

DIN 66126**DIN**

ICS 17.040.20; 19.120

Einsprüche bis 2014-06-07
Vorgesehen als Ersatz für
DIN 66126-1:1989-02 und
DIN 66126-2:1989-02

Entwurf

Bestimmung der spezifischen Oberfläche disperser Feststoffe mittels Gasdurchströmung – Blaineverfahren

Determination of specific surface area of disperse solids by the gas permeability technique –
Blaine method

Détermination de la surface spécifique de solides dispersés par la méthode de gas perméabilimétrie –
Méthode de Blaine

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2014-02-07 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nabau@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den Normenausschuss Bauwesen (NABau) im DIN, 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 18 Seiten

Normenausschuss Bauwesen (NABau) im DIN

Inhalt

Seite

Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe und Formelzeichen	5
4 Verfahren zur Bestimmung spezifischer Oberflächen	6
5 Bestimmung der spezifischen Oberfläche mittels Durchströmungsverfahren	6
5.1 Messprinzip	6
5.2 Theoretische Grundlagen	6
5.3 Praktische Durchführung	7
5.3.1 Blaine-Apparatur und Zubehör	7
5.3.2 Ablauf der Messung	8
6 Auswertung	10
7 Kalibrierung der Apparatur	10
8 Analysenbericht	11
Anhang A (informativ) Herleitung der Auswertgleichungen	12
Anhang B (informativ) Voraussetzungen und Anwendungsgrenzen	16
Literaturhinweise	18

Vorwort

Diese Norm wurde vom Arbeitsausschuss NA 005-11-43 AA „Partikelmesstechnik; Porositäts- und Oberflächenmessverfahren, Spiegelausschuss zu ISO/TC 24/SC 4/WG 3“ im DIN erarbeitet.

Die Überarbeitung ist notwendig geworden, weil in der Vorgängernorm DIN 66126-2 der mittlerweile als gefährlich eingestufte Stoff Dibutylphthalat zur Verwendung als Manometerflüssigkeit empfohlen wird.

Dieses Dokument ist als Ersatz für DIN 66126-1:1989-02 und DIN 66126-2:1989-02 vorgesehen.

Änderungen

Gegenüber DIN 66126-1:1989-02 und DIN 66126-2:1989-02 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Inhalte der DIN 66126-1 und DIN 66126-2 überarbeitet und in einer Norm zusammengefasst;
- b) Herleitung der Auswertgleichungen in informativen Anhang A aufgenommen;
- c) Voraussetzung und Anwendungsgrenzen in informativen Anhang B aufgenommen;
- d) redaktionelle Überarbeitung.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm gilt für die Messung der spezifischen Oberfläche disperser Feststoffe mit dem Durchströmungsverfahren nach Blaine für Werte der volumenbezogenen Oberfläche S_v von ungefähr $3 \times 10^5 \text{ m}^{-1}$ bis etwa $12 \times 10^5 \text{ m}^{-1}$ [1].

ANMERKUNG Diese Werte entsprechen bei einem Stoff mit der Dichte $3,0 \text{ g cm}^{-3}$, einer massebezogenen spezifischen Oberfläche S_m im Bereich von etwa $0,1 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ bis $0,4 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$.

Sollen größere spezifische Oberflächen mittels Durchströmung gemessen werden, sind Verfahren anzuwenden, die auch die Gleitströmung berücksichtigen.

Das Blaineverfahren ist darüber hinaus nicht anwendbar für Messungen der spezifischen Oberfläche von dispersen Feststoffen mit faser- oder plättchenförmigen Partikeln sowie nicht für Messungen der Oberflächenrauigkeit oder des Durchströmungswiderstandes von Filtern.

In dieser Norm wird nur das Durchströmungsverfahren nach Blaine behandelt (auch als Luftdurchlässigkeitsverfahren bezeichnet), das zu den Verfahren mit veränderlichem Druckabfall gehört.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

DIN ISO 9277, *Bestimmung der spezifischen Oberfläche mittels Gasadsorption — BET-Verfahren*

DIN 66160, *Messen disperser Systeme; Begriffe*

DIN 66161, *Partikelgrößenanalyse — Formelzeichen, Einheiten*

DIN 66137-2, *Bestimmung der Dichte fester Stoffe — Teil 2: Gaspyknometrie*

ISO 80000-1:2009, *Quantities and Units — Part 1: General*

3 Begriffe und Formelzeichen

Es gelten die Begriffe nach DIN 66160. Tabelle 1 enthält die Formelzeichen und SI-Einheiten, die in dieser Norm benutzt werden. Zur Benennung von hier nicht erläuterten Formelzeichen siehe DIN 66161.

Tabelle 1 — Formelzeichen

Formelzeichen	Benennung	SI-Einheit ^a
A	Querschnittsfläche des Strömungskanals	m^2
D_0	Durchmesser des Strömungsquerschnitts der Messzelle (= Innendurchmesser)	m
D_u	Innendurchmesser des U-Rohres der Blaine-Apparatur	m
g	Erdbeschleunigung	m s^{-2}
h	Auslenkung des Flüssigkeitsspiegels aus der Ruhelage	m
h_z	effektive Höhe der Messzelle	m
K_B	Gerätekonstante der Blaine-Apparatur	$\text{Pa}^{1/2} \text{ m}^{-1}$
k	Kozeny-Konstante	1 ^b
l	Länge des porösen Systems (= Höhe der verdichteten Schüttung)	m
l_K	Länge des Tauchkolbens	m
m_s	Probenmasse	kg
p	Druck	Pa
r	Radius des Strömungsquerschnitts der Messzelle	m
S_m	massenbezogene spezifische Oberfläche	$\text{m}^2 \text{ kg}^{-1}$
$S_{m,\text{ref}}$	massenbezogene spezifische Oberfläche der Referenzprobe	$\text{m}^2 \text{ kg}^{-1}$
S_v	volumenbezogene spezifische Oberfläche	m^{-1}
t	Zeit	s
V_g	Gesamtvolumen des porösen Systems im verdichteten Zustand	m^3
V_p	Hohlraumvolumen (= Summe der Volumina aller Zwischenkorporen)	m^3
V_s	Probenvolumen (= Summe aller Partikelvolumina)	m^3
$\bar{v}_L$	mittlere Geschwindigkeit des strömenden Mediums (Luft) im freien Strömungskanal	m s^{-1}
η	dynamische Viskosität eines beliebigen strömenden Fluids	Pa s
η_L	dynamische Viskosität von Luft	Pa s
ε	Zwischenkornporosität der verdichteten Probenmaterial-Schüttung	1 ^b
ρ_M	Dichte der Messflüssigkeit	kg m^{-3}
ρ_s	Feststoffdichte des zu untersuchenden Materials (auch als Korn- oder Partikeldichte bezeichnet)	kg m^{-3}
$\rho_{s,\text{ref}}$	Feststoffdichte der Referenzprobe	kg m^{-3}
$\Delta m_s/m_s$	relative Genauigkeit der Probenmassebestimmung	1 ^b
Δt	Durchströmungszeit der Messprobe	s
Δt_{ref}	Durchströmungszeit der Referenzprobe	s

^a Für die Angabe von Stoffdaten und Analysenergebnissen (siehe Abschnitt 8) ist auch die Verwendung von abgeleiteten SI-Einheiten, wie $\text{m}^2 \text{ g}^{-1}$, zulässig.

^b Nach ISO 80000-1:2009, 3.8, Anmerkung 3, ist die Einheit für eine Größe der Dimension eins (üblicherweise als dimensionslos bezeichnet) die Einheit eins, Formelzeichen 1

4 Verfahren zur Bestimmung spezifischer Oberflächen

Zur Kennzeichnung der Feinheit disperser Feststoffe kann neben der mittleren Partikelgröße und der Partikelgrößenverteilung auch die spezifische Oberfläche herangezogen werden. Diese lässt sich aus der Partikelgrößenverteilung berechnen oder kann experimentell ermittelt werden.

Für die Messung der spezifischen Oberfläche werden im Wesentlichen verwendet:

- a) Sorptionsverfahren (siehe DIN ISO 9277);
- b) Photometrische Verfahren;
- c) Durchströmungsverfahren.

Die genannten Verfahren erfassen unterschiedliche Anteile der spezifischen Oberfläche. Während mit den unter b) und c) genannten Verfahren näherungsweise ein Oberflächenwert bestimmt wird, der sich aus den geometrischen äußeren Abmessungen der Partikel ergibt, wird mit den Sorptionsverfahren auch die für das Sorptionsgas zugängliche sogenannte innere Oberfläche erfasst, welche insbesondere bei porösen Stoffen die äußere Oberfläche erheblich übertreffen kann.

5 Bestimmung der spezifischen Oberfläche mittels Durchströmungsverfahren

5.1 Messprinzip

Ein poröses durchströmbares System setzt Flüssigkeiten und Gasen einen bestimmten Strömungswiderstand entgegen. Dieser hängt unter anderem von der spezifischen Oberfläche und der Zwischenkornporosität (Schüttgutporosität) des durchströmten Systems ab. Daher wird für die Bestimmung der spezifischen Oberfläche mit Durchströmungsverfahren (Permeabilitätsverfahren) das zu charakterisierende disperse Probenmaterial zunächst in eine definiert verdichtete Schüttung („poröses System“) überführt, die eine möglichst gleichmäßige Zufallspackung aus den einzelnen Feststoffpartikeln darstellen muss.

Bei diesem Verfahren wird die spezifische Oberfläche des dispersen Feststoffes in einem zweiten Schritt durch Messung der Zeit ermittelt, die eine bestimmte Luftmenge zum Durchströmen dieser Probenmaterialschüttung benötigt. Das strömende Medium wird mit Hilfe einer absinkenden Flüssigkeitssäule durch das poröse System gesaugt, wobei sich der Volumenstrom und entsprechend auch der Druckabfall über dem porösen System in Abhängigkeit von der Höhe der Flüssigkeitssäule ändern.

5.2 Theoretische Grundlagen

Alle Varianten der Durchströmungsverfahren zur Bestimmung der spezifischen Oberfläche disperser Feststoffe basieren letztlich auf der Carman-Kozeny-Gleichung (siehe Gleichung A.2), die sich ihrerseits aus dem Gesetz von Hagen und Poiseuille (Gleichung A.1) ableiten lässt. Einzelheiten zur Herleitung der in Abschnitt 6 angegebenen Auswertgleichungen (2) und (3) für das Blaine-Verfahren sind dem Anhang A zu entnehmen.