



中华人民共和国国家标准

GB/T 21650.2—2008/ISO 15901-2:2006

压汞法和气体吸附法测定固体材料孔径 分布和孔隙度 第2部分:气体吸附法 分析介孔和大孔

Pore size distribution and porosity of solid materials
by mercury porosimetry and gas adsorption—
Part 2: Analysis of mesopores and macropores by gas adsorption

(ISO 15901-2:2006, IDT)

2008-04-16 发布

2008-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	III
引言	IV
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 符号	3
5 原理	4
5.1 基本原理	4
5.2 方法的选择	5
6 仪器性能的校验	5
7 校准	5
8 制样	5
9 静态体积法	6
9.1 原理	6
9.2 仪器与材料	6
9.3 典型测试步骤	7
9.4 计算	8
10 流动体积法	10
10.1 原理	10
10.2 仪器与材料	10
10.3 典型测试步骤	10
10.4 计算	10
11 载气法	10
11.1 原理	10
11.2 仪器与材料	11
11.3 典型测试步骤	11
11.4 计算	11
12 重量法	11
12.1 原理	11
12.2 仪器与材料	11
12.3 典型测试步骤	11
12.4 计算	12
13 等温线类型	12
13.1 概述	12
13.2 迟滞回线类型	12
14 孔径分布计算	14
14.1 使用参比等温线	14
14.2 微孔	15

14.3 介孔与大孔	15
14.4 孔径分布表示方法	16
15 结果报告	17
附录 A (资料性附录) 介孔孔径分布计算实例	18
参考文献	21

前 言

GB/T 21650《压汞法和气体吸附法测定固体材料孔径分布和孔隙度》分为以下 3 个部分：

- 第 1 部分：压汞法；
- 第 2 部分：气体吸附法分析介孔和大孔；
- 第 3 部分：气体吸附法分析微孔。

本部分为 GB/T 21650 的第 2 部分。

本部分等同采用 ISO 15901-2:2006《压汞法和气体吸附法测定固体材料孔径分布和孔隙度 第 2 部分：气体吸附法分析介孔和大孔》(英文版)。

为便于使用，与 ISO 15901-2:2006 相比，本部分作了如下编辑性修改：

- 将“本国际标准”改为“本部分”；
- 将“ISO 15901 的本部分”修改为“本部分”，将“77.35 K”全部修改为“77 K”；
- 用 GB/T 19587—2004 代替 ISO 9277:1995，并修改了相应的图号；
- 增加了 3.13“吸附分子可以到达的”表述；
- 删除了欧美地区标准参比材料供应机构的通讯信息；
- 将部分条文作了编辑性调整；
- 将一些拼写错误、公式错误中的错误做了编辑性修改；
- 重新调整了参考文献的序号和格式；
- 修改了图 1、图 2 和图 3 中坐标轴说明文字的位置，延长了图 2 中 H2 类型曲线的脱附分支；
- 将附录 A 中变量单位的“/”表达方式修改为脚标表示，补充了附录 A 中无量纲量的单位。

本部分的附录 A 为资料性附录。

本部分由全国筛网筛分和颗粒分检方法标准化技术委员会(SAC/TC 168)提出并归口。

本部分起草单位：中国科学院过程工程研究所、北京市理化分析测试中心。

本部分主要起草人：朱庆山、黄文来、周素红、邹涛、李凤霞、王勇、谢朝晖。

引 言

通常,不同类型的孔可视为固体内的孔、通道或空腔,或者是形成床层、压制体或团聚体的固体颗粒间的空间(如裂缝或空隙)。通常用孔隙率来表示固体材料的多孔特性,其更为准确的定义为:一定量固体中的可测定孔和空隙的体积与该固体所占有的总体积之比。除了可测定孔外,固体中可能还有一些闭孔,这些孔与外表面不相通,且流体不能渗入。本部分不涉及闭孔(即不与外表面连通的空腔)的表征。

多孔材料可以是细的或粗的粉末、堆积体、挤出物、薄片或单块体等。它们的表征通常包括测定孔径分布以及总孔容或孔隙率。为满足某些要求,有时还需研究孔的形状和连通性,以及测定内表面积和外表面积。

多孔材料在如下领域具有重大的技术重要性:

- 可控药物释放;
- 催化;
- 气体分离;
- 包括杀菌在内的过滤;
- 材料技术;
- 环境保护和污染控制;
- 天然蓄储性岩石;
- 建筑材料性质;
- 高分子和陶瓷工业。

众所周知,多孔固体的性能(如强度、反应性、渗透性或吸附容量)由其孔结构决定,已有多种方法用于表征孔结构。由于大多数多孔固体结构复杂,因此不同方法得到的结果通常不能吻合,而且仅靠一种方法也不能给出孔结构的所有信息。应依据多孔固体材料的应用,其化学和物理特性和孔径范围选择最合适的表征方法。

最常用的方法如下:

- a) 压汞法:加压向孔内充汞。此方法适于孔直径范围大约在 $0.003\ \mu\text{m}$ 至 $400\ \mu\text{m}$ 之间,尤其是 $0.1\ \mu\text{m}$ 至 $100\ \mu\text{m}$ 之间的大多数材料。
- b) 气体吸附分析介孔-大孔法:通过吸附一种气体表征孔结构,如液氮温度下的氮气。该方法适于测量孔径范围大约在 $0.002\ \mu\text{m}$ 至 $0.1\ \mu\text{m}$ ($2.0\ \text{nm}$ 至 $100\ \text{nm}$) 之间的孔,该方法是表面积评估技术(见 GB/T 19587—2004)的拓展。(其他孔径分布分析技术可参见参考文献[1])
- c) 气体吸附分析微孔法:通过吸附一种气体表征孔结构,如液氮温度下的氮气。该法适用于测量孔径范围大约在 $0.0004\ \mu\text{m}$ 至 $0.002\ \mu\text{m}$ ($0.4\ \text{nm}$ 至 $2.0\ \text{nm}$) 之间的孔。

压汞法和气体吸附法测定固体材料孔径 分布和孔隙度 第2部分:气体吸附法 分析介孔和大孔

1 范围

GB/T 21650 的本部分规定了一种采用气体吸附法测定孔隙率和孔径分布的方法,用于比较性的而非绝对意义上的测试。本方法局限于在恒定的控制温度下,测定单位质量样品对气体的吸附量。

本部分不规定使用特定的吸附气体,但氮气是最常使用的吸附气体,而液氮温度则是最常采用的分析温度。有时也使用其他吸附气体,包括氩气、二氧化碳和氦气。也采用其他分析温度,包括液氩和固体二氧化碳温度。在使用液氮温度下的氮气进行吸附时,该方法的基本做法是测定 77 K 下氮气的吸附量随其相对压力的变化情况。

本部分规定了 2 nm~50 nm 的介孔孔径分布和孔径达到 100 nm 的大孔孔径分布计算方法。一般而言,氮气吸附最适合于宽度约在 0.4 nm~50 nm 范围内的孔隙的测定。由于温度控制和压力测量技术的进步,目前已可以用于测定更大的孔隙宽度。

本部分所规定的方法可适用于大范围内的多孔材料。即使某些材料的孔结构有时会受预处理或冷却制度的影响。

本部分规定了两类测定气体吸附量的方法:

- 测量从气相中减少的气体体积(即气体体积法);
- 测量吸附剂获得的气体质量(即直接测量质量增量的重量法)。

实际应用时,可以采用静态或动态技术来测定气体吸附量。为了依据等温线计算孔体积和孔径分布,需要采用一种或多种数学模型,这要求简化基本假设。

2 规范性引用文件

下列标准中的条款通过 GB/T 21650.2 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分。然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 19587 气体吸附 BET 法测定固态物质比表面积

GB 3101 有关量、单位和符号的一般原则(GB 3101—1993,eqv ISO 31-0:1992)

ISO 8213 工业用化学品 取样技术 从粉体到粗糙块体不同形状颗粒的固体化学品

ISO 9276-1 粒度分析表示方法 第1部分:图形表示

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本部分。

3.1

吸附质 adsorbate

被吸附的气体。

3.2

吸附量 amount adsorbed(n_a)

给定压力 p 下的吸附气体摩尔数。