

DIN 66139

ICS 17.040.20; 19.120

Einsprüche bis 2023-01-18
Vorgesehen als Ersatz für
DIN 66139:2012-03

Entwurf**Porengrößenanalyse –
Darstellung von Porengrößenverteilungen**

Pore size analysis –
Representation of pore size distributions

Analyse de la taille des pores –
Représentation de la distribution de la taille des pores

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2022-11-18 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nabau@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau), 10772 Berlin oder Am DIN-Platz, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 25 Seiten

DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau)

Inhalt

	Seite
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Symbole und Abkürzungen	6
5 Porengröße und Porengrößenverteilungen	8
5.1 Porengröße	8
5.2 Porengrößenverteilungen	8
5.3 Koordinatensysteme zur Darstellung von Porengrößenverteilungen	9
5.4 Kumulative Porenvolumenverteilung V_{cum}	9
5.5 Differenzielle Porenvolumenverteilungen	12
5.5.1 Allgemeines	12
5.5.2 Linear-differenzielle Porenvolumenverteilung (Verteilungsdichte) $D_{v,\text{lin}}$	12
5.5.3 Logarithmisch-differenzielle Porenvolumenverteilung (Verteilungsdichte) $D_{v,\text{log}}$	15
5.5.4 Zusammenhang zwischen den Porenvolumenverteilungen $D_{v,\text{lin}}$ und $D_{v,\text{log}}$	15
6 Histogramm-Darstellungen	19
6.1 Allgemeines	19
6.2 $D_{v,\text{lin}}$ -Histogramme	19
6.3 $D_{v,\text{log}}$ -Histogramme	21
7 Kenngrößen von Porenvolumenverteilungen	22
7.1 Modalwert der Porenvolumenverteilung	22
7.2 Medianwert der Porenvolumenverteilung	23
7.3 Hydraulischer Porenradius r_h und hydraulischer Porendurchmesser d_h	23
Literaturhinweise	25

Bilder

Bild 1 — Porendurchmesser d_p und Kern-Kern-Porenweite d_K	8
Bild 2 — Koordinatensystem für die Darstellung von Porengrößenverteilungen	9
Bild 3 — Schematische Darstellung einer steigenden kumulativen Porenvolumenverteilung	10
Bild 4 — Schematische Darstellung einer fallenden kumulativen Porenvolumenverteilung	10
Bild 5 — Eine gegebene bimodale kumulative Porenvolumenverteilung in unterschiedlichen Koordinaten (Ordinatenwerte in beiden Fällen gleich)	11
Bild 6 — Fallende Summenkurve (hier aufgetragen über $\log_{10}$ -Abszisse) zur Berechnung der differenziellen Verteilung $D_{v,\text{lin}}$ in Bild 7 und Bild 8	13
Bild 7 — Differenzielle Porenvolumenverteilung $D_{v,\text{lin}}$ (aufgetragen über $\log_{10}$ -Abszisse), berechnet aus der Summenkurve in Bild 6	13
Bild 8 — Differenzielle Porenvolumenverteilung $D_{v,\text{lin}}$ (aufgetragen über linearer Abszisse), berechnet aus der Summenkurve in Bild 6	14
Bild 9 — Bimodale differenzielle Porenvolumenverteilungen (berechnet aus der Summenkurve in Bild 6)	16
Bild 10 — ΔV -Bestimmung aus einer linear-differenziellen Porenvolumenverteilungskurve	18
Bild 11 — ΔV -Bestimmung aus der entsprechenden kumulativen Porenvolumenverteilungskurve	19
Bild 12 — Summenkurve mit linear äquidistantem Punktabstand Δx_i über einer linearen Abszisse	20
Bild 13 — $D_{v,\text{lin}}$ -Histogramm berechnet aus der Summenkurve in Bild 12	20

Bild 14 — Summenkurve mit logarithmisch äquidistantem Punktabstand $\Delta(\lg x'_i)$ über einer $\log_{10}$ -Abszisse	21
Bild 15 — $D_{v,\log}$ -Histogramm, berechnet aus der Summenkurve in Bild 14	21
Bild 16 — $D_{v,\log}$ -Histogramm mit logarithmisch-äquidistanter Balkenbreite	22
Bild 17 — Bestimmung des Modalwertes x_{mod} am Beispiel einer linear-differenziellen Porenvolumenverteilung	23
Bild 18 — Bestimmung des Medianwertes x_{50} am Beispiel einer fallenden Summenkurve	23

Tabellen

Tabelle 1 — Formelzeichen und Einheiten	6
Tabelle 2 — Geometriefaktor α für einige idealisierte Porenmodelle	24

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Arbeitsausschuss NA 005-11-43 AA „Partikelmesstechnik, Porositäts- und Oberflächenmessverfahren“ im DIN-Normenausschuss Normenausschuss Bauwesen (NABau) erarbeitet.

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN 66139:2012-03 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Aktualisierung der normativen Verweisungen;
- b) redaktionelle Überarbeitung.

Einleitung

Bei Untersuchungen der Porosität von Festkörpern, insbesondere mit Adsorptionsmethoden oder mit der Quecksilber-Porosimetrie, wird angestrebt, neben dem Porenvolumen, der Porosität und der Größe der spezifischen Oberfläche vor allem auch Aussagen zur mittleren Porengröße und zur Porengrößenverteilung zu erhalten. Während die spezifische Oberfläche (Oberflächengröße bezogen auf die Probenmasse) und das spezifische Porenvolumen (mit der jeweiligen Methode erfasstes Gesamtporenvolumen dividiert durch die Probenmasse) eindeutig definiert sind, wird die Darstellung der Porengrößenverteilung zurzeit noch sehr uneinheitlich gehandhabt. Gleiches gilt auch für die verwendete Symbolik (Formel- und Kurzzeichen). Dies beeinträchtigt in der Praxis häufig die Vergleichbarkeit und Übertragbarkeit von publizierten Resultaten und kann auch zu Missverständnissen bei Produktspezifikationen führen. Hinzu kommt, dass die einzelnen Porenbestimmungsverfahren wegen jeweils anderer physikalischer Messprinzipien teilweise recht unterschiedliche Verteilungen ermitteln. Auch zur richtigen Einschätzung und Bewertung solcher methodenbedingten Unterschiede ist es unerlässlich, von einer gleichartigen Darstellung der Messergebnisse auszugehen, da ansonsten die Gefahr von Fehlinterpretationen wächst. Mit der vorliegenden Norm soll auf diesem Gebiet eine größere Klarheit und Einheitlichkeit erzielt werden.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument gilt für die Darstellung von Porengrößenverteilungen im Allgemeinen, speziell aber vor allem für solche, die aus experimentellen Daten der Gasadsorption oder der Quecksilber-Porosimetrie berechnet werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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).

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

DIN 66135 (alle Teile), *Partikelmesstechnik — Mikroporenanalyse mittels Gasadsorption*

DIN 66160, *Messen disperser Systeme — Begriffe*

DIN 66161, *Partikelgrößenanalyse — Formelzeichen, Einheiten*

DIN ISO 9276-1, *Darstellung der Ergebnisse von Partikelgrößenanalysen — Teil 1: Grafische Darstellung*

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

DIN EN ISO 80000-1:2013-08, *Größen und Einheiten — Teil 1: Allgemeines (ISO/FDIS 80000-1:2022); Deutsche Fassung FprEN ISO 80000-1:2022*

DIN ISO 15901-1, *Bewertung der Porengrößenverteilung und Porosität von Feststoffen mittels Quecksilberporosimetrie und Gasadsorption — Teil 1: Quecksilberporosimetrie*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach DIN 66160 und DIN 66161.

DIN und DKE stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- DIN-TERMinologieportal: verfügbar unter <https://www.din.de/go/din-term>
- DKE-IEV: verfügbar unter <http://www.dke.de/DKE-IEV>

4 Symbole und Abkürzungen

Tabelle 1 — Formelzeichen und Einheiten

Formelzeichen	Benennung	SI-Einheit ^a
x	Porenweite (= lineares Maß für die Porengröße) ^b	m
x_0	Längeneinheit der Porenweite	m
$x' = x/x_0$	Zahlenwert der Porenweite mit der Porenweiten-Einheit x_0	1 ^d
$Z = \lg(x')$	dekadischer Logarithmus des Zahlenwertes der Porenweite	1 ^d

Tabelle 1 (fortgesetzt)

Formelzeichen	Benennung	SI-Einheit ^a
$f(x)$	Auftragung des Funktionsverlaufs einer physikalischen Größe über einer linearen Porenweiten-Achse	c
$g(z)$	Auftragung des Funktionsverlaufs einer physikalischen Größe mit gleichen Ordinatenwerten wie $f(x)$ über einer dekadisch-logarithmischen Porenweiten-Achse	c
$\bar{x}_i$	mittlere Porenweite des Porengrößenintervalls i zwischen zwei benachbarten Messwerten x_{i-1} und x_i	m
x_{50}	Medianwert einer Porenvolumenverteilung	m
x_{mod}	Modalwert einer Porenvolumenverteilung	m
Δx_i	Differenz $x_i - x_{i-1}$ zwischen zwei benachbarten Abszissenwerten x_i und x_{i-1}	m
$\Delta \lg(x'_i)$	Differenz $\lg(x'_i) - \lg(x'_{i-1})$ der dekadischen Logarithmen der Zahlenwerte von zwei benachbarten Abszissenwerten x_i und x_{i-1}	1 ^d
d_p	Porendurchmesser	m
d_K	Kern-Kern-Porenweite	m
r_p	Porenradius	m
d_h	hydraulischer Porendurchmesser	m
r_h	hydraulischer Porenradius	m
V_i	spezifisches Porenvolumen beim i -ten Messpunkt	m ³ kg ⁻¹
ΔV_i	Porenvolumeninkrement, ist gleich der Differenz $V_i - V_{i-1}$ der spezifischen Porenvolumina von zwei benachbarten Messpunkten	m ³ kg ⁻¹
V_p	spezifisches Gesamtporenvolumen	m ³ kg ⁻¹
V_{cum}	kumulative Porenvolumenverteilung	m ³ kg ⁻¹
$(V_{\text{cum}})_k$	Wert der kumulative Porenvolumenverteilung beim k -ten Messpunkt	m ³ kg ⁻¹
$D_{v,\text{lin}}$	linear-differenzielle Porenvolumenverteilung	m ³ kg ⁻¹ m ⁻¹
$(D_{v,\text{lin}})_i$	i -ter Ordinatenwert der linear-differenziellen Porenvolumenverteilung	m ³ kg ⁻¹ m ⁻¹
$D_{v,\text{log}}$	logarithmisch-differenzielle Porenvolumenverteilung	m ³ kg ⁻¹
$(D_{v,\text{log}})_i$	i -ter Ordinatenwert der logarithmisch-differenziellen Porenvolumenverteilung	m ³ kg ⁻¹
A_{BET}	spezifische Oberfläche (BET-Verfahren)	m ² kg ⁻¹
k, i	allgemeine Zählindizes für Datenpunkte	1 ^d
$\lg = \log_{10}$	dekadischer Logarithmus	1 ^d
$\ln = \log_e$	natürlicher Logarithmus, $e = 2,7182818284590452\dots$	1 ^d
^a Für die Angabe von Stoffdaten und Analysenergebnissen ist auch die Verwendung von abgeleiteten SI-Einheiten, wie z. B. nm, cm ³ oder g, zulässig. ^b Die Porenweite x stellt hier entweder den Porendurchmesser d_p oder den Porenradius $r_p = d_p/2$ dar, siehe 5.1. ^c Ordinateneinheit der jeweils aufgetragenen Funktion f . ^d Nach DIN EN ISO 80000-1:2013-08, 3.8, Anmerkung 3, ist die Einheit für eine Größe der Dimension eins (üblicherweise als dimensionslos bezeichnet) die Einheit eins, Zeichen 1.		

5 Porengröße und Porengrößenverteilungen

5.1 Porengröße

Es gibt keine einfache Definition der Größe einer einzelnen Pore. Neben der Erfassung unterschiedlicher physikalischer Parameter als Porengrößenmaß durch verschiedene Messverfahren spielt insbesondere die reale Porenform eine entscheidende Rolle, die nur in Sonderfällen mit klaren geometrischen Modellen wie Zylindern, Kugeln oder parallelen Platten beschreibbar ist. Ein direktes Ausmessen der Porengröße ist nur im Falle bildgebender Verfahren mit einer Auflösung im Bereich der Porenabmessungen oder darunter möglich. Alle anderen Verfahren leiten die Aussagen über Porengrößen und -verteilungen indirekt aus anderen gemessenen Kenngrößen ab. Unabhängig von der tatsächlich erfassten Stoffkenngröße wird für die Porengröße hier analog zur Partikelgröße (siehe DIN ISO 9276-1) das Längenmaß Porenweite verwendet. Diese wird beim Zylinderporenmodell mit dem Durchmesser oder Radius der Grund- bzw. Deckfläche des Zylinders, beim Kugelporenmodell entsprechend mit dem Kugelradius oder -durchmesser identifiziert. Als Porenweite beim Modell der parallelen Platten ist der Plattenabstand definiert. Es ist zu beachten, dass sich die Porenweite hier nicht auf Kern-Kern-Abstände d_K gegenüberliegender Porenwandatome bzw. -moleküle bezieht, sondern als Abstand d_p zwischen gegenüberliegenden Punkten der Poreninnenwand, d. h. im Sinne eines Innendurchmessers aufzufassen ist (siehe Bild 1). Dies gilt sinngemäß auch für den Porenradius.

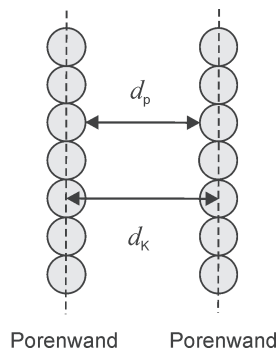


Bild 1 — Porendurchmesser d_p und Kern-Kern-Porenweite d_K

5.2 Porengrößenverteilungen

Prinzipiell sollte eine Porengrößenverteilung die im jeweiligen porösen Material vorliegenden Anteile (Häufigkeiten) der Poren einer bestimmten Größe ausdrücken. Bei den klassischen Standardverfahren der Porenanalyse (Gasadsorptionsverfahren, siehe DIN 66134, DIN 66135 und Quecksilber-Pososimetrie, siehe DIN ISO 15901-1) erfolgt aber anders als beispielsweise bei bildgebenden Verfahren keine unmittelbare Porenzählung in einem bestimmten Porengrößenintervall, sondern es werden schrittweise Porenvolumenanteile ΔV_i (Porenvolumeninkremente) ermittelt, die den einzelnen Porengrößenintervallen zugeordnet werden. Die Summe aller Volumeninkremente ergibt das im Messbereich des jeweils verwendeten Messverfahrens erfasste Gesamtporenvolumen. Auch bei nicht oder nur unzureichend bekannter realer Porenform repräsentieren die Porenvolumeninkremente stets eine bestimmte Anzahl von Poren in jedem Porengrößenintervall. Daher stellt die Auftragung der Verteilung des experimentell ermittelten Porenvolumens über einer Porengrößenachse eine geeignete Form der Veranschaulichung von Porengrößenverteilungen dar. In analoger Weise kann auch die Porenwandfläche verwendet werden, was zu einer Porenflächenverteilung führt. Hier sollen im Folgenden jedoch nur Porenvolumenverteilungen betrachtet werden. Eine Aussage über die Porenhäufigkeit im Sinne einer dem jeweiligen Porengrößenintervall zuzuordnenden Porenanzahl kann aus einer Porenvolumenverteilung nicht abgeleitet werden, unter bestimmten Voraussetzungen ist aber die Angabe relativer Porenzahlen (Porenanzahl-Verhältnisse) bezogen auf unterschiedliche Porengrößen möglich (siehe 5.5.4).