

DIN ISO 15901-1

ICS 19.120

Ersatz für
DIN 66133:1993-06**Bewertung der Porengrößenverteilung und Porosität von Feststoffen
mittels Quecksilberporosimetrie und Gasadsorption –
Teil 1: Quecksilberporosimetrie (ISO 15901-1:2016)**

Evaluation of pore size distribution and porosity of solid materials by mercury porosimetry and gas adsorption –

Part 1: Mercury porosimetry (ISO 15901-1:2016)

Evaluation de la distribution de taille des pores et la porosité des matériaux solides par porosimétrie à mercure et l'adsorption des gaz –

Partie 1: Porosimétrie à mercure (ISO 15901-1:2016)

Gesamtumfang 27 Seiten

DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau)

Inhalt

	Seite
Nationales Vorwort.....	3
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise	3
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich.....	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Symbole und Abkürzungen	11
5 Kurzbeschreibung.....	12
6 Geräte und Materialien.....	13
6.1 Messzelle.....	13
6.2 Porosimeter	13
6.3 Quecksilber	14
7 Kalibrierverfahren und Zustandskontrolle.....	14
7.1 Allgemeines	14
7.2 Kalibrierung des Drucksignals	14
7.3 Kalibrierung des Volumensignals	14
7.4 Kalibrierung der Vakuumanzeige	14
7.5 Überprüfung des Porosimeterzustands	15
8 Durchführung.....	15
8.1 Probennahme.....	15
8.1.1 Herstellen einer Probe	15
8.1.2 Probenmenge	16
8.2 Verfahren.....	16
8.2.1 Vorbehandlung der Probe	16
8.2.2 Füllen der Messzelle und Evakuierung.....	16
8.2.3 Füllen der Messzelle mit Quecksilber	17
8.2.4 Messung.....	17
8.2.5 Abschluss der Messung.....	17
8.2.6 Blindwert- und Probenkompressibilitätskorrektur	18
9 Auswertung.....	18
9.1 Bestimmung der Porengrößenverteilung	18
9.2 Bestimmung des spezifischen Porenvolumens	19
9.3 Bestimmung der spezifischen Oberfläche	19
9.4 Bestimmung der Schüttdichte und der Skelettdichte	19
9.5 Bestimmung der Porosität	20
10 Analysenbericht.....	21
Anhang A (informativ) Analysenergebnisse der Quecksilberporosimetrie	22
Anhang B (informativ) Empfehlungen zum sicheren Umgang mit Quecksilber	25
Literaturhinweise.....	27

Nationales Vorwort

Dieses Dokument enthält die deutsche Übersetzung der Internationalen Norm ISO 15901-1:2016, *Evaluation of pore size distribution and porosity of solid materials by mercury porosimetry and gas adsorption — Part 1: Mercury porosimetry*, die vom Technischen Komitee ISO/TC 24 „Particle characterization including sieving“, Unterkomitee SC 4 „Particle characterization“, dessen Sekretariat von JISC (Japan) gehalten wird, erarbeitet wurde.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 005-11-43 AA „Partikelmess-technik, Porositäts- und Oberflächenmessverfahren (SpA zu ISO/TC 24/SC 4/WG 3)“ im DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau).

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente gibt es keine entsprechenden deutschen Dokumente.

Dieses Dokument enthält Nationale Fußnoten in den Abschnitten 3, 6.2, 8.1, 9.3, A.2 und B.

Änderungen

Gegenüber DIN 66133:1993-06 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Vollumfängliche Ersetzung durch das vorliegende internationale Dokument;
- b) redaktionelle und technische Überarbeitung.

Frühere Ausgaben

DIN 66133: 1993-06

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN 66137-1:2019-02, *Bestimmung der Dichte fester Stoffe — Teil 1: Grundlagen*

DIN 53803-2, *Probenahme — Praktische Durchführung*

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (ISO Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Themen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Eine Erläuterung zum freiwilligen Charakter von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT) berücksichtigt, enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html.

Das für dieses Dokument zuständige Komitee ist ISO/TC 24, *Particle characterization including sieving*, Unterkomitee SC 4, *Particle characterization*.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 15901-1:2005), die technisch überarbeitet wurde. Sie beinhaltet auch die Korrektur ISO 15901-1:2005/Cor 1:2007.

ISO 15901 besteht unter dem allgemeinen Titel *Evaluation of pore size distribution and porosity of solid materials by mercury porosimetry and gas adsorption* aus den folgenden Teilen:

- *Part 1: Mercury porosimetry;*
- *Part 2: Analysis of mesopores and macropores by gas adsorption;*
- *Part 3: Analysis of micropores by gas adsorption.*

Einleitung

Die unterschiedlichen Poren (Mikro-, Meso- und Makroporen) lassen sich im Allgemeinen entweder als Öffnungen, Kanäle oder Hohlräume innerhalb eines Feststoffkörpers oder als ein Raum (d. h. Zwischen- oder Leerräume) zwischen Feststoffpartikeln in einer Schüttung, einem kompakten Formkörper oder einem Aggregat darstellen. Der Begriff Porosität wird häufig benutzt, um die poröse Natur von Feststoffen zu bezeichnen, in dieser Internationalen Norm ist er genauer definiert als das Verhältnis des gesamten Porenvolumens der offenen Poren und Leerräume zum Volumen des Partikelagglomerats. Neben den offenen Poren kann ein Feststoff auch geschlossene Poren enthalten, die von der äußeren Oberfläche abgetrennt sind und in die keine Fluide eindringen können. Die Charakterisierung geschlossener Poren wird in dieser Internationalen Norm nicht behandelt.

Poröse Materialien können in Form von feinen oder groben Pulvern, kompakten Formkörpern, Extrudaten, Folien oder Monolithen vorliegen. Für ihre Charakterisierung ist üblicherweise die Bestimmung der Porengrößenverteilung sowie des Gesamtporenvolumens der offenen Poren oder der Gesamtporosität erforderlich. In manchen Fällen müssen auch die Porenform und die Verbindungen zwischen Poren untersucht und die spezifische innere und äußere Oberfläche bestimmt werden.

Poröse Materialien sind technologisch von großer Bedeutung, zum Beispiel in folgenden Bereichen:

- kontrollierte Medikamentenabgabe;
- Katalyse;
- Gastrennung;
- Filtration und Sterilisation;
- Werkstofftechnik;
- Umweltschutz und Kontaminationskontrolle;
- natürliche Speichergesteine;
- Baustoffe;
- Polymere und Keramik.

Es ist weithin bekannt, dass die Eigenschaften eines porösen Feststoffs (z. B. Festigkeit, Reaktivität, Permeabilität) von seiner Porenstruktur abhängen. Zur Charakterisierung der Porenstruktur wurden zahlreiche unterschiedliche Verfahren entwickelt. Angesichts der Komplexität der meisten porösen Feststoffe überrascht es nicht, dass die Ergebnisse nicht immer einheitlich sind und dass ein vollständiges Bild der Porenstruktur nicht nur mit einer einzigen Technik erzielt werden kann. Die Wahl des geeignetsten Verfahrens hängt von der Anwendung des porösen Stoffs, seinen chemischen und physikalischen Eigenschaften und dem Porengrößenbereich ab.

Die folgenden Verfahren sind die gängigsten:

- a) Quecksilberporosimetrie, bei der Quecksilber unter Druck in die Poren eingepresst wird. Dieses Verfahren ist für viele Werkstoffe mit Poren mit einem ungefähren Durchmesserbereich von 0,004 µm bis 400 µm (4 nm bis 4×10^5 nm) geeignet.
- b) Meso- und Makroporenanalyse mittels Gasadsorption, wobei die Poren durch die Adsorption eines Gases, zum Beispiel Stickstoff bei Flüssigstickstofftemperatur, bestimmt werden. Dieses Verfahren ist für Poren mit einem ungefähren Durchmesserbereich von 0,002 µm bis 0,1 µm (2 nm bis 100 nm) geeignet.
- c) Mikroporenanalyse mittels Gasadsorption, wobei die Poren durch die Adsorption eines Gases, zum Beispiel Stickstoff bei Flüssigstickstofftemperatur, bestimmt werden. Dieses Verfahren ist für Poren mit einem ungefähren Durchmesserbereich von 0,4 nm bis 2 nm geeignet.

WARNUNG — Die Anwendung dieser Norm kann den Einsatz gefährlicher Stoffe, Arbeitsgänge und Geräte erfordern. Diese Internationale Norm hat nicht den Anspruch, alle mit ihrer Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme anzusprechen. Der Anwender dieser Internationalen Norm ist dafür verantwortlich, vorher angemessene Maßnahmen im Hinblick auf Sicherheit und Gesundheit zu ergreifen und die Anwendbarkeit einschränkender Vorschriften zu ermitteln.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm beschreibt ein Verfahren für die Bestimmung der Porengrößenverteilung und der spezifischen Oberfläche von Poren in Feststoffen mittels Quecksilberporosimetrie nach Ritter und Drake[1][2]. Dies ist eine vergleichende Prüfung, die normalerweise aufgrund der Verunreinigung durch Quecksilber zerstörend ist und bei der das Volumen des in eine Pore oder einen Leerraum eindringenden Quecksilbers als Funktion des aufgetragenen hydrostatischen Drucks bestimmt wird, der in einen Porendurchmesser umgerechnet werden kann.

Aus praktischen Gründen ist der maximal aufzubringende absolute Druck derzeit auf etwa 400 MPa (60 000 psi) begrenzt, was einem Porendurchmesser von ungefähr 4 nm entspricht. Der maximale (maximal erfassbare) Durchmesser ist bei Proben mit einer beträchtlichen vertikalen Ausdehnung aufgrund der Differenz des hydrostatischen Quecksilberdrucks an der oberen und unteren Seite der Probe begrenzt. In den meisten Fällen ist diese Grenze bei etwa 400 µm zu erwarten. Die Messungen erfassen sowohl die Porosität innerhalb der Partikel als auch zwischen den Partikeln. Ohne zusätzliche Informationen aus anderen Verfahren ist es im Allgemeinen schwierig, zwischen diesen Porositäten, wenn beide vorhanden sind, zu unterscheiden. Das Verfahren ist für die Untersuchung der meisten porösen Materialien geeignet, die nicht durch Quecksilber benetzbar sind. Für Probenwerkstoffe, die sich mit Quecksilber verbinden, z. B. bestimmte Metalle wie Gold, Aluminium, Kupfer, Nickel und Silber, kann dieses Verfahren ungeeignet sein oder eine vorherige Passivierung voraussetzen. Manche Werkstoffe werden unter dem einwirkenden Druck verformt, verdichtet oder zerstört, wodurch offene Poren kollabieren und geschlossene Poren geöffnet werden können. In einigen Fällen sind Korrekturen für die Komprimierbarkeit der Proben möglich, so dass man immer noch nützliche Vergleichsdaten erhält. Aus diesen Gründen gilt die Quecksilberporosimetrie als ein vergleichendes Verfahren.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 3165, *Sampling of chemical products for industrial use — Safety in sampling*

ISO 14488, *Particulate materials — Sampling and sample splitting for the determination of particulate properties*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Porosimeter

Gerät zur Messung des Porenvolumens und der Porengrößenverteilung

3.2

Porosimetrie

Verfahren zur Ermittlung des Porenvolumens, der Porengrößenverteilung und der Porosität

3.3

poröser Feststoff

Feststoff, der Hohlräume oder Kanäle enthält, deren Tiefe größer als ihre Breite ist

3.4

Pulver

poröser oder nicht-poröser Feststoff, bestehend aus einzelnen Partikeln, deren maximale Größe kleiner als etwa 1 mm ist; Pulver mit einer Partikelgröße unter etwa 1 µm werden oft als feine Pulver bezeichnet

3.5

Pore

Hohlraum oder Kanal, dessen Tiefe größer als seine Breite ist; ist dies nicht der Fall, gilt er als Teil der Materialrauheit

3.6

Zwischenraum

Zwischenkornvolumen

Raum zwischen Partikeln, d. h. interpartikuläres Volumen

3.7

Makropore

Pore mit einer inneren Weite größer als 50 nm

3.8

Mesopore

Pore mit einer inneren Weite zwischen 2 nm und 50 nm

3.9

Mikropore

Pore mit einer inneren Weite kleiner als 2 nm

3.10

geschlossene Pore

Pore, die vollständig von ihren Wänden umschlossen ist und somit keine Verbindung mit anderen Poren hat und für Fluide nicht erreichbar ist

3.11

offene Pore

Pore, die nicht vollständig von ihren Wänden umschlossen und entweder direkt oder durch Verbindung mit anderen Poren zur Oberfläche offen und somit für Fluide erreichbar ist

3.12

Flaschenhalspore

offene Pore mit schmalem Hals

3.13

Porengröße

innere Porenweite (zum Beispiel der Durchmesser einer zylindrischen Pore oder der Abstand zwischen den gegenüberliegenden Wänden einer schlitzförmigen Öffnung), die ein repräsentativer Wert für verschiedene Größen von Leerräumen in einem porösen Material ist

3.14

Porenvolumen

Volumen offener Poren, sofern nichts Anderes angegeben ist

3.15**Porendurchmesser**

Durchmesser einer Pore in einem Modell, in dem die Poren typischerweise als zylindrisch angenommen werden und das aus Daten errechnet wird, die mit einem vorgegebenen Verfahren erfasst werden

3.16**medianer Porendurchmesser**

Durchmesser, der dem 50. Perzentil des Porenvolumens entspricht, d. h. der Durchmesser, bei dem eine Hälfte des Porenvolumens in größeren Poren vorliegt und eine Hälfte in kleineren Poren

3.17**modaler Porendurchmesser****Modalwert**

Porendurchmesser des Maximums in einer Differentialkurve der Porengrößenverteilung

3.18**hydraulischer Porendurchmesser**

durchschnittlicher Porendurchmesser, der als das Verhältnis des mit vier multiplizierten Porenvolumens zur Porenfläche berechnet wird

3.19**Schüttvolumen^{N1)}**

Volumen von Pulvern oder Feststoffen, einschließlich aller (offenen und geschlossenen) Poren und Zwischenräume zwischen Partikeln

3.20**Schüttdichte^{N2)}**

Verhältnis von Probenmasse zu Schüttvolumen

3.21**Skelettvolumen**

Volumen der Probe einschließlich des Volumens der geschlossenen Poren (sofern vorhanden), jedoch ohne das Volumen der offenen Poren und der Leerräume zwischen Partikeln in der Probe

[QUELLE: ISO 12154]

3.22**Skelettdichte**

Verhältnis von Probenmasse zu Skelettvolumen

3.23**scheinbares Volumen**

Gesamtvolumen der Feststoffbestandteile der Probe einschließlich der geschlossenen Poren und der mit dem angegebenen Verfahren nicht zugänglichen oder nicht erfassbaren Poren

3.24**scheinbare Dichte**

Verhältnis von Probenmasse zu scheinbarem Volumen

N1) Nationale Fußnote: Für monolithische Proben entspricht das hier definierte Volumen dem Rohvolumen. Für die Begriffe „Schüttvolumen“ und „Rohvolumen“ wird in der englischen Fachsprache, ggf. in Abhängigkeit vom Fachbereich, nur von „bulk volume“ gesprochen.

N2) Nationale Fußnote: Für monolithische Proben entspricht die hier definierte Dichte der Rohdichte.