

Partikelmesstechnik
Mikroporenanalyse mittels Gasadsorption
Teil 1: Grundlagen und Messverfahren

DIN
66135-1

ICS 17.040.20; 19.120

Particle characterization — Micropore analysis
by gas adsorption —
Part 1: Fundamentals and testing procedure

Analyse granulométrique — Analyse de micropores par
adsorption de gaz —
Partie 1: Principes et méthodes de mesurage

Inhalt

	Seite
Vorwort	1
1 Anwendungsbereich	2
2 Normative Verweisungen	2
3 Begriffe und Formelzeichen	3
4 Grundlage des Verfahrens	3
5 Durchführung	4
5.1 Probenvorbereitung	4
5.2 Messverfahren	7
5.2.1 Allgemeines	7
5.2.2 Volumetrisches Verfahren	7
5.2.3 Gravimetrisches Verfahren	8
Literaturhinweise	9

Vorwort

Diese Norm wurde vom Normenausschuss Bauwesen (NABau) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V. im Arbeitsausschuss 11.42.08 „Partikelmesstechnik, Oberflächenmessverfahren“ erarbeitet.

DIN 66135 „Partikelmesstechnik — Mikroporenanalyse mittels Gasadsorption“ besteht aus:

- Teil 1: Grundlagen und Messverfahren
- Teil 2: Bestimmung des Mikroporenvolumens und der spezifischen Oberfläche durch Isothermenvergleich
- Teil 3: Bestimmung des Mikroporenvolumens nach Dubinin und Radushkevich

Ein weiterer Teil über Berechnungsverfahren nach Horvath-Kawazoe ist in Vorbereitung.

Fortsetzung Seite 2 bis 9

Normenausschuss Bauwesen (NABau) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm gilt für die Bestimmung des Mikroporenvolumens im Bereich von Porenweiten unter 2 nm. Das Verfahren ist nur anwendbar auf Adsorptionsisothermen physisorbierender Gase, d. h. auf reversible Adsorptionsisothermen, die den Isothermentypen I, II und IV der IUPAC-Klassifikation [1] entsprechen (siehe Bild 1). Bei Chemisorption und bei Absorption des Messgases im Feststoff ist das Verfahren nicht anwendbar.

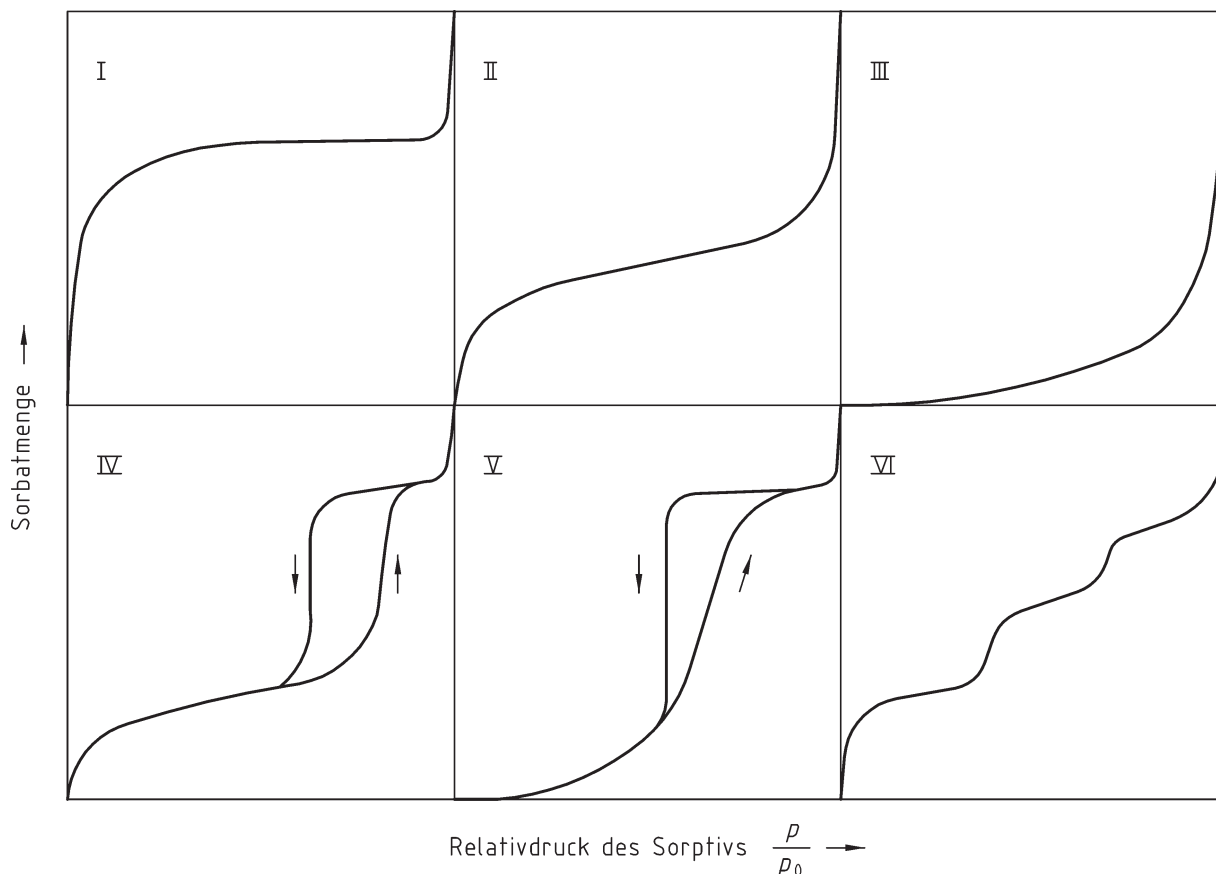


Bild 1 — IUPAC-Klassifikation der Sorptionsisothermen

2 Normative Verweisungen

Diese Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation (einschließlich Änderungen).

DIN 1343, *Referenzzustand, Normzustand, Normvolumen — Begriffe und Werte.*

DIN 53803-2, *Probenahme — Praktische Durchführung.*

DIN 66131, *Bestimmung der spezifischen Oberfläche von Feststoffen durch Gasadsorption nach Brunauer, Emmett und Teller (BET).*

DIN 66160, *Messen disperser Systeme — Begriffe.*

DIN 66161, *Partikelgrößenanalyse — Formelzeichen, Einheiten.*

- [1] IUPAC Recommendations 1984: Sing, K.S.W., Everett, D.H., Haul, R.A.W., Moscou, L., Pierotti, R.A., Rouquérol, J., Siemieniewska, T., *Reporting Physisorption Data for Gas/Solid Systems with Special Reference to the Determination of Surface Area and Porosity*, *Pure & Appl. Chem.* 57 (1985) 4, 603–619.
- [2] IUPAC Recommendations 1994: Rouquérol, J.; Avnir, D.; Fairbridge, C.W.; Everett, D.H.; Haynes, J.H.; Pernicone, N.; Ramsay, J.D.F.; Sing, K.S.W., Unger, K.K.: *Recommendations for the Characterization of Porous Solids*, *Pure & Appl. Chem.* 66 (1994) 8, 1739–1785.

3 Begriffe und Formelzeichen

Für die Anwendung dieser Norm gelten die in DIN 66160 angegebenen Begriffe. Darüber hinaus werden spezifische Begriffe entsprechend den IUPAC Recommendations [1], [2] verwendet. Die Formelzeichen nach Tabelle 1 entsprechen weitgehend DIN 66161.

Tabelle 1 — Formelzeichen und Einheiten

Formelzeichen	Benennung	Einheit
m_s	Probenmasse	g
m_a	spezifische Sorbatmasse	1
p	Gasdruck	Pa
p_0	Sättigungsdampfdruck des Adsorptivs bei der Messtemperatur	Pa
p/p_0	Relativdruck des Adsorptivs	1
p_{App}	Druck in der Gasdosiereinrichtung	Pa
τ	Zeit	s
T	Temperatur	K
T_{App}	Temperatur der Gasdosiereinrichtung	K
V_a	spezifisches Adsorbatvolumen	cm ³ g ⁻¹
V_g	spezifisches Gasvolumen	cm ³ g ⁻¹
$V_{a, Norm}$	auf den Normzustand (273,15 K; 101 325 Pa nach DIN 1343) bezogenes spezifisches Sorptivvolumen	cm ³ g ⁻¹
$V_{a, App}$	Gasvolumen in der Gasdosiereinrichtung	cm ³ g ⁻¹
ϱ_l	Dichte der Flüssigkeit	g cm ⁻³
ϱ_g	Dichte des Gases	g cm ⁻³
$\varrho_{g, Norm}$	Normdichte des Adsorptivs (273,15 K; 101 325 Pa)	g cm ⁻³

4 Grundlage des Verfahrens

Mikroporen sind nach der IUPAC-Definition [1] als Poren mit einer Porenweite < 2 nm definiert. Voraussetzung für die Messung ist die Zugänglichkeit der Poren für das Messgas. Das Verfahren beruht auf der Auswertung des Anfangsbereiches der Adsorptionsisotherme. Als Adsorptive werden Gase verwendet, die durch Physisorption an der Feststoffoberfläche gebunden werden, vorzugsweise N₂ bei 77 K, Ar bei 77 K oder 87 K oder CO₂ bei 195 K. Die Resultate der Messung mit verschiedenen Adsorptiven können infolge der unterschiedlichen Molekülgröße und damit unterschiedlicher Zugänglichkeit zu den Poren und durch Wahl unterschiedlicher Messtemperaturen voneinander abweichen.