

## Versuchsprotokoll Versuch Fest P6

# Oberflächenbestimmung nach Blaine

### 1. Stichworte

- Oberflächendefinition (*Massenbezogene O., Volumenbezogene O.*)
- Dichtedefinition (*Bulkdichten, scheinbare D., wahre D., Porosität*)
- Messmethoden (*statisch: Gasadsorption nach BET, dynamisch: Gaspermeation nach Blaine*)

### 2. Einleitung

Anhand von Kalibriersubstanzen soll die massenbezogene Oberfläche von Zinkoxid nach der Blaine-Methode bestimmt werden.

### 3. Versuchsdurchführung

Entgegen den Angaben des Praktikums-kriptes<sup>1</sup> und nach Anweisung durch den Assistenten wurden die nicht getrockneten Kalibriersubstanzen und eine Probe Zinkoxid in einer Blaine-Apparatur untersucht. Hierzu wurde ein Messingzylinder am unteren Ende mit einem Filterpapier und einem Lochstopfen verschlossen und bis zur Oberkante locker mit dem zu untersuchenden Pulver gefüllt. Anschließend wurde die Pulversäule mit einem passenden Messingstempel komprimiert, wobei bei allen Messungen ein möglichst konstanter Pressdruck ausgeübt wurde. Nach Abdeckung mit einem weiteren Filterpapier wurde das Gewicht und Volumen der Pulversäule ermittelt und der Messzylinder luftdicht auf ein U-Rohr gesteckt. Anhand der zur Equilibrierung einer Flüssigkeitssäule im U-Rohr benötigten Zeit wurde zunächst ein Kalibrierwert ermittelt, der im folgenden Aufschluß über die Oberfläche der Zinkoxidprobe gab.

#### 3.1 Benutzte Geräte

Blaine-Apparatur

Restfeuchtemessgerät *Satorius*

#### 3.2 Benutzte Substanzen

Zinkoxid      Chargenbezeichnung: 3699I-02796

## 4. Messdaten

### 4.1 Gaspermeation nach Blaine

	Masse [g]	Volumen [ml]	Zeit [s]	$O_m$ [m <sup>2</sup> /g]	$\rho$ [g/ml]
Substanz 1	2,4698	3,48	78	3,9 <sup>†</sup>	3,33 <sup>†</sup>
	2,2508	3,08	88		
	2,3002	2,90	50		
Substanz 2	1,0702	2,97	246	41,3 <sup>†</sup>	3,58 <sup>†</sup>
	1,2851	3,28	255		
	1,4695	3,76	410		
Substanz 3	4,4724	3,30	1181	11,2 <sup>†</sup>	4,23 <sup>†</sup>
Zinkoxid	3,5364	3,05	448		5,61 <sup>*</sup>
	3,3028	2,86	465		
	3,4209	3,24	484		

<sup>†</sup> Laut Angabe im Praktikum

<sup>\*</sup> Aldrich, Chemikalienkatalog 2000 – 2001

### 4.2 Trocknungsverlust

Substanz 1	0,87 %
Substanz 2	4,39 %
Substanz 3	0,88 %
Zinkoxid	0,55 %

## 5. Auswertung der Messdaten

Angelehnt an die Gleichung von Carman-Kozeny<sup>2</sup> gilt für die Blaine-Apparatur<sup>1</sup> bei einer Porosität

$$\epsilon_K = 1 - \frac{m_K}{V_K \cdot \rho_K} \quad \text{und einer Kalibrierkonstanten} \quad k_K = \frac{O_K \cdot \rho_K \cdot (1 - \epsilon_K)}{\sqrt{\epsilon_K^3 \cdot t_K}} \quad \left[ \frac{\text{m}^2 \cdot \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}}{\sqrt{\text{s}}} \right]$$

$$O_{ZnO} = \frac{O_K \cdot \rho_K \cdot (1 - \epsilon_K) \cdot \sqrt{\eta_K \cdot t_{ZnO} \cdot \epsilon_{ZnO}^3}}{\rho_{ZnO} \cdot (1 - \epsilon_{ZnO}) \cdot \sqrt{\eta_{ZnO} \cdot t_K \cdot \epsilon_K^3}} = k_K \cdot \frac{\sqrt{t_{ZnO} \cdot \epsilon_{ZnO}^3}}{\rho_{ZnO} \cdot (1 - \epsilon_{ZnO})} \quad \left[ \frac{\text{m}^2}{\text{g}} \right] \quad \text{wobei} \quad \eta_K = \eta_{ZnO} \cdot$$

## 5.1 Kalibriersubstanzen

	Porosität $\epsilon_K$			Kalibrierkonstante $k_K$		
Substanz 1	0,787	0,781	0,762	0,449	0,439	0,657
Substanz 2	0,899	0,891	0,891	1,116	1,200	0,947
Substanz 3	0,680			0,787		
Ø				0,796		

## 5.2 Zinkoxid

	Porosität $\epsilon_K$			Oberfläche $O_{ZnO}$		
Zinkoxid	0,794	0,794	0,781	10,3	10,5	12,1
Ø				11,0		

## 6. Diskussion der Versuchsergebnisse

Die ermittelte Oberfläche für Zinkoxid ist mit Sicherheit falsch. Betrachtet man die Kalibrierkonstanten so fällt sofort auf, dass hier enorme Schwankungen vorliegen, wobei die anhand einzelner Pulver ermittelten Werte relativ konstant sind. Ein falsches Bedienen oder Ablesen der Apparatur scheint somit kein möglicher Erklärungsgrund zu sein. Vielmehr konnten wir einen deutlichen Wassergehalt der Substanz 2 nachweisen, was ein möglicher Grund für das besonders starke Abweichen der dazugehörigen Messwerte ist. Ferner ist eine Oberflächenbestimmung nach Blaine laut DIN 66126-2 respektive DIN 66127 nur für Pulver zugelassen, die eine maximale volumenbezogene Oberfläche von 1,2 m<sup>2</sup> pro Milliliter aufweisen<sup>3,4</sup>. Alle benutzten Kalibriersubstanzen weisen aber eine deutlich höhere volumenbezogene Oberfläche (13 – 148 m<sup>2</sup>/ml) auf und können daher ebenfalls zu falschen Ergebnissen führen.

## 7. Quellen

- 1 Arbeitsvorschriften für das Praktikum Arzneiformenlehre II, Pharmazeutische Technologie Rheinische Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn, 14. Nachdruck der 4. Auflage Sep. 1996
- 2 Bauer, Frömmling, Führer: Lehrbuch der Pharmazeutischen Technologie, 7. Auflage, 2002, Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft mbH Stuttgart, Seite 308 – 309
- 3 <http://www.chem-eng.fh-mannheim.de/imv/Blaine.htm>
- 4 <http://www.uni-weimar.de/Bauing/aufber/Kglabor/blaine.html>