



*Prof. Dr.-Ing. Ulrich Teipel
Georg-Simon-Ohm Hochschule
Mechanische Verfahrenstechnik/Partikeltechnologie
Nürnberg/Deutschland, www.ohm-hochschule.de*

Dr.-Ing. Ulrich Teipel ist seit 2004 Professor für Mechanische Verfahrenstechnik und Partikeltechnologie an der Georg-Simon-Ohm Hochschule in Nürnberg. Seine Forschungsschwerpunkte sind die Produktgestaltung in der Partikeltechnologie, Rohstoffeffizienz und die Charakterisierung partikulärer Systeme. Er beschäftigt sich mit der Rohstoffaufbereitung, der Zerkleinerungstechnologie, der Siebklassierung, der Rheologie disperser Systeme, der Filtration und der Wirkung von Partikeln auf Produkte und ist Mitglied in den ProcessNet Fachausschüssen Zerkleinerung und Kristallisation.



*Herbert Winter
Georg-Simon-Ohm Hochschule
Mechanische Verfahrenstechnik/Partikeltechnologie
Nürnberg/Deutschland, www.ohm-hochschule.de*

Herbert Winter betreut seit 1981 die Laboratorien der Mechanischen Verfahrenstechnik an der Georg Simon Ohm Hochschule Nürnberg. Fachliche Schwerpunkte sind Partikeltechnologie, Pneumatische Fördertechnik, Zerkleinerung und Klassierung und Messtechnik disperser Systeme. Neben seiner Tätigkeit an der Hochschule ist er Dozent für die Lehre der Mechanischen Verfahrenstechnik an der Berufsakademie der IHK Nürnberg.

Reduzierte Abweichung • Less deviation

Zur Charakterisierung der spezifischen Oberfläche nach dem Durchströmungsverfahren

Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Arbeit wurde die massenbezogene spezifische Oberfläche mit dem Durchströmungsverfahren nach Blaine für eine geeichte Prüfsubstanz bestimmt. Dabei auftretende gerätetechnische Fehler resultieren aus der durch die Kompression des Pulvers bedingten Inhomogenität der Schüttung, der Staubentwicklung und somit dem Entweichen von Feingut aus der Partikelfraktion und der nicht exakten Gewährleistung der Porosität der Schüttung durch die Druckbeaufschlagung aufgrund der Stempelbewegung. Mit einer modifizierten Versuchsanordnung konnten die Abweichungen der spezifischen Oberfläche der Prüfsubstanz auf reproduzierbare Messergebnisse reduziert werden.

Characterization of the specific surface area with the permeation method

Summary

In the scope of this research, the mass specific surface of a standard test substance was determined with Blaine's permeability method. Test-apparatus-related errors are the result of the inhomogeneity of the material bed caused by compression of the powder, dust generation and consequently the escape of the fines from the particle fraction, and the imprecise guarantee of the porosity of the material bed caused by the pressurization induced by movement of the plunger. With modified test apparatus, deviations in the specific surface of the test substance could be reduced so as to achieve reproducible measuring results.



Versuchsanordnung im Labor der Georg-Simon-Ohm Hochschule •
Test assembly in the laboratory of the Georg-Simon-Ohm University

1 Einleitung

Zur Charakterisierung der Produkteigenschaften eines dispersen Systems bzw. eines Partikelkollektives ist es von besonderer Bedeutung neben der Partikelgrößenverteilung, der Partikeldichte, der Partikelform, der Schüttdichte etc. insbesondere die spezifische Oberfläche zu kennen. Die spezifische Oberfläche eines diskret-dispersen Systems kann aus der gemessenen Größenverteilung berechnet oder mit Sorptions- oder Durchströmungsverfahren direkt gemessen werden [1, 2].

Blaine stellte 1943 eine Prüfeinrichtung vor, bei der die Permeabilität eines Fluids durch eine Partikelschüttung zur Bestimmung der spezifischen Oberfläche genutzt wird [3]. In den Folgejahren wurde eine Vielzahl von Arbeiten zu diesem Thema veröffentlicht, insbesondere im Kontext der Zerkleinerung [4–10]. Beispielfhaft beschreiben Bandopadhyay, Roy und Ghosh vergleichende Untersuchungen zur Bestimmung der spezifischen Oberfläche mit der Durchströmungsmethode, der Laserbeugungsspektrometrie und der Gasadsorptionsmethode nach Brunauer, Emmett und Teller (BET) an dem Produkt Zement mit einem hohen Klinkeranteil und ca. 4 % Gips. Die Autoren weisen in ihrer Arbeit auf große Schwankungen der spezifischen Oberfläche nach Blaine hin und schlagen eine Vorhersage der Oberfläche mittels Laserbeugungsspektrometrie vor [8].

Potgieter und Strydom bestimmen die Mahlfeinheit von Kalkstein und Gips mittels Blaine- und BET-Methode und stellen eine Korrelation dieser beiden Verfahren vor, postulieren aber, dass die ermittelten Blaine-Werte großen Schwankungen durch personal- und gerätetechnisch bedingte Fehler

1 Introduction

For the characterization of the product properties of a dispersed system or a particle collective, in addition to the particle size distribution, the particle density, the particle shape, the bulk density, etc., the specific surface area is of particular importance. The specific surface area of a discrete-dispersed system can be calculated from the measured size distribution, or measured directly with the sorption or permeability method [1, 2].

In 1943 Blaine presented a test apparatus in which the permeability of a fluid through a particle bed is used to determine the specific surface area [3]. In the following years, numerous papers on this topic were published, especially in the context of comminution [4–10]. For example, Bandopadhyay, Roy and Ghosh describe comparative studies of the determination of the specific surface area with the permeability method, laser diffraction spectrometry and the gas adsorption method after Brunauer, Emmett and Teller (BET) based on cement with high clinker content and around 4 % gypsum. In their work, the authors point out wide fluctuations in the specific surface area determined with the Blaine method and they propose prediction of the surface area by means of laser diffraction spectrometry [8].

Potgieter and Strydom determine the ground fineness of limestone and gypsum by means of the Blaine and BET methods and present a correlation of these two methods, but postulate that the Blaine values determined are subject to wide fluctuations caused by human and technical errors [9]. It should be noted that different specific surface areas are determined with the two methods of measurement. With

unterliegen [9]. Zu berücksichtigen ist, dass mit diesen beiden Messverfahren unterschiedliche spezifische Oberflächen bestimmt werden. Mit dem in dieser Arbeit diskutierten Durchströmungsverfahren wird die äußere Oberfläche eines Partikelkollektives gemessen, welche näherungsweise mit der geometrischen Oberfläche korrespondiert. Mit den Sorptionsverfahren wird zusätzlich die innere Oberfläche eines Kollektives, die insbesondere für poröse Partikel von entscheidender Bedeutung ist, ermittelt. Bei den Durchströmungsverfahren wird ein diskret-disperses System von einem Fluid (Gas oder Flüssigkeit) durchströmt und setzt dieser Strömung einen bestimmten Widerstand entgegen. Dieser Strömungswiderstand ist umso größer, je feiner das Pulver ist, d.h. je größer seine spezifische Oberfläche ist.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde unter Anwendung der Eichsubstanz Quarzsand die Ermittlung der massenbezogenen spezifischen Oberfläche nach dem Durchströmungsverfahren nach Blaine untersucht. Bei bekannter spezifischer Oberfläche der Prüfschüttung wurden die Messergebnisse und deren Abweichungen durch handhabungs- und gerätetechnische Fehler detektiert und bezüglich ihrer Diskrepanz zum Sollwert der Eichsubstanz bewertet.

Zur Verbesserung der Messmethode zur Bestimmung der spezifischen Oberfläche nach Blaine wird eine gerätetechnische Neuerung vorgeschlagen und die dadurch erzielte deutliche Reduzierung des Fehlers vorgestellt und diskutiert.

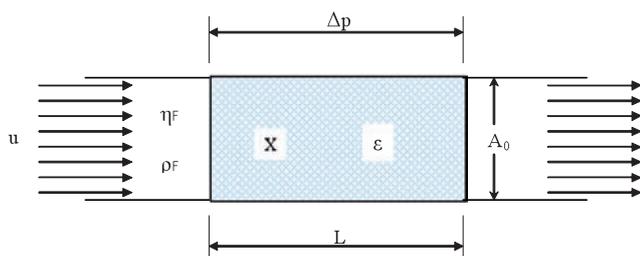
2 Durchströmung von Schüttungen

Für die Messung der spezifischen Oberfläche mit dem Durchströmungsverfahren wird aus einem dispersen Feststoff eine definierte Probe hergestellt und anschließend wird diese Schüttung mit einem Fluid durchströmt und der Druckabfall, der durch das disperse System bedingt ist, (bei konstantem Volumenstrom) oder der Volumenstrom gemessen (Bild 1).

Der Druckunterschied Δp je Probenlänge kann für Strömungen, bei denen die Zähigkeitskräfte dominieren (Strömungen mit kleinen Reynoldszahlen) basierend auf dem Zusammenhang von Hagen-Poiseuille mit der Carman-Kozeny-Gleichung beschrieben werden:

$$\frac{\Delta p}{L} = k_1 \cdot S_v^2 \cdot \eta_F \cdot \frac{(1-\epsilon)^2}{\epsilon^3} \cdot u \tag{1}$$

Hierin sind k_1 ein Parameter der die Schüttung beschreibt, η_F die dynamische Viskosität des Fluids, S_v die spezifische



1 Disperses System in einem Strömungskanal • Dispersed system in a flow channel

Oberfläche des Partikelkollektives, ϵ die Porosität und u die Leerrohrgeschwindigkeit.

Unter den Voraussetzungen, dass das disperse System homogen und isotrop ($\epsilon = \text{const.}$) ist, der Strömungsquerschnitt konstant ist, Ein- und Auslaufvorgänge sowie Randeffekte vernachlässigbar und die Porenabmessungen groß gegenüber der mittleren freien Weglänge der Moleküle des strömenden Fluids sind, so dass das Fluid als Kontinuum angesehen werden kann, wird die volumenbezogene spezifische Oberfläche durch eine Differenzdruckmessung ermittelt.

$$S_v^2 = \frac{\Delta p \cdot \epsilon^3}{L \cdot k_1 \cdot \eta_F \cdot u \cdot (1-\epsilon)^2} \quad (2)$$

3 Messprinzip

In den Probezylinder mit durchlässigem Boden (1) wird eine repräsentative Probe mit genau eingewogener Menge mit einem Stempel auf ein festgelegtes Volumen V verdichtet, so dass sich eine definierte Porosität ϵ einstellt. Die Masse der Einwaage ergibt sich mit der Feststoffdichte ρ_p nach Gleichung (3):

$$m_p = \rho_p \cdot V \cdot (1-\epsilon) \quad (3)$$

Durch die vorliegende Durchströmung des Partikelkollektives mit Luft bei Raumtemperatur und Normaldruck beschränkt sich die Anwendung des Blaine-Gerätes (Bild 2) auf volumenbezogene spezifische Oberflächen von ca. 3000 cm^{-1} bis 12 000 cm^{-1} . Bei volumenbezogenen spezifischen Oberflächen $S_v > 12\,000 \text{ cm}^{-1}$ können die Poren nicht mehr als groß gegenüber der mittleren freien Weglänge der Gasmoleküle angesehen werden. In diesem Bereich hat die Carman-Kozeny-Gleichung keine Gültigkeit mehr.

Die Luft wird durch die Schüttung gesaugt. Dabei ändern sich der Volumenstrom und somit auch der Druckverlust über das disperse System in Abhängigkeit der Höhe der Flüssigkeitssäule $z(t)$. Es gilt in Abhängigkeit der Dichte des Manometerfluids ρ_{MF} für die zeitliche Änderung des Druckabfalls:

$$\Delta p(t) = \rho_{MF} \cdot g \cdot 2 \cdot z(t) \quad (4)$$

Für die zeitliche Änderung des Gasvolumens \dot{V} , welches mit der Geschwindigkeit des absinkenden Flüssigkeitsspiegel dz/dt korrespondiert, gilt

$$\dot{V} = A_M \cdot \left(-\frac{dz}{dt} \right) \quad (5)$$

Hierin ist A_M der Innenquerschnitt des U-Rohrmanometers.

Aus der Carman-Kozeny-Gleichung (2) und den Gleichungen (4) und (5) ergibt sich für das Quadrat der spezifischen Oberfläche:

$$S_v^2 = \frac{1}{k_1} \cdot \frac{\epsilon^3}{(1-\epsilon)^2} \cdot \frac{2 \cdot \rho_{MF} \cdot g}{L \cdot \eta_F} \cdot \frac{A_0}{A_M} \cdot z(t) \left(-\frac{dz}{dt} \right) \quad (6)$$

the permeability method discussed in this work, the outer surface area of a particle collective is measured – this corresponds approximately with the geometric surface area. In addition, with the sorption method, the inner surface area of a collective, which is crucially important especially for porous particles, is determined. In the permeability method, a discretely dispersed system is permeated by a fluid (gas or liquid) and counters this flow with a certain resistance. This flow resistance is larger, the finer the powder is, that is the larger its specific surface area is.

In scope of this research, with application of the standard substance silica sand, the determination of the mass specific surface according to Blaine's permeability method was investigated. With a known specific surface area of the test substance, the measured results and any deviations caused by handling and the apparatus itself were detected and evaluated in respect of their discrepancy compared with the specified value for the standard test substance.

To improve Blaine's method for determination of the specific surface, a new design of the test apparatus is proposed and the substantial reduction of the error achieved with this redesign is presented and discussed.

2 Permeation of material beds

For the measurement of the specific surface area with the permeability method, a defined specimen is prepared from a dispersed solid and this material bed is subsequently permeated by a fluid and the pressure drop caused by the dispersed system is measured (at constant volume flow) or the volume flow itself is measured (Fig. 1).

The pressure difference Δp for each specimen length can be described for flows in which viscous forces dominate (flows with low Reynolds numbers) on the basis of the Hagen-Poiseuille relationship with the Carman-Kozeny equation:

$$\frac{\Delta p}{L} = k_1 \cdot S_v^2 \cdot \eta_F \cdot \frac{(1-\epsilon)^2}{\epsilon^3} \cdot u \quad (1)$$

Here k_1 is a parameter describing the material bed, η_F the dynamic viscosity of the fluid, S_v the specific surface area of the particle collective, ϵ the porosity and u the empty tube speed.

Assuming the dispersed system is homogeneous and isotropic ($\epsilon = \text{const.}$), the flow cross-section is constant, inflow and outflow processes as well as marginal effects are negligible and the pore dimensions are large compared to the mean free path of the molecules of the flowing fluid so that the fluid can be regarded as a continuum, the volume specific surface is determined based on a differential pressure measurement.

$$S_v^2 = \frac{\Delta p \cdot \epsilon^3}{L \cdot k_1 \cdot \eta_F \cdot u \cdot (1-\epsilon)^2} \quad (2)$$

3 Principle of measurement

In the specimen cylinder with permeable base (1) a precisely weighed amount of a representative specimen is compacted

with a plunger to a defined volume V , so that a defined porosity ϵ results. The mass of the weighed amount is calculated with the solid density ρ_p according to equation (3):

$$m_p = \rho_p \cdot V \cdot (1-\epsilon) \quad (3)$$

Owing to the permeation of the particle collective with air at room temperature and normal pressure, application of the Blaine apparatus (Fig. 2) is limited to volume specific surfaces of around 3000 cm^{-1} to $12\,000 \text{ cm}^{-1}$. At volume specific surfaces $S_v > 12\,000 \text{ cm}^{-1}$ the pores cannot be regarded as large compared to the mean free path of the gas molecules. In this range the Carman-Kozeny equation is no longer valid.

The air is sucked through the material bed. The volume flow and therefore the pressure loss over the dispersed system change as a function of the height of the liquid column $z(t)$. Depending on the density of the manometer fluid ρ_{MF} the following applies for the change in the pressure loss over time:

$$\Delta p(t) = \rho_{MF} \cdot g \cdot 2 \cdot z(t) \quad (4)$$

For the change in the gas volume over time \dot{V} , which corresponds to the velocity of the falling liquid level dz/dt , the following applies

$$\dot{V} = A_M \cdot \left(-\frac{dz}{dt} \right) \quad (5)$$

where A_M is the inside cross-section of the U-tube manometer.

From the Carman-Kozeny equation (2) and equations (4) and (5), the following results for the square of the specific surface:

$$S_v^2 = \frac{1}{k_1} \cdot \frac{\epsilon^3}{(1-\epsilon)^2} \cdot \frac{2 \cdot \rho_{MF} \cdot g}{L \cdot \eta_F} \cdot \frac{A_0}{A_M} \cdot z(t) \left(-\frac{dz}{dt} \right) \quad (6)$$

For apparatus with constant cross-section, the following is derived from this:

$$\Leftrightarrow S_v^2 = \frac{1}{k_1} \cdot \frac{\epsilon^3}{(1-\epsilon)^2} \cdot \frac{2 \cdot \rho_{MF} \cdot g}{L \cdot \eta_F} \cdot \frac{A_0}{A_M} \cdot \frac{1}{\ln \frac{z_1}{z_2}} \cdot (t_2 - t_1) \quad (7)$$

or

$$\Leftrightarrow S_v^2 = k_2 \cdot \frac{\epsilon^3}{(1-\epsilon)^2} \cdot \frac{\Delta t}{\eta_F} \quad (8)$$

In addition to the geometric and material values ($A_0, A_M, \rho_{MF}, L, z_1, z_2$), the parameter k_2 also contains the parameter k_1 .

$$k_2 = \frac{2 \cdot \rho_{MF} \cdot g \cdot A_0}{k_1 \cdot L \cdot A_M \cdot \ln \frac{z_1}{z_2}} \quad (9)$$

As k_1 depends on the particle size distribution of the powder and the particle shape, k_2 must be determined empirically as an apparatus constant in a preliminary experiment with a material with known specific surface.

Für Apparaturen mit konstantem Querschnitt ergibt sich daraus:

$$\Leftrightarrow S_v^2 = \frac{1}{k_1} \cdot \frac{\epsilon^3}{(1-\epsilon)^2} \cdot \frac{2 \cdot \rho_{MF} \cdot g}{L \cdot \eta_F} \cdot \frac{A_0}{A_M} \cdot \frac{1}{\ln \frac{z_1}{z_2}} \cdot (t_2 - t_1) \quad (7)$$

bzw.

$$\Leftrightarrow S_v^2 = k_2 \cdot \frac{\epsilon^3}{(1-\epsilon)^2} \cdot \frac{\Delta t}{\eta_F} \quad (8)$$

Der Parameter k_2 beinhaltet neben den geometrischen und stofflichen Werten ($A_0, A_M, \rho_{MF}, L, z_1, z_2$) auch den Parameter k_1 .

$$k_2 = \frac{2 \cdot \rho_{MF} \cdot g \cdot A_0}{k_1 \cdot L \cdot A_M \cdot \ln \frac{z_1}{z_2}} \quad (9)$$

Da k_1 von der Partikelgrößenverteilung des Pulvers und von der Partikelform abhängt, muss k_2 als Gerätekonstante in einem Vorversuch mit einem Material mit bekannter spezifischer Oberfläche experimentell ermittelt werden.

Die Korrespondenz der volumenbezogenen spezifischen Oberfläche S_V und der massenbezogenen spezifischen Oberfläche S_m erfolgt über die Partikeldichte:

$$S_V = \rho_p \cdot S_m \quad (10)$$

4 Material und Methode

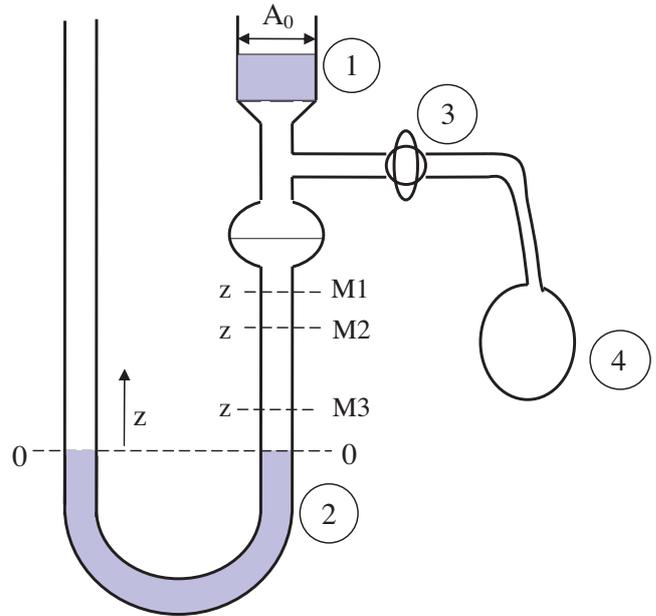
Als Material für die Untersuchungen wurde die Eichsubstanz Quarzsand von der Amtlichen Materialprüfanstalt für Steine und Erden, Clausthal-Zellerfeld mit einer Partikeldichte von $\rho_p = 2,65 \text{ g/cm}^3$ ausgewählt. Es wurden Partikelfractionen mit drei unterschiedlichen massebezogenen spezifischen Oberflächen $2800 \text{ cm}^2/\text{g}$, $3890 \text{ cm}^2/\text{g}$ und $4090 \text{ cm}^2/\text{g}$ eingesetzt. Für alle Versuche wurde eine Porosität von $\epsilon = 0,5$ gewählt. Die Einwaagemasse der Prüfsubstanz war für alle Versuche $m = 2,32 \text{ g}$. Gemessen wurde die Zeit, die der Flüssigkeitsspiegel benötigt, um die beiden Markierungen (M2 - M3, s. Bild 2) zu passieren. Im Rahmen dieser Arbeit ist die Durchlaufzeit jeweils der arithmetische Mittelwert aus 10 Messungen. Die Versuche wurden alle bei Raumtemperatur durchgeführt. Die entsprechende Viskosität der Luft wurde in Abhängigkeit der aktuellen Temperatur mit folgendem Polynom berechnet:

$$\eta_F(\vartheta) = (17,24237 + 0,04636 \cdot \vartheta - 2,7458 \cdot 10^{-5} \cdot \vartheta^2) \cdot 10^{-6} \text{ Pas} \quad (11)$$

5 Ergebnisse

In einem ersten Schritt wurden die Untersuchungen mit dem handelsüblichen Stempel mit verschlossener Bodenplatte (Bild 3) durchgeführt. Für die drei verschiedenen Prüfsubstanzen wurde mit diesem System die massenbezogene Oberfläche ermittelt.

Die Ergebnisse der Untersuchungen (Tabelle 1) haben gezeigt, dass signifikante Abweichungen der gemessenen



2 Schematische Darstellung des Blaine-Prüfgerätes • Schematic showing the Blaine test apparatus

The volume specific surface area S_V is corresponded with the mass specific surface S_m based on the particle density:

$$S_V = \rho_p \cdot S_m \quad (10)$$

4 Material and method

The standard substance silica sand from the Amtlichen Materialprüfanstalt für Steine und Erden (Official Material Testing Institute for Non-Metallic Minerals), Clausthal-Zellerfeld with a particle density of $\rho_p = 2.65 \text{ g/cm}^3$ was chosen as the material for the tests. Particle fractions with three different mass specific surfaces were used: $2800 \text{ cm}^2/\text{g}$, $3890 \text{ cm}^2/\text{g}$ and $4090 \text{ cm}^2/\text{g}$. For all tests, a porosity of $\epsilon = 0.5$ was chosen. The weighed mass of the test substance was $m = 2.32 \text{ g}$ for all tests. The time taken by the liquid level to pass the two markings (M2 - M3, see Fig. 2) was measured. In the scope of this research, the flow time is always the arithmetic mean



3 Stempel der Prüfapparatur mit geschlossener Bodenplatte • Plunger of the test apparatus with closed base plate

Tabelle 1: Geschlossene Bodenplatte/Spezifische massenbezogene Oberflächen • Table 1: Closed base plate/Mass specific surfaces

Prüfsubstanz / Test substance S_m (cm ² /g)	Messreihe 1 / Measurement series 1 Geschlossene Bodenplatte / Closed base plate S_m (cm ² /g)	Messreihe 2 / Measurement series 2 Geschlossene Bodenplatte / Closed base plate S_m (cm ² /g)	Messreihe 3 / Measurement series 3 Geschlossene Bodenplatte / Closed base plate S_m (cm ² /g)
2800	2259	2196	2091
3890	3519	2848	2548
4090	3511	3023	2861

massenbezogenen Oberfläche von der spezifischen Oberfläche der Prüfsubstanz auftreten. Die maximale Abweichung wurde mit 34 % detektiert. Aber auch im übrigen Messbereich wurden Fehler im Bereich zwischen 9 % bis 25 % gemessen. Diese handhabungs- und gerätetechnischen Fehler können auf folgende Ursachen zurückgeführt werden.

Nach dem Einfüllen der Partikelfraktion wird die Pulverprobe mit dem Stempel unter Druck auf eine gewählte Porosität verdichtet. Die geforderte Porosität (bei den vorliegenden Versuchen $\varepsilon = 0,5$) ist hierbei schwer zu gewährleisten. Bei zusätzlicher Auslenkung des Stempels in Drehrichtung kann es zu einer Verdichtung der oberen Partikelschichten der Schüttung kommen, so dass eine Inhomogenität der

from 10 measurements. The tests were all conducted at room temperature. The corresponding viscosity of the air was calculated as a function of the current temperature with the following polynomial:

$$\eta_F(\vartheta) = (17.24237 + 0.04636 \cdot \vartheta - 2.7458 \cdot 10^{-5} \cdot \vartheta^2) \cdot 10^{-6} \text{Pas} \quad (11)$$

5 Results

In a first step, the tests were conducted with the commercially available plunger with a closed base plate (Fig. 3). For the three different test substances, the mass specific surface was determined with this system.



4 Stempel der Prüfapparatur mit geschlossener und perforierter Bodenplatte • Plunger of the test apparatus with closed and perforated base plate

Schüttung und ggf. ein Gradient entstehen. Des Weiteren wurde durch die in dem Kolben entstehenden Druckverteilungen eine Staubeentwicklung beobachtet. Auch durch eine geringfügige Bewegung des Stempels horizontal nach oben wird die Struktur und somit die Porosität der Schüttung verändert.

Zur Eliminierung dieser deutlichen Nachteile bei der Versuchsdurchführung zur Bestimmung der massenbezogenen spezifischen Oberfläche mit dem Durchströmungsverfahren nach Blaine wurde ein neuer Stempel entwickelt. Dieser neue Stempel ist mit einer perforierten Bodenplatte (Bild 4) ausgestattet.

Dieser neu entwickelte Hohlstempel mit einer perforierten Bodenplatte kann nach Einstellung der gewünschten Porosität während des Versuches im Messsystem verbleiben. Dadurch wird die Schüttung und somit die gewünschte Porosität nicht verändert. Des Weiteren wird die Gesamtversuchszeit kürzer, da die Rüstzeit für den Versuch sich deutlich verringert, was bei dem Einsatz des Blaine-Messsystems z.B. in der Qualitätskontrolle mit hinreichend hohem Probendurchsatz einen nicht unerheblichen Kostenfaktor darstellt.

Tabelle 2 zeigt den Vergleich der spezifischen Oberflächen zwischen den Ergebnissen mit einem Stempel mit geschlossener Bodenplatte und der Oberfläche aus den Versuchen mit dem neuen Hohlstempel mit perforierter Bodenplatte. Die Versuchsbedingungen sind identisch ausgeführt worden, so dass auch diese Ergebnisse Mittelwerte aus 10 Experimenten darstellen.

Das Versuchsergebnis konnte durch den Einsatz des neu entwickelten Hohlstempels signifikant verbessert werden. Der Fehler innerhalb der Messungen liegt nur noch im Bereich $0,1 \% \leq \xi \leq 4,4 \%$. Für diese Experimente konnte die Reproduzierbarkeit der Ergebnisse nachgewiesen werden.

The results of the tests (Table 1) showed significant deviations of the determined mass specific surface from the specific surface of the test substance. The maximum deviation detected was 34 %. But in the remaining measurement range too, errors between 9 % and 25 % were measured. These handling- and apparatus-related errors can be attributed to the following causes.

After filling of the particle fraction, the powder sample is compacted with the plunger under pressure to a selected porosity. It is, however, difficult to guarantee the required porosity (for these tests $\varepsilon = 0.5$). With additional displacement of the plunger in the rotational direction, the upper particle layers of the material bed can be compacted, so that an inhomogeneity of the bed and in certain cases a gradient can result. Furthermore dust generation was observed as a result of the pressure distributions forming in the plunger. Even with a slight movement of the plunger horizontally upwards, the structure, and therefore the porosity, of the bed are changed.

To eliminate these considerable drawbacks in the test for determination of the mass specific surface with the Blaine permeability method, a new plunger was developed. This new plunger features a perforated base plate (Fig. 4).

After the required porosity has been obtained, this newly developed hollow plunger with perforated base plate can remain in measuring system during the test. As a result, the bed and therefore the required porosity are not changed. Moreover the total testing time is shorter as the set-up time for the test is reduced considerably, which represents a not inconsiderable cost factor with regard to the use of the Blaine measurement system, e.g. in quality control with sufficiently high sample throughput rate.

Table 2 shows the comparison of the specific surfaces measured with the plunger with closed base plate and the surfaces from the tests with the new hollow plunger with perforated base plate. The test conditions are identical, so that these results too are the mean values from 10 experiments.

The test result could be significantly improved with the use of the newly developed hollow plunger. The error in the measurements is only in the range $0.1 \% \leq \xi \leq 4.4 \%$. For these experiments, the reproducibility of the results could be proven.

Tabelle 2: Vollstempel – Hohlstempel/Spezifische massenbezogene Oberflächen
Table 2: Solid plunger – Hollow plunger/Mass specific surfaces

Prüfsubstanz/Test substance S_m (cm^2/g)	Vollstempel/Solid plunger Geschlossene Bodenplatte/ Closed base plate S_m (cm^2/g)	Hohlstempel/Hollow plunger PERFORIERTE Bodenplatte/ PERFORATED Base plate S_m (cm^2/g)
2800	2182	2676
3890	2972	3886
4090	3132	3998

6 Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Arbeit wurde die massenbezogene spezifische Oberfläche mit dem Durchströmungsverfahren nach Blaine für eine geeichte Prüfsubstanz bestimmt. Es hat sich gezeigt, dass unter Verwendung eines Stempels mit geschlossener Bodenplatte zur Kompression der Pulverschüttung auf die gewünschte Porosität Abweichungen der spezifischen Oberfläche bis zu 34 % in Bezug auf die Oberfläche der Prüfsubstanz auftreten. Die hohen handhabungs- und gerätetechnischen Fehler resultieren aus der durch die Kompression des Pulvers bedingten Inhomogenität der Schüttung, der Staubentwicklung und somit dem Entweichen von Feingut aus der Partikelfraktion und der nicht exakten Gewährleistung der Porosität der Schüttung durch die Druckbeaufschlagung aufgrund der Stempelbewegung.

Zur Eliminierung dieses deutlichen Nachteils der Messmethode durch den gerätetechnischen Einsatz eines Vollstempels mit geschlossener Bodenplatte, wurde ein Hohlstempel mit perforierter Bodenplatte entwickelt und vorgestellt. Mit dieser modifizierten Versuchsanordnung konnten die Abweichungen der spezifischen Oberfläche der Prüfsubstanz auf reproduzierbare Messergebnisse mit einem Fehler im Bereich von $0,1 \% \leq \xi \leq 4,4 \%$ reduziert werden.

Literatur/Literature

- [1] W. Batel: Einführung in die Korngrößenmesstechnik, Springer Verlag, Heidelberg, Berlin, 1964
- [2] T. Allen: Particle Size Measurement, Chapman and Hall Verlag, London, 1990, pp. 503-539.
- [3] R. L. Blaine: A simplified air permeability fineness apparatus, American Society of Testing and Materials Bulletin (1943) 123, 51
- [4] F. Gille: Die Prüfung der Mahlfeinheit mit dem Gerät von Blaine. In: ZKG International (1951) 4, S. 85-89
- [5] S. Kiesskalt: Bewertungsfragen der Feinzerkleinerung. In: Chemie-Ing.-Technik 26 (1954) 1, S. 14-18
- [6] H. Baumann; J. Klein; H. Jüntgen: Beziehungen zwischen verschieden bestimmten spezifischen Oberflächen von Steinkohlen. In: Aufbereitungstechnik 22 (1981) 1, S. 22-27
- [7] R. Rath; W. Guse: Absolutbestimmung der Oberflächengröße mit dem Luftdurchlässigkeitsprüfer nach Blaine. In: ZKG International (1973) 2, S. 96-97
- [8] S. K. Bandopadhyay; S. Roy; S. N. Ghosh: Vergleichende Untersuchungen zur Bestimmung von Zement mit Hilfe der Blaine-Methode und der Lasergranulometrie. In: ZKG International (1999) 12, S. 693-696
- [9] J. H. Potgieter; C. A. Strydom: An investigation into the correlation between different surface area determination techniques applied to various limestone-related compounds. In: Cement and Concrete Research 26 (1996) 11, pp. 1613-1617
- [10] Y. M. Zhang; T. J. Napier-Munn: Effect of particle size distribution, surface area and chemical composition on Portland cement strength. In: Powder Technology 83 (1995) pp. 245-252
- [11] DIN 66 126, Bestimmung der spezifischen Oberfläche disperser Feststoffe mit dem Durchströmungsverfahren, Grundlagen. In: DIN-Taschenbuch 133, Partikelmesstechnik, Beuth Verlag, Berlin, 1997; Teil 1 und 2, S. 96-102

6 Summary

In the scope of this work, the mass specific surface of a standard test substance was determined with Blaine's permeability method. It has been shown that with the use of a plunger with closed base plate for compression of the powder bed to the required porosity, the specific surface determined can deviate from the specified surface area of the test substance by up to 34 %. The high handling and apparatus-related errors result from the inhomogeneity of the material bed caused by the compression of the powder, dust generation and accordingly the escape of the fines of the particle fraction, and the imprecise guarantee of the bed porosity caused by the pressure applied as a result of the plunger movement.

For elimination of this substantial drawback of the measurement method caused by the use of a solid plunger with a closed base plate in the apparatus, a hollow plunger with a perforated base plate was developed and presented. With this modified test apparatus, the deviations from the specific surface area of the test substance could be reduced to reproducible measurement results with an error in the range of $0.1 \% \leq \xi \leq 4.4 \%$.