

DIN 66135-4

DIN

ICS 19.120

**Partikelmesstechnik –
Mikroporenanalyse mittels Gasadsorption –
Teil 4: Bestimmung der Porenverteilung nach Horvath-Kawazoe und
Saito-Foley**

Particle size analysis –

Micropore analysis by gas adsorption –

Part 4: Determination of pore distribution according to Horvath-Kawazoe and Saito-Foley

Analyse granulométrique –

Analyse de micropores par adsorption de gaz –

Partie 4: Détermination de la distribution des pores suivant la méthode Horvath-Kawazoe et Saito-Foley

Gesamtumfang 14 Seiten

Normenausschuss Bauwesen (NABau) im DIN

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	3
2 Normative Verweisungen	3
3 Begriffe und Formelzeichen	3
4 Berechnungsverfahren	5
4.1 Verfahren nach Horvath und Kawazoe	5
4.2 Verfahren nach Saito und Foley	6
5 Prüfbericht.....	8
Anhang A (informativ) Beispielwerte für die Materialkonstanten	10
Anhang B (informativ) Anwendungsbeispiele.....	12
B.1 Adsorption von Stickstoff an Kohlenstoff (Graphit) nach Horvath-Kawazoe	12
B.2 Adsorption von Argon an Zeolith nach Saito-Foley.....	12
Literaturhinweise	14
 Bilder	
Bild 1 — Schematische Darstellung einer Schlitzpore; große Kugel: adsorbiertes Teilchen (Atom oder Molekül), kleine Kugel: Adsorbensatom bzw. -ion	5
Bild 2 — Schematische Darstellung einer Zylinderpore; große Kugel: adsorbiertes Teilchen (Atom oder Molekül), kleine Kugel: Adsorbensatom bzw. -ion	7
Bild 3 — Berechnungsschema für die kumulative Mikroporenvolumenkurve nach dem Verfahren von Horvath-Kawazoe bzw. Saito-Foley	8
 Tabellen	
Tabelle 1 — Formelzeichen und Einheiten.....	4
Tabelle A.1 — Materialkonstanten für Adsorbenzien.....	10
Tabelle A.2 — Materialkonstanten für Adsorptive.....	11
Tabelle B.1 — Erforderliche Relativdrücke zur Erfassung gegebener Porenweiten. System N₂/Graphit, Schlitzporenmodell nach Horvath und Kawazoe	12
Tabelle B.2 — Erforderliche Relativdrücke zur Erfassung gegebener Porendurchmesser. System Ar/Zeolith, Zylinderporenmodell nach Saito und Foley	13

Vorwort

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

DIN 66135 „Partikelmessstechnik - Mikroporenanalyse mittels Gasadsorption“ besteht aus:

- Teil 1: Grundlagen und Messverfahren
- Teil 2: Bestimmung durch Isothermenvergleich
- Teil 3: Bestimmung des Mikroporenvolumens nach Dubinin und Radushkevich
- Teil 4: Bestimmung der Porenverteilung nach Horvath-Kawazoe und Saito-Foley.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm gilt für die Bestimmung der Mikroporenverteilung (Porenweiten von 2 nm und kleiner) nach dem Horvath-Kawazoe-Verfahren für mikroporöse Materialien mit Schlitzporen (z. B. Graphite) sowie nach dem Saito-Foley-Verfahren für mikroporöse Materialien mit Zylinderporen (z. B. Zeolithe) durch Auswertung von Gasadsorptions-Isothermen, die durch Verfahren nach DIN 66135-1 zu ermitteln sind.

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 66134, *Bestimmung der Porengrößenverteilung und der spezifischen Oberfläche mesoporöser Feststoffe durch Stickstoffsorption – Verfahren nach Barrett, Joyner und Halenda (BJH)*.

DIN 66135-1, *Partikelmessstechnik – Mikroporenanalyse mittels Gasadsorption – Teil 1: Grundlagen und Messverfahren*.

DIN 66160, *Messen disperser Systeme – Begriffe*.

DIN 66161, *Partikelgrößenanalyse – Formelzeichen, Einheiten*.

DIN ISO 9277, *Bestimmung der spezifischen Oberfläche von Feststoffen durch Gasadsorption nach dem BET-Verfahren*.

3 Begriffe und Formelzeichen

Für die Anwendung dieser Norm gelten die in DIN 66160 angegebenen und die folgenden Begriffe. Die Formelzeichen der Tabelle 1 entsprechen DIN 66161.

Tabelle 1 — Formelzeichen und Einheiten

Formelzeichen	Benennung	Einheit
N_A	Avogadro-Konstante	mol^{-1}
R	Allg. Gaskonstante	$\text{J K}^{-1} \text{mol}^{-1}$
c	Lichtgeschwindigkeit	m s^{-1}
m_e	Elektronenmasse	kg
d_p	Porenweite	nm
d_s	Durchmesser (Adsorbensteilchen)	nm
d_a	Durchmesser (Adsorptivteilchen)	nm
d_0	$d_0 = (d_s + d_a)/2$; Teilchenabstand	nm
l	Kern-Kern-Porenweite	nm
N_s	Oberflächenteilchendichte des Adsorbens (Anzahl pro m^2)	m^{-2}
N_a	Oberflächenteilchendichte des Adsorbats (Anzahl pro m^2)	m^{-2}
p	Gasdruck des Adsorptivs	Pa
p_0	Sättigungsdampfdruck des Adsorptivs	Pa
P/p_0	Relativdruck des Adsorptivs	1
T	Temperatur	K
$V_a(d_p)$	kumulatives Porenvolumen bei der Porenweite d_p	$\text{cm}^3 \text{g}^{-1}$
V_{Mikro}	Mikroporenvolumen	$\text{cm}^3 \text{g}^{-1}$
$\Delta V_a/\Delta d_p$	Porenvolumenverteilung	$\text{cm}^3 \text{g}^{-1} \text{nm}^{-1}$
$d_{p,\text{Mikro}}$	mittlere Mikroporenweite	nm
ΔG_{ads}	Freie Gibbssche Enthalpie der Adsorption	J mol^{-1}
ΔH_{ads}	Adsorptionsenthalpie	J mol^{-1}
ΔS_{ads}	Änderung der Entropie bei der Adsorption	$\text{J mol}^{-1} \text{K}^{-1}$
α_s	Polarisierbarkeit des Adsorbens (mittleres statistisches Polarisierbarkeitsvolumen)	cm^3
α_a	Polarisierbarkeit des Adsorptivs (mittleres statistisches Polarisierbarkeitsvolumen)	cm^3
χ_s	Diamagnetische Suszeptibilität des Adsorbens	cm^3
χ_a	Diamagnetische Suszeptibilität des Adsorptivs	cm^3
σ	Teilchenabstand bei Wechselwirkungsenergie gleich 0	nm
A_s	Kirkwood-Müller-Konstante des Adsorbens	J cm^6
A_a	Kirkwood-Müller-Konstante des Adsorptivs	J cm^6
f_{HK}	Potentialterm der Horvath-Kawazoe-Gleichung	nm
f_{SF}	Potentialterm der Saito-Foley-Gleichung	1
f	allgemeines Funktionszeichen	
i, k	allgemeine Zählindizes	

4 Berechnungsverfahren

4.1 Verfahren nach Horvath und Kawazoe

Horvath und Kawazoe [1] gehen von der Änderung der freien Gibbsschen Enthalpie ΔG_{ads} des Adsorptivs bei der Adsorption aus:

$$\Delta G_{\text{ads}} = \Delta H_{\text{ads}} - T \cdot \Delta S_{\text{ads}} \quad (1)$$

Sie leiten daraus mit Hilfe eines Ansatzes für die Adsorptionswärme aus Potentialfunktionen, welche die Wechselwirkung zwischen Adsorbens- und Adsorbatteilchen beschreiben, einen Zusammenhang zwischen Relativdruck p/p_0 des Adsorptivs und dem Atomkernabstand l der Porenwände einer Schlitzpore her, wobei die Größe l mit der konventionellen (effektiven) Porenweite d_p durch die Beziehung $d_p = l - d_s$ verknüpft ist.

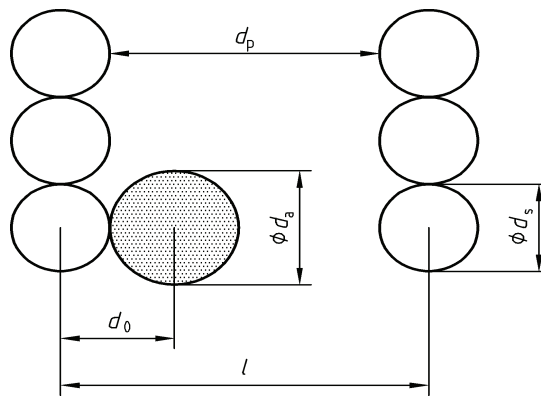


Bild 1 — Schematische Darstellung einer Schlitzpore; große Kugel: adsorbiertes Teilchen (Atom oder Molekül), kleine Kugel: Adsorbensatom bzw. -ion

Für dieses Porenmodell gilt:

$$\ln\left(\frac{p}{p_0}\right) = \frac{N_A}{RT} \cdot \frac{N_s A_s + N_a A_a}{\sigma^4 (l - 2d_0)} \cdot f_{HK}(\sigma, l, d_0) \quad (2)$$

mit

$$f_{HK}(\sigma, l, d_0) = \frac{\sigma^4}{3(l - d_0)^3} - \frac{\sigma^{10}}{9(l - d_0)^9} - \frac{\sigma^4}{3(d_0)^3} + \frac{\sigma^{10}}{9(d_0)^9}$$

Die Größen d_0 , σ , A_s , A_a werden durch die folgenden Gleichungen berechnet [1]:

$$d_0 = \frac{d_a + d_s}{2} \quad (3)$$

$$\sigma = \left(\frac{2}{5}\right)^{\frac{1}{6}} \cdot d_0 \quad (4)$$