



中华人民共和国国家标准

GB/T 21650.1—2008/ISO 15901-1:2005

压汞法和气体吸附法测定固体材料孔径 分布和孔隙度 第1部分:压汞法

Pore size distribution and porosity of solid materials by mercury
porosimetry and gas adsorption—Part 1: Mercury porosimetry

(ISO 15901-1:2005, 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	I
引言	II
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
6 仪器和材料	4
6.1 样品膨胀计	4
6.2 测孔仪	4
6.3 汞的纯度	5
7 仪器校准和性能	5
7.1 总则	5
7.2 压力信号校准	5
7.3 体积信号校准	5
7.4 真空传感器校准	5
7.5 测孔仪性能检验	5
8 步骤	5
8.1 采样	5
8.1.1 获得试样	5
8.1.2 样品量	6
8.2 方法	6
8.2.1 样品预处理	6
8.2.2 膨胀计装样	6
8.2.3 抽真空	6
8.2.4 向样品膨胀计注汞	6
8.2.5 测量	6
8.2.6 试验完毕	7
8.2.7 空白试验和样品压缩率修正	7
9 评价	7
9.1 孔径分布的计算	7
9.2 比孔容的计算	8
9.3 比表面积的计算	8
10 报告	8
附录 A(资料性附录) 氧化铝参比样品的压汞法分析结果	9
参考文献	14

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 1 部分。

本部分等同采用 ISO 15901-1:2005《压汞法和气体吸附法测定固体材料孔径分布和孔隙度 第 1 部分：压汞法》(英文版)。

为便于使用，本部分作了编辑性修改：

- 将“本国际标准”改为：“本部分”；
- 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“，”；
- 重新编排页码；
- 删除国际标准中前言部分；
- 将内容表述改为适用于我国标准的表述；
- 删除 7.5 节中有证参比物质供应机构的通讯信息；
- 修改了附录 A 中图 A.1、图 A.2 和图 A.3 坐标轴文字说明的位置。

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：北京市理化分析测试中心、中国科学院过程工程研究所。

本部分主要起草人：周素红、邹涛、朱庆山、黄文来、陈紫、高原。

引 言

通常,不同的孔(微孔、介孔和大孔)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,以及测定内比表面积和外比表面积。

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。

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。此方法适于孔径范围大约在 $0.003\ \mu\text{m}$ 至 $400\ \mu\text{m}$ 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的拓展。
- 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 $0.4\ \text{nm}$ 至 $2.0\ \text{nm}$ 之间的孔,该方法是表面积评估技术的拓展。

压汞法和气体吸附法测定固体材料孔径 分布和孔隙度 第1部分:压汞法

警示:使用本部分时可能涉及有毒物质、操作和仪器。本部分不涉及阐述所有使用时的安全问题。在使用本部分前,使用者有责任建立适当的安全健康意识并制定实用的规章制度。

1 范围

本部分描述了根据 Ritter 和 Drake^{[1][2]}发展的压汞法来评价固体的孔径分布和孔中的比表面。它是一种可比较的方法。由于汞污染,本方法通常是破坏性的。测得的渗透到孔或空隙中汞的体积是与孔径相关的静压力的函数。

实际操作时限制的最大外压力约为 400 MPa(60 000 psia),这一压力对应于能测得的最小孔径约为 0.003 μm 。能测得的最大孔径主要受样品深度的影响,因为从样品顶端到底端汞的静压力有差异,一般能测得的最大孔径为 400 μm 。测量覆盖了颗粒内的和颗粒间的孔隙率,通常该方法不能区分这两类同时存在的孔隙。

本部分适用于研究大多数非润湿多孔材料。

本部分不适合于汞齐化的材料,例如金、铝、还原铜、还原镍和银等某些金属,如果一定要用该方法,则需要对样品进行预钝化处理。在外压力下,有些材料会发生变形、挤压或破坏,并出现开孔坍塌、闭孔打开的现象。在某些情况下,可能需要引入样品压缩率修正因子以获得有用的可比较的数据。因此,压汞法具有可比较性。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 21650.1 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 3723 工业用化学产品采样安全通则(GB/T 3723—1999, IDT ISO 3165:1976)

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

M 024 4/85 汞及其化合物,化学工业职业享受协会公告,信箱 101480, D-69004 海德堡,德国

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本部分。

3.1

松装密度 bulk density

在规定条件下粉体的密度。

3.2

盲孔 blind pore

末端封闭的孔 dead-end-pore

与外表面只有一路连接的开孔。

3.3

闭孔 closed pore

与外表面不相连的孔隙。

注:闭孔不在本部分的讨论之列。