

# 粉體粒子的 物理的 分析方法

姜 錫 浩\*

## 1. 서 론

고체 분말의 특성은 그 입자의 크기에 영향을 받는다. 예를 들면, 고체의 용해속도, 열전달, 흡착, 유체의 투과속도, 건조등의 단위조작은 물론이고 분체공학의 주요분야인 선별, 혼합, 분쇄 및 size enlargement에 있어서 입자의 크기 및 그 분포상태는 매우 큰 역할을 한다. 또한 분말의 다른 물리적 성질, 예를 들면 충전특성, 마찰계수 부착력이나 열적, 전기적, 자기적 성질 혹은 광선이나 음향에 미치는 영향등은 근본적으로 분말을 이루는 단위입자의 크기, 모양에 관계되고 분말집합체에서는 그 입자의 분포상태에 좌우된다.

분체공학에서 다루어지는 분체라고 불리는 물질은 전부 기-액-고상의 어느 두 상 이상에 접하고 있기때문에 분체입자의 크기를 결정하는데는 결국 고체가 기체나 액체에 분산된 상태로 분석되는 것이 통례이다. 그러나 foam, emulsion, gel, xerogel 상태의 경우에도 정도의 차이가 있을뿐 동일한 분석원리가 적용됨이 사실이다.

분체공학에서 취급되는 단일입자의 크기는 分子分散系의 단위입자의 크기보다 큰 범위로서 대략 콜로이드系 정도 즉  $10^{-7} \sim 10^{-6}$  cm 이상의 평균입자크기(입도)를 가진것에 한정되고 Fig. 1 입자의 크기에 따라서 또 분체의 용도에 따라서 채용되는 입도분석 방법도 차이가 있다. Fig. 2. screening은 전적으로 기계적 선별법인가 하면 elutriation이나 침강법은 유체중에서의 입자의 운동원리를 이용한 방법이고 기타 광학적 방법, 전기적 방법등이 입자의 크기나 고체의 화학적, 물리적 특성때문에 특별히 다른 입도

분석방법을 필요로 하게된다. 본고에서는 다음의 4가지 원리에 의한 입도분석방법과 분말의 비표면적 측정에 대하여 개설하고자 한다.

- 1) 체분석
- 2) 광학적 분석
- 3) 침강분석
- 4) 인퓨트리에이션
- 5) 비표면적 측정법

무릇 모든 분말의 입자분석에 있어서 어느 방법을 택

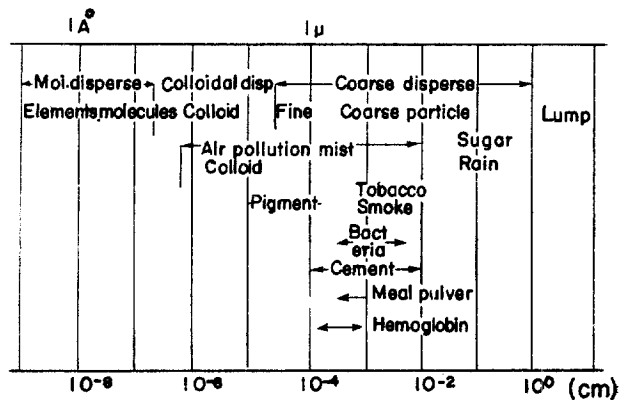


Fig. 1. Particle Diameters of Several Materials

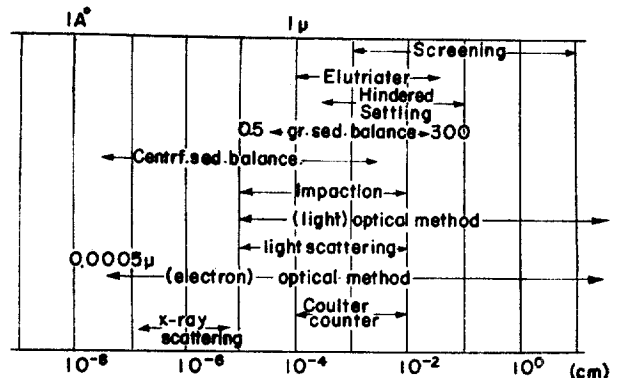


Fig. 2. Comparison of Measuring Methods

\*嶺南大 工大 化學工學科

하거나에 관계없이 분석할 분말시료를 모집단으로부터 어떤 방법으로 채취하느냐 하는 문제는 분석의 정확도에 있어서 매우 중요한 일이다, 기왕에 돈과 시간과 인력을 사용한 분석결과가 母集團의 분포상태로부터 이탈된 결과를 나타낸다면 아무도 그 실험의 정확성을 믿지 않게 된다. Stange<sup>1,2,3,4)</sup> 등에 의하면 시료분석에서 오는 전체오차의 크기는 sampling 과정의 오차와 분석오차의 제곱의 합의 평방근에 비례하는 결과를 나타낸다. sampling 을 잘함으로써 분석된 입자의 입도 분포곡선이 어떻게 달라지는가를 나타냈다. (Fig. 3.)

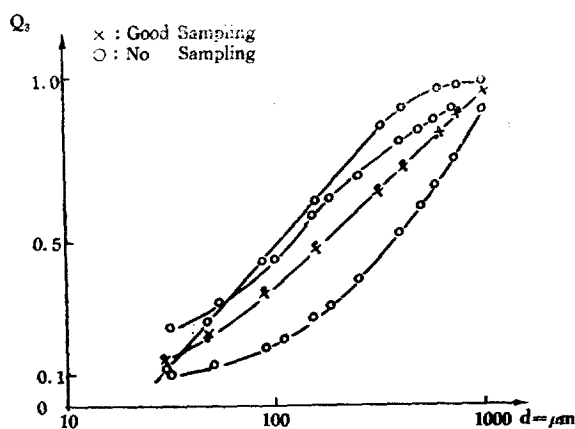


Fig. 3. Influence of Sampling Procedure

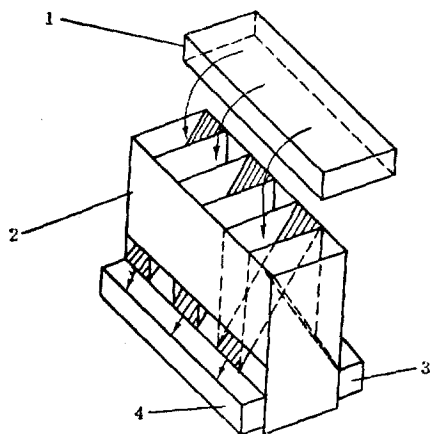


Fig. 4-a. Rotary Sample Distributor

분체의 sampling 은 대개 四分法이 이용되지만 시간이 오래걸리므로 일반적으로 두가지의 다른방법, Riffle sample distributor와 Rotary disc sample distributor (그림4. a, b)가 사용된다.

분체시료의 채취에는 Rotary sample distributor가 가장 편리한 장치임은 물론이다.

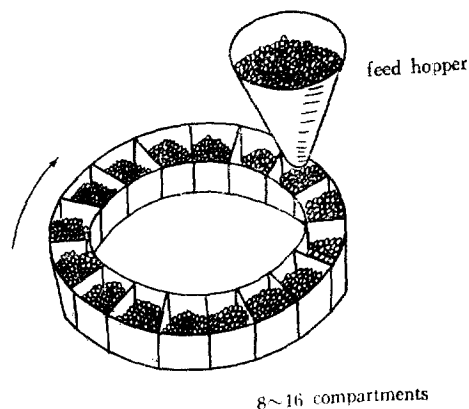


Fig. 4-b. Riffle Distributor

한시료의 분석결과를 인제나 ① 빈도-분포곡선이 나 누적분포곡선 ② 대수확률곡선 ③ RRSB 분포 또는 ④ Potential distr. 등으로 나타냄으로써 분말집단의 특성을 표시한다.

## 2. 체 분 석

분말입자의 분석이나 분리조작에 가장 많이 쓰이는 기구가 sieve-screen이며 screen의 재료로서는 다공판이나 wire screen이 주로 쓰이고 경우에 따라서는 silk나 synthetic fiber screen이 사용되기도 한다.

모든 screen은 그 wire나 fiber의 굵기와 wire간의 폭이 규격화 되어 있으며 우리나라에서도 KS A5101에 체의 규격을 정하고 있다.

참고로 각국의 체 규격을 규격번호로서 소개한다.

Table 1. Sieve Screen Standards of Several Nation

| 국 별 | 규 격 번 호        | 비 고              |
|-----|----------------|------------------|
| 한 국 | KSA 5101       | 공업체규격            |
| 미 국 | ASTM E11-61    | 일반체              |
| 미 국 | ASTM E161-60T  | Microsieve       |
| 영 국 | BS 410-1962    |                  |
| 불란스 | AFNOR X-11-501 |                  |
| 독 일 | DIN 4188       | Wire screen      |
| "   | DIN 4187       | Perforated plate |
| "   | DIN 4195       | 섬유제품 screen      |

일반적으로 체 질에 의한 입도분리<sup>5)</sup>는 50 $\mu$  이하에서는 실효를 거둘 수가 없으나 분체를 액체 매질에 분산시키고, microsieve를 사용하여 wet-screening함으로써 10 $\mu$  단위까지는 측정이 가능하다. 또 측정가능한

입도의 최대치가 제한되지 않기 때문에 모든 분체 조각에 매우 편리하다. 더욱 중요한 것은 규격화된 체를 사용하더라도 체 절을 하는 방법(기계, 혹은 수동식)이나 시간에 따라서 distribution이 달라 나타나기도 한다. (Fig. 5.)은 체질하는 시간  $t$ 에 따라서 입의 screen 위에 잔류하는 시료량  $R$ 의 변화를 표시하였고 또 체 분석에 의한 평균입도  $X_n$ 가 체질시간  $t$ 에 어떤 영향을 받는가를 정성적으로 나타냈다. (Fig. 5)

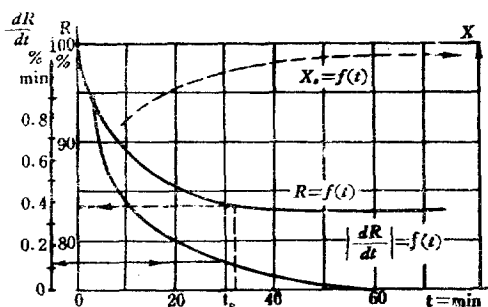


Fig. 5. Retained Mass=f(Screening Time)

취급상의 부주의나 어떤 다른 이유 때문에 screen 자체에 손상이 생기면 체 효율을 떨어뜨리는 결과가 되므로 가능하면 이상적인 체화물을 얻을 수 있는 조건들을 선택하여야 한다.

### 3. 광학적 방법

광전이나 전자파에 의한 영상으로 부터 단일 입자의 크기를 측정하는데 쓰이는 유일한 방법으로써 값이 싼 현미경이나 고가의 전자현미경 광주사장치 혹은 X-ray 분산법 등 매우 다양한 장치가 사용된다.<sup>6,7)</sup>

광 또는 전자파의 직진에 의한 입자의 확대된 영상을 직접 관찰하거나 사진으로 찍어서 입자크기를 측정하는 장치는 광학현미경에 ocular scale이나 graticule을 병용하여 直視하거나 사진촬영 할 수가 있고 고진공에서 전자파를 미세입자에 투사하여 역시 그 영상을 화면에 담을 수 있다. 인화된 사진으로부터 보통 손으로 입자 크기를 동일 방향에서 측정하거나 Zeiss particle size analyser (Fig. 6.)로서 자동計數를 한후 전체 분말의 입도분포상태를 정확하게 알 수 있다. 각종 현미경 사진의 判讀에는 현미경배율 필름의 축소 확대비를 그리고 인화된 사진의 확대비율을 감안해야 하지만 이러한 매우 사소한 오차 때문에 정확하지 못한 결과를 얻는 경우가 있다. 광속이 입자를 포함하는 매질 중에서 굴절을 차이로 인하여 분산되는 광량을 광중폭기에서 수신하여 입도를 결정하는 광 산란 방법<sup>8)</sup>은 에

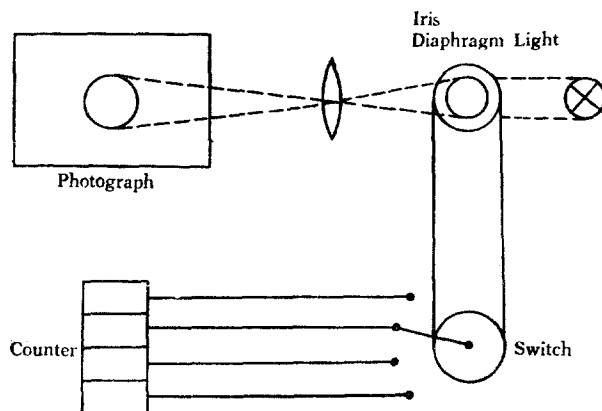


Fig. 6. Zeiss Particle Size Analyzer

어로졸이나 공기오염입자의 측정에 사용될 수 있는데 입자의 크기  $x$ , 광선파장  $\lambda$ 와 같거나 보다 큰 경우에는 측정각도를 몇가지로 변경할 필요가 있고  $\frac{\pi d}{x} < 1$ 인

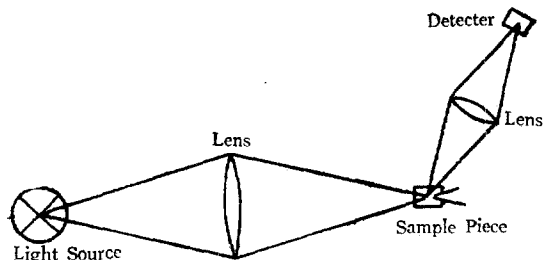


Fig. 7-a. Light Scattering Scheme

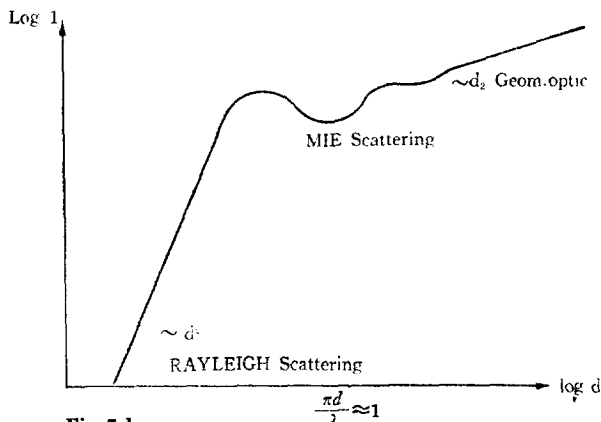
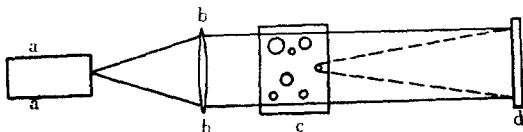


Fig. 7-b.

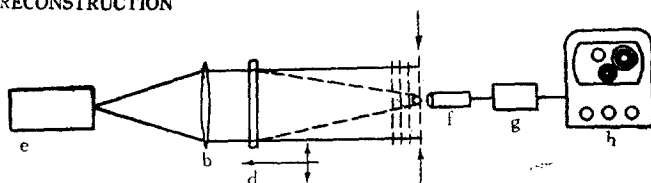
경우 광속  $I$ 는  $d^2$ 의 관계가 있으며  $\frac{\pi d}{x} < 1$ 인 경우는  $I$ 가  $d^6$ 에 비례하는 현상이 밝혀졌다.<sup>9)</sup> 0.1 $\mu$  이하의 작은 입자에 대하여는 광속 대신에 X-ray 산란법<sup>10)</sup>에 의한 특징이 가능하다. 최근에는 에어로졸 같은 미세

입자가 충돌에 의해서 더욱 미세화 되는 동적 메카니즘을 Laser 을 이용한 Holograph<sup>11)</sup> 로써 규명할 수 있게 되었다. 이 방법의 개요를 Fig. 8. 에 소개한다.

#### PHOTO-MAKING



#### RECONSTRUCTION



- a: Rebi laser, b: Lens, c: Object in a stack,  
d: Hologram, e: He-Ne laser, f: Microscope,  
g: TV camera, h: TV screen

Fig. 8. Aerogol Holograph

측정용 laser 로는 impulse laser 가 사용되고 관독용 laser 로는 (Duration laser)가 별도로 사용되어야 한다 광학적 방법은 아니지만 입자크기를 측정하는 다른 한

방법<sup>12)</sup>은 전해질중에 분산된 입자가 한국의 용기로 부터 다른 극이 위치하는 용기로 크기가 정해진 작은 구멍을 통해서 전기저항이 달라질 것이며 그 저항의 변화가 전압변화로서 oscilloscope 에 기록될 수 있으므로 입도분포를 측정할 수가 있다. 이 원리를 이용한 대표적 장치의 하나인 Coulter-counter (Fig. 9.)를 소개한다.

#### 4. 침강 분석

정지한 유체(주로 액체) 내의 단일입자가 중력이나 기타 외력에 의하여 일차원에서 침강할 때의 종말침강속도  $U_{st}$ 는 stokes 法 測이 성립하는 범위내에서 입자크기의 자승  $X^2$  에 비례한다는

$$U_{st} = \frac{X^2(\rho_s - \rho)g}{18\eta} \approx X^2 \quad (1)$$

원리를 이용한 침강분석은 입도측정 뿐 아니라 입자의 표면적 측정에도 쓰이는 방법이다. 그러나 미세한 단일 입자의 침강은 실제 측정에서는 불가능하므로 간접침강이 일어나지 않는 범위의 현탁액이 농도를 유지하여야 하는데 연구에 의하면 현탁액 중의분말 농도를 부피 농도로 0.5% 이하로 유지할 필요가 있다. (Fig. 10.) 참조.

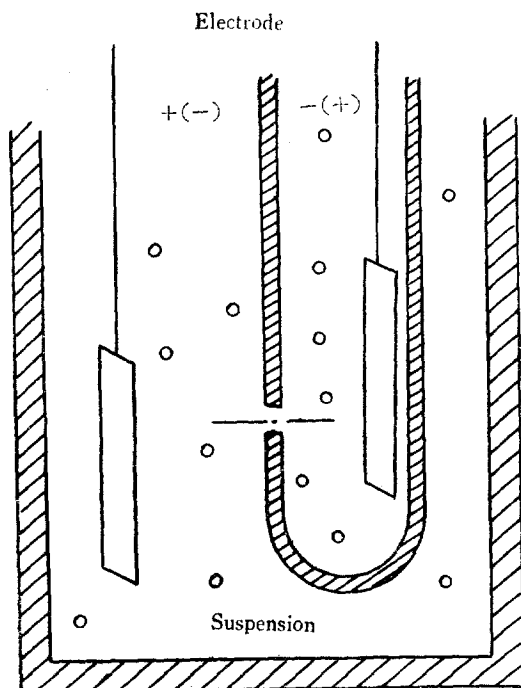


Fig. 9. Principle of Coulter Counter

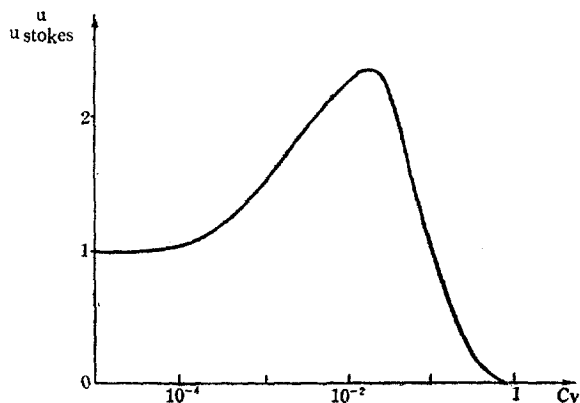


Fig. 10 부피농도와 침강속도의 관계

또 침강분석결과에 오차를 초래하는 다른 요인들에 대한 보정<sup>13)</sup>을 할 필요가 있는데

1. 유체의 대류현상
2. 측정기 벽과 바닥에서 오는 영향(wall effect)
3. 기류 중에서 침강에 대한 압력 보정 등을 고려하여 더욱 정확한 분석 결과를 얻는다. 침강이 진행되는

동안에 측정용기 내의 일정 높이에서의 입자농도는 ① 중량을 측정하거나 ② 전자파의 흡수율을 측정하거나 ③ 밀도를 측정함으로써 가능하다. 어느 경우이거나 간에 분해입자와 유체는 서로 화학적으로 안정하여야 하고 입자끼리 응집되어서도 안 되며 액체의 점도는 입자의 침강시간이 너무 짧거나 길지 않도록 선택되어야 한다. 중량측정에 의한 침강 실험은 쉽게 구할 수 있는 Andreason pipette<sup>14)</sup>나 고가의 침강분석천평(sedimentation balance)을 사용하는데 Sedimentation balance의 대표적 두가지 구조는 Fig. 11에 표시되어 있다.

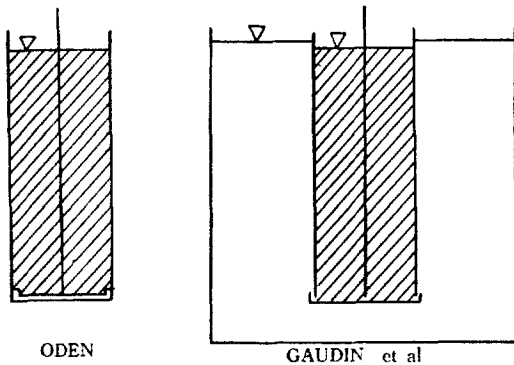


Fig. 11. Sedimentation Balance의 두 유형

Oden 식<sup>15)</sup>은 balance fan 상하 부의 유체 농도의 차이로 인한 대류현상이 있기 때문에 오차의 범위가 이 현상을 제거한 Gaudin 식<sup>16)</sup>의 것 보다 큰 결점이 있다. 더욱이 입자의 평균입도가 10 $\mu$ 보다 작은 시료에 대하여서는 밀도 차이에 의한 대류는 절대로 피해야 하므로 Gaudin 장치로써 더욱 정확한 결과를 얻을 수가 있다.

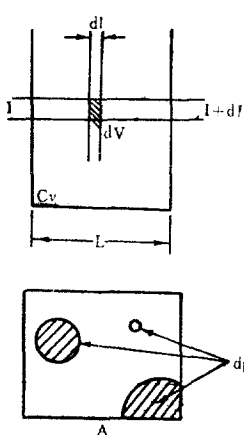


Fig. 12. Evaluation of Photosedimentation

$$\frac{I+dI}{I} = \frac{A-dP}{A}$$

$$T = \frac{I}{I(C_v=0)}$$

1. Specific Surface Area

$$O_s = -\frac{4 \ln T}{C_v \cdot L}$$

2. Distribution

$$T(x=\xi)$$

$$\int \frac{x}{k(x)} d \ln T$$

$$\Omega_s(\xi) = \frac{T(x=0)}{T(x=\infty)}$$

$$\int \frac{x}{kx} d \ln T$$

$$T(x=0)$$

분말의 비표면적도 아울러 측정할 수 있는 Photo-sedimentation 법<sup>17)</sup>은 Lambert-Beer 법칙을 이용하여 두께  $L$ 인 현탁액 (부피 농도  $C_v$ ) 속에 투사된 광속  $I$ 와 통과되어 나오는 광속  $I+dI$ 의 비가 광선통로에 수직인 단위면적  $A$  내에 있는 입자의 투영 면적  $dp$ 를 뺀 나머지  $A-dp$ 에 관계 되므로 (Fig. 12)

$$\frac{I+dI}{I} = \frac{A-dI}{A} \quad \text{또는}$$

$$\frac{dI}{I} = -\frac{dp}{A} = -\frac{dA}{A} \quad (2)$$

가 성립하고 입자의 부피를 고려한 광산란 단면적  $A_r$ 를 쓰면  $dA=A_r[C_v dL]$  투과량

$$\ln T = \ln \frac{I}{I_0} = -A_r C_v L \quad (3)$$

이 된다.

입자의 광산란에 의한 단면적  $A_r$ 는 투영면적  $P$ 에 비례하므로

$$A_r = K(x)P \quad (4)$$

가 되는데 이때  $K(x)$ 는 광흡수계수 이고 입자와 장치에 따르는 특정치로서 입도 2 $\mu$  이하에서는 변화가 크므로 광전 침강법의 사용한계가 된다. (Fig. 13) 만일 입자 크기  $X=0$ , 부터  $X=\infty$  까지의 범위에 대하여 투과도  $T'$ 를 측정한다면 한시료에 있어서 임의의 입자크

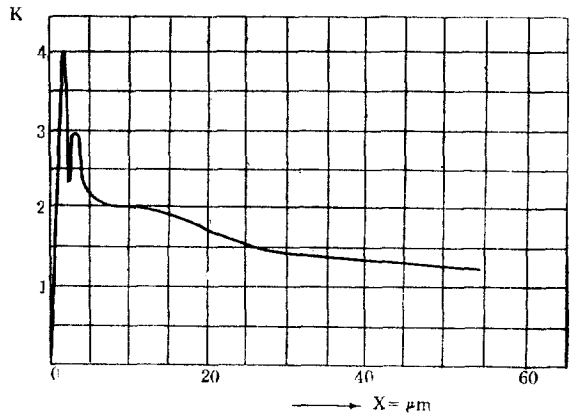


Fig. 13. Light Absorption Coefficient

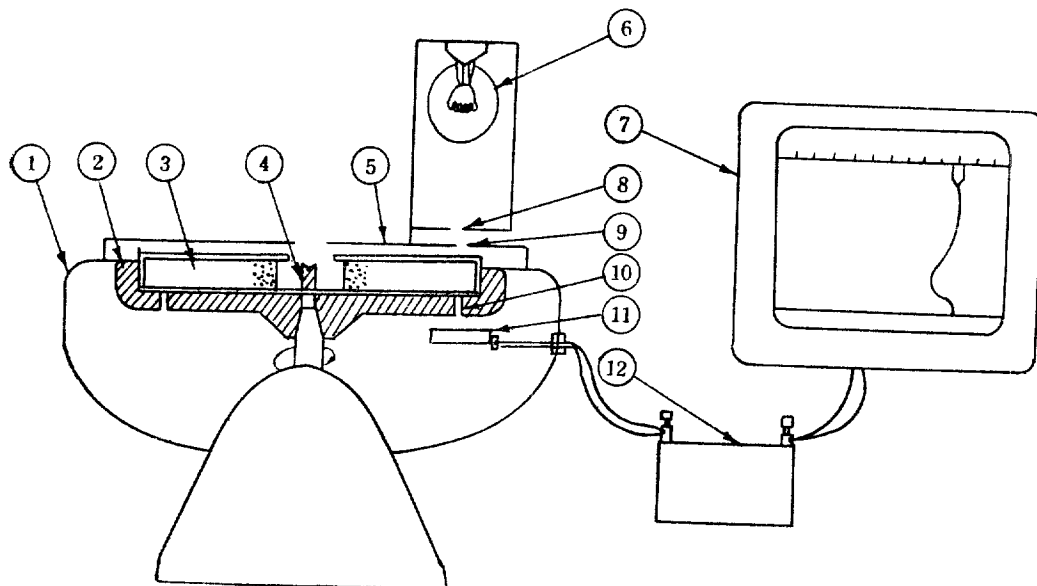
기  $X_0$ 보다 작은 입자의 량

$$D(x_0) = \int_{T_{x=0}}^{T_{x=x_0}} \frac{X}{k(x)} d \ln T \quad (5)$$

$\int_{T_{x=0}}^{\infty} \frac{X}{k(x)} d \ln T$ 에 의하여 입도분포 곡선을 얻을 수가 있다. 중력침강법 으로는 측정 불가능한 미세 입자에 대하여는 원심력을 이용한 광전 침강장치의 구조를 (Fig. 14)에 나타냈다.

## 5. 風 篩 法(Elutriation)

일류트리에이션<sup>18)</sup>은 침강법의 원리를 반대로 적용하



1—Modified laboratory centrifuge;  
2—Aluminium alloy flywheel;  
3—Perspex tank;  
4—Aluminium peg;  
5—Loose fitting lid resting on the bowl of the centrifuge;  
6—60W filament bulb mounted inside a box;

7—Pen recorder;  
8—Collimating slit in light mounting box;  
9—Collimating slit in upper lid(5);  
10—Collimating slit in flywheel (2);  
11—Photoelectric cell;  
12—Variable resistance.

Fig. 14. Centrifugal Photosedimentometer

는 방법인데 즉 정지되어 있는 분체중  $X$  보다 작은 평균경을 가지는 입자를 침강법에서의 그 입자 침강속도  $U$  보다도 큰 유속의 유체 (주로 공기)로써 날려 보내고 장치중에 남은 입도  $X$  보다 큰 입자의 양을 평량하여 입도분포곡선을 얻는다.

이 방법에는 항상 체를 보조기구로서 필요로 하며 유체의 속도를 조절하는 장치가 부착돼야 한다. (Fig. 15)

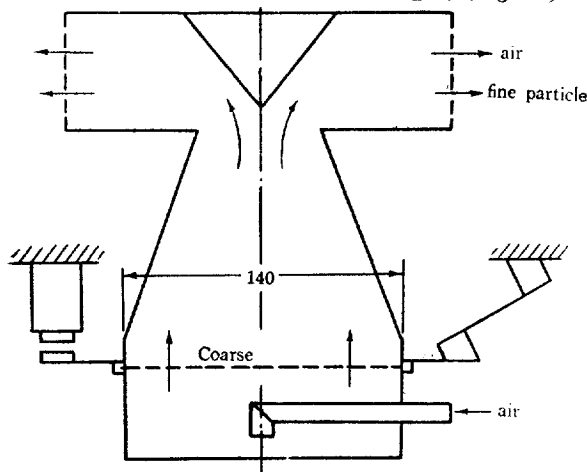


Fig. 15. Gravity Elutriator

은 일류트리레이터의 대표적인 장치<sup>18)</sup>인데 다른 종류<sup>19)</sup>의 장치의 개략을 (Fig. 15)에 나타냈다. Bahco elutriator는 입자에 작용하는 원심력이 유체와 평형을 이루는 원리, holder bank elutriator는 입자의 원심력 방향에 대하여 수직방향으로 유체가 이동되면서 분리가 가능하고, Gonell elutriator는 입자에 작용하는 이 유체와 평형을 이루는 상당직경의 입자를 날려보냄으로써 입도분포를 결정할 수 가 있다.

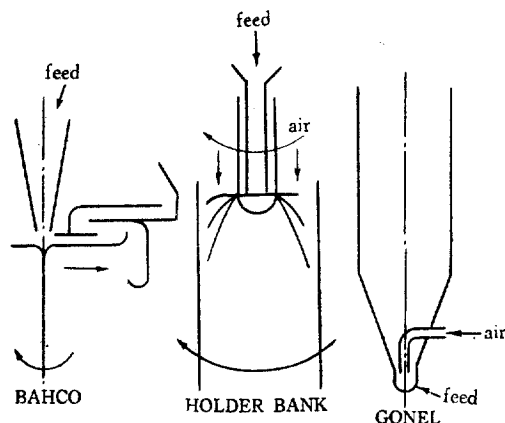


Fig. 16. Elutriators

## 6. 비 표면적 측정

분말의 비 표면적은 일반적으로 분체 단위질량의 표면적  $O_m = \frac{O}{m}$ 로 나타낼 수 있으며 분체단위부피당의 비표면적  $O_v = \frac{O}{m} \cdot \frac{m}{v} = O_m \rho$ 를 구할 수가 있다. 전술한 바와 같이 광학적 침강법에 의하여 결정된  $A_v$ 가 단일입자의 투영면적  $P$ 에 비례하고 그단일입자가 구형이라면 분체 단위부피당의 비 표면적  $O_v = 4P$ 이므로 식(3), (4)에서 다음식을 유도할 수가 있다.

$$\ln T = -A_v C_v L = -\frac{1}{4} K(x) O_v C_v L \quad (6)$$

현탁액내의 전체 입자에 대한 질량기준 입도분포 곡선  $n(x)$ 와 입자의 구형도  $\psi$ 를 고려하면 현탁액중의 입자 범위  $x_0$ 부터  $x_\infty$ 의 범위에서 다음식이 적용된다.

$$A_v = 6\psi \cdot \frac{3}{2} \int_{x_0}^{x_\infty} k(x) \frac{n(x)}{X} dx \quad (7)$$

일련의 연구결과<sup>26)</sup>에 의하면  $150 < A_v < 15000 \left(\frac{1}{\text{cm}}\right)$ 의 범위에서는

$$\left(\frac{O_v}{\text{cm}^{-1}}\right) = 13.1 \left(\frac{A_v}{\text{cm}^{-1}}\right)^{0.77} \quad (8)$$

이 성립되어 간단한 계산을 할 수 있으나 이 침강법에 의한 입자의 비 표면적 측정은  $3 \leq \psi^{3/2} \times (\ln \mu) \leq 100$ 의 범위에서 상당히 정확한 결과를 얻는다. 비 표면적을 측정하는 다른 하나의 간접방법인 유체투과법은 분체 충전층(기공도  $\epsilon$ , 두께  $L$ , 단면적  $A$ )을  $\Delta P$ 의 압력차로서 투과하는 유체(점도  $\eta$ )의 속도  $u$ 가 Carman-Kozeny 식

$$u = \frac{1}{k} \frac{1}{O_v^2} \cdot \frac{\epsilon^3}{(1-\epsilon)^2} \cdot \frac{1}{\eta} \cdot \frac{\Delta P}{L} \quad (9)$$

으로 주어지므로

$$O_v = \frac{\epsilon^{3/2}}{1-\epsilon} \sqrt{\frac{A}{kuL} \frac{\Delta P}{\eta}} \quad (10)$$

으로 부터 단위부피 당 비 표면적  $O_v$ 를 계산할 수 있으나 유속이 층류 범위를 벗어나지 않아야 하는 등 여러가지 인자에 대한 범위를 고정시켜야 하는 불편이 있다. 투과상수  $k$ 는  $O_v < 0.6 \text{ m}^2/\text{g}$ 에서는  $k = 5 \pm 10\%$  정도의 값을 가지나 그이상의 분말에 대하여는  $k$ 를 입자내의 기공분포에 따라서 보정하여야 한다. 측정에 사용되는 장치는  $\Delta P$ 를 일정하게 유지하는 Lea+Nurse 장치<sup>21)</sup>와  $\Delta P$ 가 변하는 Blaine 장치<sup>22, 23)</sup>로 알려져 있으며 어느것이나 매우 신속한 측정결과를 얻을 수 있는利點이 있다.

입자의 표면적 뿐만 아니라 입자내부의 기공도 역시 측정할 수 있는 더욱 정밀한 방법은 분자흡은 이온 흡착법인데 Langmuir<sup>24)</sup> 및 Brennauer, Emmett, Teller<sup>25)</sup>의 연구이후에 매우 많이 쓰이고 있으며 제속 연구<sup>26, 27, 28)</sup> 개선 됐기 때문에 거의 정확한 비 표면적을 측정할 수가 있다.

氣相吸着은 더욱 의의있는 방법으로서 可逆的 van der Waals 흡착 혹은 물리흡착이라고 불려진다. 분체 표면에 흡착된  $N_2$  분자 하나가 차지하는 면적이  $16.2 \times 10^{-20} \text{ m}^2$  라면 주어진 분체 표면에 단분자층을 이루며 흡착된  $N_2$ 의 부피로 부터 표면적을 계산할 수가 있다 그러나 기체의 흡착은 단분자층을 형성하는 경우가 거의 없고 항상 multilayer adsorption을 일으키므로 기체 압력과 표면에 흡착된 기체의 량의 관계는 기체 분자 운동론적으로나 통계적 방법으로 유도되는 다음의 BET 흡착등온식으로 표시된다.

$$\frac{P/P_0}{V(1-P/P_0)} = \frac{1}{V_m C} + \frac{C-1}{V_m C} \left(\frac{P}{P_0}\right) \quad (11)$$

식(11)은 기체의 압력  $P$ 와 포화증기압  $P_0$ 의 비가  $0.05 < P/P_0 < 0.25$ 의 범위에서는 매우 정확하며,  $P$ 에서의 부피  $V$ 를 포함하는 식(11)의 右邊値를  $P/P_0$ 에 대하여 plot 하면 그 직선의 기울기  $\frac{C-1}{V_m C}$ 와 切片  $\frac{1}{V_m C}$ 로 부터 단분자층을 이루는데 소비된 기체 부피  $V_m$ 과 상수  $C$ 를 계산할 수 있고  $V_m$ 으로부터 식(10)의 표면적을 구할 수 있다.

흡착 및 탈착등온선에 의한 비표면적 측정은 측정기술에 따라서 static method와 dynamic method로 분류할 수 있다. 靜의 방법으로는 흡착된 기체의 량을 흔히 쓰이는 용량법<sup>25, 27)</sup> 더욱 정밀한 중량법<sup>26)</sup> 그리고 Kr<sup>85</sup> 등의 방사성 동위원소를 사용하는 방법<sup>26)</sup>이 있고 動의 방법으로는 기체 농도를 측정하는 gas chromatograph法<sup>31)</sup>, flow micro calorimeter를 사용하는 흡착열 측정법<sup>32)</sup>이 있으며 전기화학적 방법의 가능성도 검토되고 있다. 그러나 흡착기체의 압력과부피를 측정하는 방법이 Orr surface analyser, MAT betograph, areameter의 상품명으로 간이한 측정에 쓰인다.

분말의 입도나 표면적 측정에 있어서 평균입도<sup>23)</sup>를 표시하는 방법이나 분말고체의 밀도, 사용되는 유체의物性値를 측정하는 그것은 그 자체가 매우 중요한 일이다. 더욱 중요한 것은 측정을 착수하기 전에 다양한 측정방법과 기술을 사용 목적에 따라서 고려하고 채택된 방법이 시간과 비용을 절약하는 경제적 방법인가를 판단하여야 한다.

### References

1. Stange: *Chem. Ing. Tech.* **35** (1963) 580
2. Stange: *ibid* **39** (1967) 585
3. C. Brown: *Chem. Eng. Sci.* **22** (1967) 693
4. C. Brown: *ibid* **23** (1968) 339
5. Annon: *Analyst* **88** (1963) 156
6. J.M. Dalla Valle, C. Orr: "Fine Particle Measurements" MacMillan Co. 1959.
7. T. Allen: "Particle Size Measurements" Chapman & Hall Ltd. London.
8. J. Goulden: *J. Brit. Appl. Phys.* (1954) Supplement No. 3 S 109
9. R. Broßmann: Die Determination an kleinen Teilchen als Grundlage einer Teilchengrößenbestimmung, Dissertation 1966, Universität Karlsruhe, Germany.
10. V. Gerold: *Z. angew. Phys.* **9** (1957) 43
11. H. Nassenstein: *Chem. Ing. Tech.* **41** (1969) 248
12. P. Walstra et al: *J. Colloid. Interface Sci.* **29** (1969) 424
13. H. Rumpf: *staub* **20** (1960) 205
14. A.H.M. Andreasen et al: *Ber. deutsch. Keram. Ges.* **11** (1930) 312
15. S. Oden: *Kolloid-z.* **18** (1951) 33
16. A.M. Gaudin et al: *J. Phys. Chem.* **46** (1942) 902
17. H.E. Rose: *Engineering* **169** (1950) 350, 405
18. H. Rumpf: *staub* **25** (1965) 15
19. H. Rumpf et al: *chem. Ing. Tech.* **39** (1967) 1231
20. H.E. Rose: *Nature (London)* **184** (1959) 446
21. F.M. Lea et al: *J. Soc. Chem. Ind. (London)* **58** (1939) 277
22. R.A. Blaine: *ASTM, Bulletin* **108** (1947) 17, 123 (1943) 51
23. B.H. Kaye: *Powder Technology* **1** (1967) 11
24. I. Langmuir: *J. Am. Chem. Soc.* **40** (1918) 1361
25. S. Brennauer et al: *J. Am. Chem. Soc.* **60** (1938) 309
26. P.H. Emmet: *Colloid Chem* (1944) 434
27. W.D. Harkins et al: *J. Am. Chem. Soc.* **66** (1944) 1362
28. A.S. Joy: *Vacuum* **III** (1953) 254
29. G. Sandstede et al: *Chem. Ing. Tech.* **34** (1962) 708
30. J.T. Clark: *J. Phys. Chem.* **68** (1964) 884
31. P.E. Eberly: *J. Phys. Chem.* **65** (1961) 68
32. D.M. Young et al: *J. Phys. Chem.* **58** (1954) 95
33. S. Miwa: *Chem. Eng. (Japan)* **28** (1964) 789