.
- [5] Brookes, G. (2002) Identity preservation of genetically modified organisms in the food chain: Requirements, Methods, and costs. *Journal of AOAC INTERNATIONAL*, 85, 762-767.
- [6] Brosius, F. (2008): *SPSS 16.* mitp, Heidelberg.
- [7] Bund für Lebensmittelrecht und Lebensmittelkunde (2006): *Leitfaden Rückverfolgbarkeit.* BLL, Bonn.
- [8] Chen, P., Ottino, J. M. und Lueptow, R. M. (2008) Subsurface granular flow in rotating tumblers. *Physikal Review E*, 78, 021303.
- [9] Chrysochou, P., Chrysochoidis, G. und Kehagia, (2009) Traceability information carriers. The technology backgrounds and consumers' perceptions of the technological solutions. *Appetite*, 53, 322-331.

- [10] Cizeau, P., Makse, H. A. und Stanley, H. E. (1999) Mechanisms of granular spontaneous stratification and segregation in two-dimensional silos. *Physical Review E*, 59, 4408-4421.
- [11] Danzer, K., Hobert, H., Fischbacher, C. und Jagemann, K. (2001): *Chemometrik*. Springer, Berlin [u.a.].
- [12] Eggert, K., Wieser, H. und Pawelzik, E. (2010) The influence of *Fusarium* infection and growing location on the quantitative protein composition of (Part II) naked barley (*Hordeum vulgare nudum*). *European Food Research and Technology*, 230, 893-902.
- [13] Eggert, K., Wieser, H. und Pawelzik, E. (2010) The influence of *Fusarium* infection and growing location on the quantitative protein composition of (part 1) emmer (*Triticum dicoccum*). *European Research and Technology*, 230, 837-847.
- [14] Ernährung (2007) Rechtfertigen gefühlte Risiken staatliches Handeln? Ausgabe 10, S. 474.
- [15] Finkenzeller, K. (2002): *RFID-Handbuch*. Hanser, München [u.a.].
- [16] Finney, D. J. (1948) Transformation of frequency distributions. *Nature*, 162, 898.
- [17] Gampl, B. (2006): *Rückverfolgbarkeit von Lebensmitteln: Eine empirische Analyse kettenübergreifender Informationssysteme*. Dissertation, Christian-Albrechts-Universität Kiel.
- [18] Gödecke, R. und von Tiedemann, A. (2009) Aktuelle Bewertung des Mykotoxinrisikos in Weizen. *GetreideMagazin*, 2, 84-87.
- [19] Grasselli, Y. und Herrmann, H. J. (1998) Experimental study of granular stratification. *Granular Matter*, 1, 43-47.
- [20] Hahn, P. und Pichhardt, K. (2008): *Lebensmittelsicherheit*. Behr, Hamburg.

- [21] Harnby, N., Edwards, M. F. und Nienow, A. W. (1997): *Mixing in the process industries*. Butterworth-Heinemann, Oxford [u.a.].
- [22] Hirai, Y., Schrock, M. O. D. L. und Herrman, T. J. (2006) Delivery system of tracing caplets for wheat grain traceability. *American Society of Agricultural and Biological Engineers*, 22, 747-750.
- [23] Hornbacker, R., Kindratenko, V. und Pointer, D. (2011) An RFID agricultural product and food security tracking system using GPS and wireless technologies. *Paper of the University of Illinois at Urbana-Champaign*,  
[http://www.ncsa.illinois.edu/~kindr/papers/icpa04\\_paper1.pdf](http://www.ncsa.illinois.edu/~kindr/papers/icpa04_paper1.pdf), gesehen am 07.03.2011.
- [24] Huerta, D. A. und Ruiz-Suárez, J. C. (2004) Vibration-induced granular segregation - A Phenomenon Driven by Three Mechanisms. *Physical Review Letters*, 92, 114301.
- [25] Immich, H. (1974): *Medizinische Statistik*. Schattauer, Stuttgart [u.a.].
- [26] Institut für Partikeltechnik (2011) Skript zum Scherlabor. *Technische Universität Carolo-Wilhelmina zu Braunschweig*, <http://www.imvt.tu-bs.de/documents/labor/scherlabor.pdf>, gesehen am 07.03.2011.
- [27] Jaeger, H. M. und Nagel, S. R. (1996) Granular solids, liquids, and gases. *Reviews of Modern Physics*, 68, 1259-1273.
- [28] Jullien, R., Meakin, P. und Pavlovitch, A. (1992) Three-Dimensional Model for Particle-Size Segregation by Shaking. *Physical Review Letters*, 69, 640-643.
- [29] Kelly, S., Heaton, K. und Hoogewerff, J. (2005) Tracing the geographical origin of food: The application of multi-element and multi-isotope analysis. *Trends in Food Science & Technology*, 16, 555-567.
- [30] Kern, C. (2006): *Anwendung von RFID-Systemen*. Springer, Berlin [u.a.].



- [31] Kersten, J., Rohde, H., Neff, E. und Almann, H. (2004): *Mischfutterherstellung*. Agrimedia, Bergen/Dumme.
- [32] Kruse, M. und Hackländer, J. (2008): *Handbuch Saatgutaufbereitung*. Agrimedia, Clenze.
- [33] Köhler, W. (2002): *Biostatistik*. Springer, Berlin.
- [34] LUFA Nord-West (2010) Sortenechtheitsbestimmung durch Elektrophorese der Samenproteine (Methode LUFA Nord-West, AA4 / 2C-003), Prüfbericht vom 10. September 2010.
- [35] Lebron, I. und Robinson, D. A. (2003) Particle size segregation during hand packing of coarse granular materials and impacts on local pore-scale structure. *Vadose Zone Journal*, 2, 330-337.
- [36] Lickfett, J. (2008): *mündliche Mitteilung am 29.10.2008*. Im Rahmen des Carl-Sprengel-Kolloquiums an der Georg-August-Universität Göttingen. Thema: Analytische Rückverfolgbarkeit von pflanzlichen und tierischen Lebensmitteln per Stabil-Isotopen-Analytik.
- [37] Luning, P., Devlieghere, F. und Verhé, R. (2006): *Safety in the agri-food chain*. Wageningen Acad. Publ, Wageningen.
- [38] Makse, H. A., Ball, R. C., Stanley, H. E. und Warr, S. (1998) Dynamic of granular stratification. *Physikal Review E*, 58, 3357-3367.
- [39] Metcalfe, G., Graham, L., Zhou, J. und Liffman, K. (1999) Measurement of particle motion within tumbling granular flows. *Chaos*, 9, 581-593.
- [40] Meyer, C. H. (2010): *Qualitätskommunikation und Erfolgsfaktoren im Commodity-Marketing*. Dissertation, Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn.
- [41] Moakher, M., Shinbrot, T. und Muzzio, F. J. (2000) Experimentally validated computations of flow, mixing and segregation of non-cohesive grains in 3D tumbling blenders. *Powder Technology*, 109, 58-71.

- [42] Molenda, M., Montross, M. D., Horabik, J. und Ross, I. J. (2002) Mechanical properties of corn and soybean meal. *American Society of Agricultural Engineers*, 45, 1929-1936.
- [43] Müller, C. (2004) Eine detektivische Herausforderung - Rückverfolgbarkeit im kontinuierlichen Prozess. *Mühle + Mischfutter*, 141, 388-390.
- [44] Nelson, S. O. (2001) Dimensional and density data for kernels and seeds of grain and other crops. *ASAE Meeting Paper*, No. 01.6137, 1-13.
- [45] Neumann, K. (2009) Strukturspezifisches Verhalten verschleppungskritischer Mikrokomponenten im Mischfutterproduktionsprozess. *Mühle + Mischfutter*, 146, 729-734.
- [46] Ottino, J. M. und Khakhar, D. V. (2000) Mixing and segregation of granular materials. *Annual Review of Fluid Mechanics*, 32, 55-91.
- [47] Parker, D. J. und Fan, X. (2007) Positron emission particle tracking. *Particuology*, 6, 16-23.
- [48] Pohl, M. (2005): *Modellierung von granularen Böden und biegsamen Bauwerken mit Hilfe der DEM am Beispiel einer eingebetteten Spundwand*. Dissertation, Bergische Universität Wuppertal.
- [49] Raab-Steiner, E. und Benesch, M. (2008): *Der Fragebogen*. Facultas.wuv, Wien.
- [50] Rossmann, A. et al. (2000) The potential of multielement stable isotope analysis for regional origin assignment of butter. *European Food Research and Technology*, 211, 32-40.
- [51] Runkler, T. A. (2010): *Data-Mining*. Vieweg + Teubner, Wiesbaden.
- [52] Sanal, Z. (2004): *Mathematik für Bauingenieure mit Maple und C++*. Teubner, Stuttgart.

- [53] Schröter, M. et al. (2006) Mechanisms in the size segregation of a binary granular mixture. *Physical Review E*, 74, 011307-1 - 011307-14.
- [54] Schulze, D. (2006): *Pulver und Schüttgüter*. Springer-Verlag, Berlin.
- [55] Schumacher, M. und Schulgen, G. (2002): *Methodik klinischer Studien*. Springer, Berlin [u.a.].
- [56] Schuricht, T. und Fürll, C. (2005) Umwandlung von Kernflusssilos für Kraftfutter in Massenflusssilos. *Landtechnik*, 60, 146-147.
- [57] Schwedes, J. (2006) Rückverfolgbarkeit und Lagerung von Schüttgütern in Silos. VDI-Berichte 1918, Tagungsband der 6. Jahrestagung Schüttgut - Fördern und Lagern, S. 103-116.
- [58] Seling, S., Borgmann, C. und Lindhauer, M. G. (2010) Cadmium im Weizen - eine neue Herausforderung für den Getreidebereich? *Mühle + Mischfutter*, 147, 328-329.
- [59] Sommer, K. (1986): *Sampling of powders and bulk materials*. Springer, Berlin.
- [60] Steinmeier, U. (2010) Rückverfolgung von Schüttgut am Beispiel von Getreide. *ISIS AutoID/RFID Special*, 3-2010, 155.
- [61] Steinmeier, U., Hampike, M., Pötter, H. und v. Hörsten, D. (2010) Übersicht: Passive RFID-Technik in der Landwirtschaft. *Landtechnik*, 4, 244-247.
- [62] Steinmeier, U., von Hoersten, D. und Luecke, W. (2009) Flow behaviour analysis of a RFID-Tracer for traceability of grain. In: Lokhorst, C., Huijsmans, J. F. M., de Louw, R. P. M. (ed.) Book of abstracts, Tagungsband der JIAC2009. 403-411.
- [63] Stieß, M. (2009): *Mechanische Verfahrenstechnik - Partikeltechnologie 1*. Springer-Verlag, Berlin.

- [64] Streit, S., Bock, F., Pirk, C. W. W. und Tautz, J. (2003) Automatic life-long monitoring of individual insect behaviour now possible. *Zoology*, 106, 169-171.
- [65] Sui, R., Thomasson, A. J. und Herrman, T. (2007) Development of tracers for grain tracing systems. *ASABE Annual International Meeting*, Paper No. 076032, .
- [66] Traxperts (2011) Aktive Produktmarkierung. <http://www.traxperts.com/Produktmarkierung.html>, gesehen am 07.03.2011.
- [67] Trienekens, J. und van der Vorst, J. (2006): *Traceability in food supply chains*. In: Luning, P. A., Devlieghere, F., Verhe, R. (ed.) *Safety in the agri-food chain*, Wageningen Academic Publishers, Wageningen.
- [68] Tscheuschner, H. (1996): *Grundzüge der Lebensmitteltechnik*. Behr, Hamburg.
- [69] Ulmer, K. (2009): *Maschinenkunde Müllerei*. Schweizerische Berufsbildungskommission Müller, Zollikofen.
- [70] United States Department of Agriculture (2011) Grain: World markets and trade. *Foreign Agricultural Service*, FG 02-11, Feb. 2011, <http://www.fas.usda.gov/grain/circular/2011/02-11/grainfull02-11.pdf>, gesehen am 07.03.2011.
- [71] Waldner, H. (2006) Rückverfolgbarkeit als generelles Gebot im Gemeinschaftsrecht. *Journal für Verbraucherschutz und Lebensmittelsicherheit*, 1, 83-87.
- [72] Wambaugh, J. F., Behringer, R. P., Matthews, J. V. und Gremaud, P. A. (2007) Response to perturbation for granular flow in a hopper. *Physical Review E*, 76, 051303.
- [73] Weinekötter, R. et al. (1995): *Mischen von Feststoffen*. Springer, Berlin [u.a.].

- [74] Weisstein, E. W. (2011) Absolute value. *MathWorld a Wolfram Web Resource*, <http://mathworld.wolfram.com/AbsoluteValue.html>, gesehen am 07.03.2011.

# Lebenslauf

## Angaben zur Person

Nachname, Vorname Steinmeier, Ulrich  
Staatsangehörigkeit Deutsch  
Geburtsdatum und -ort 19. Oktober 1977 in Braunschweig  
Geschlecht Männlich

## Berufserfahrung

Zeitraum **Seit 2005**  
Beruf oder Funktion Leiter des eigenen landwirtschaftlichen Betriebes,  
Twieflingen  
Zeitraum **2007 – 2010**  
Beruf oder Funktion Wissenschaftlicher Mitarbeiter  
Name des Arbeitgebers Georg-August-Universität Göttingen, Department für  
Nutzpflanzenwissenschaften, Abteilung Agrartechnik

## Schul- und Berufsausbildung

Zeitraum **2000 - 2005**  
Bezeichnung der erworbenen  
Qualifikation Master of Science  
Fachrichtung Wirtschafts- und Sozialwissenschaften des Landbaus  
Name und Art der  
Bildungseinrichtung Fakultät für Agrarwissenschaften der Christian-  
Albrechts-Universität, Kiel *und*  
Department of Economics, Sveriges  
Lantbruksuniversitet, Uppsala  
Zeitraum **1998 - 2000**  
Art der Ausbildung Landwirtschaftliche Ausbildung  
Bezeichnung der erworbenen  
Qualifikation Landwirt  
Zeitraum **1997 - 1998**  
Art der Ausbildung Wehrdienst in Höxter  
Zeitraum **1997**  
Bezeichnung der erworbenen  
Qualifikation Allgemeine Hochschulreife  
Name und Art der  
Bildungseinrichtung Gymnasium am Bötschenberg, Helmstedt

## Danksagung

Meinem Doktorvater, Herrn Prof. Dr. Wolfgang Lücke, gilt mein besonderer Dank für die Anregung zu diesem Thema und dem entgegengebrachten Vertrauen für die gewährte Freiheit bei der Durchführung der Arbeit. Für die Übernahme des Korreferates und die Unterstützung im Rahmen des FAEN-Projektes bedanke ich mich sehr herzlich bei Frau Prof. Dr. Elke Pawelzik.

Herrn Dr. Dieter von Hörsten, Frau PD Dr. Engel Hessel und Herrn Dr. Christian Kluth danke ich für ihre wertvolle Kritik und Hilfsbereitschaft, so wie Herrn Dr. Lutz Beplate-Haarstrich für die Einarbeitung in das Thema Rückverfolgbarkeit mit RFID-Korndummies.

Folgenden Personen und Instituten möchte ich für die Bereitstellung von Laborgeräten, Messtechnik und manchen wertvollen Ratschlag danken:

Herrn Dr. Matthias Schröter und Herrn Max Neudecker vom Max-Planck-Institut für Dynamik und Selbstorganisation, Göttingen, Herrn Thomas Ittershagen vom Institut für Partikeltechnik der Universität Carolo-Wilhelmina zu Braunschweig und Herrn Dr. Feil, Herrn Dr. Neumann und Herrn Ernst vom Forschungsinstitut Futtermitteltechnik der IFF, Braunschweig (Thune).

Mein Dank gilt weiterhin dem Forschungsverbund Agrar- und Ernährungswissenschaften und dem Niedersächsischen Ministerium für Wissenschaft und Kultur für die finanzielle Förderung des Forschungsprojektes „Rückverfolgung von Getreide mit RFID-Technologie“. Ohne dieses Forschungsprojekt wäre die vorliegende Arbeit nicht möglich gewesen.

Ein großes Dankeschön geht an meine Kollegen und ehemaligen Kollegen der Abteilung Agrartechnik für den offenen wissenschaftlichen und freundschaftlichen Umgang. Die Frühbesprechungen waren unbestritten das Highlight des Arbeitstages.

Insbesondere möchte ich hier dem Werkstatt-Team danken, die die Vorgaben für den Bau des Versuchssilos und diverse unkonventionelle Konstruktionsideen zur vollsten Zufriedenheit umgesetzt haben.

Den studentischen Hilfskräften Jens Mackens und Anna Witthaut sprichwörtlich 1.000 Dank für das Zählen von tausenden bunten und weniger bunten Markern und Weizenkörnern.

Dank auch an meinen Bürokollegen Ferenc Kiss, der mir 10 Monate lang versucht hat, die Vorzüge eines guten Weines zu erklären, und an meine Bürokollegin Hanna Wehrhahn, die immer bereit war, auf eine fachliche Diskussion über SAS und PASW einzugehen. Die gemeinsame Zeit war eine Bereicherung.

Eine Bereicherung waren auch die teilweise sehr lebhaften Diskussionen mit Matthias Baum und Jakob Eifler, auch den beiden sei an dieser Stelle gedankt.

Ganz besonders herzlich bedanke ich mich bei meinen Eltern Wilhelm und Rosemarie Steinmeier wie auch bei meinen Schwestern für die Unterstützung während meiner Promotionszeit.

Ferner bedanke ich mich bei allen hier nicht namentlich aufgeführten Personen, die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.