



中华人民共和国国家标准

GB/T 20170.2—2006

稀土金属及其化合物物理性能测试方法 稀土化合物比表面积的测定

Test method of physical characters of rare earth metals and compounds—
Determination on specific surface area of rare earth compounds

2006-04-13 发布

2006-10-01 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

前 言

本标准附录 A 为资料性附录。

本标准由国家发展和改革委员会稀土办公室提出。

本标准由全国稀土标准化技术委员会归口并负责解释。

本标准由江阴加华新材料资源有限公司负责起草。

本标准由上海跃龙新材料股份有限公司、淄博加华新材料资源有限公司、美国康塔仪器公司参加起草。

本标准主要起草人：谢建伟、张彩英、樊成美。

本标准主要验证人：吴克平、刘延漠。

稀土金属及其化合物物理性能测试方法

稀土化合物比表面积测定

1 范围

本标准规定了稀土化合物的比表面积测定方法。

本标准适用于稀土化合物比表面积的测定。测定范围： $0.20 \text{ m}^2/\text{g} \sim 300 \text{ m}^2/\text{g}$ 。

本标准所测表面积为粉末的总表面积，包括氮分子可进入粉末体的任何开孔表面积。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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标准，然而，鼓励根据本标准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标准。

GB/T 15676 稀土术语

GB/T 16418 颗粒系统术语

3 术语、符号

3.1 术语和定义

GB/T 15676 和 GB/T 16418 确立的以及下列术语和定义适用于本标准。

3.1.1

比表面积 (specific surface area)

比表面积有体积比表面积和质量比表面积两种。体积比表面积是指单位体积颗粒群所具有的表面积；质量比表面积是指单位质量颗粒群所具有的表面积，后者又直接称为比表面积。

3.1.2

吸附质 (adsorbate)

被吸附的气体。

3.1.3

吸附剂 (adsorbent)

发生吸附的粉末。

3.1.4

平衡吸附压力 (equilibrium adsorption pressure)

当吸附达到平衡时吸附质气体的压力。

3.1.5

饱和蒸汽压力 (saturation vapour pressure)

在吸附温度下，吸附质完全液化时的蒸汽压力。

3.1.6

相对压力 (relative pressure)

平衡吸附压力与饱和蒸汽压力的比值。

3.1.7

吸附体积 (adsorbed volume)

在平衡吸附压力下，吸附剂吸附的气体体积。

3.2 符号

本标准中所用符号见表 1。

表 1

符 号	说 明	单 位
A	BET 图斜率	cm^{-3}
B	BET 图截距	cm^3
C	与吸附热和冷凝热有关的常数	—
m	试样质量	g
N	阿佛加德罗常数, 6.022×10^{23}	—
p	平衡吸附压力	Pa
p ₀	吸附温度 t, 时氮的饱和蒸气压	Pa
p/p ₀	相对压力	—
S _v	体积比表面积	m^2/cm^3
S _w	质量比表面积	m^2/g
V	吸附体积(标准状态)	cm^3
V _m	单分子层吸附体积(标准状态)	cm^3
V ₀	1 mol 氮气的体积(标准状态), 22414	cm^3
ρ	试样材料的有效密度	g/cm^3
σ	氮分子横截面积, 16.2×10^{-20}	m^2
S	总表面积	m^2

4 原理

试样经真空加热脱气后,在氮气中进行低温物理吸附,当吸附达到平衡时,通过测量平衡吸附压力和样品表面吸附的氮气体积,根据 BET 方程式,计算出试样单分子层吸附体积,从而求出试样的比表面积。

函数计算式如式(1):

$$\frac{p/p_0}{V(1-p/p_0)} = \frac{C-1}{V_m C} \times \frac{p}{p_0} + \frac{1}{V_m C} \dots\dots\dots(1)$$

令 p/p_0 为 x , $\frac{p/p_0}{V(1-p/p_0)}$ 为 y , $\frac{C-1}{V_m C}$ 为 A , $\frac{1}{V_m C}$ 为 B ,便得到一条斜率为 A ,截距为 B 的直线方程 $y = Ax + B$,如图 1 所示。

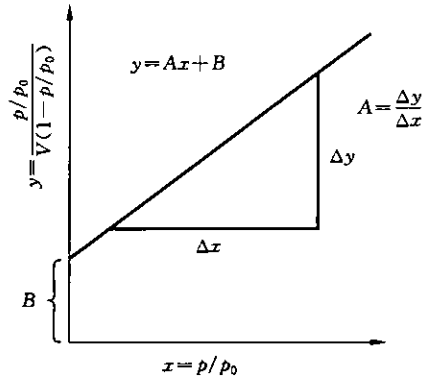


图 1 BET 方程图

在图 1 中当相对压力(p/p_0)在 0.05~0.35 范围内通常是线性的,而两个端点有时会偏离直线,计算时偏离的点应舍掉。

通过一系列相对压力(p/p_0)和吸附体积(V)的测量,由 BET 图或最小二乘法求出斜率(A)和截距(B)值,由式(2)计算出单分子层吸附体积(V_m),根据氮分子横截面积和标准状态下每摩尔氮气的体积数按式(3)计算出总表面积(S),再由式(4)或式(5)计算出粉末的质量比表面积(S_w)或体积比表面积(S_v)。

$$V_m = \frac{1}{A + B} \quad \dots\dots\dots(2)$$

$$S = \frac{V_m \sigma N}{V_0} \quad \dots\dots\dots(3)$$

$$S_w = \frac{4.35 V_m}{m} \quad \dots\dots\dots(4)$$

$$S_v = S_w \cdot \rho \quad \dots\dots\dots(5)$$

一般情况下, C 值比较大,即截距(B)很小,则式(1)可简化为式(6)。

$$V_m = V(1 - p/p_0) \quad \dots\dots\dots(6)$$

5 试剂或辅助材料

5.1 液氮:市售,纯度 >99.9%,无色透明(不显蓝色)。

5.2 氮气:纯度 >99.99%。

6 仪器、设备

6.1 自动比表面分析仪。

6.2 分析天平;感量 0.000 1 g。

6.3 样品管:专用玻璃管。

7 试样

将试样于 105℃ 烘烤 1 h,置于干燥器中,冷却至室温,立即称量。

8 分析步骤

8.1 试料

称取已净化干燥过的专用样品管的质量(精确至 0.000 1 g),用专用漏斗将试样(7)装入样品管中,控制待测试料总表面积在 2 m² 以上。

8.2 测定数量

独立进行两次测定,取其平均值。

8.3 测定

8.3.1 试料的前处理

吸附前,应对试料进行脱气处理。将试料在 200℃ 真空中加热脱气 2 h。

8.3.2 吸附

8.3.2.1 称取已脱附完毕并已冷却至室温的样品管与试料的总质量,精确至 0.001 g。

按式(7)计算试料的实际质量(m):

$$m = m_2 - m_1 \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

m_2 ——样品管与试料的总质量,单位为克(g);

m_1 ——样品管质量,单位为克(g)。

8.3.2.2 将装有试料的样品管(8.3.2.1)转移至分析站上,给杜瓦瓶注入液氮。

8.3.2.3 按仪器操作规程设置以下条件:

- 试料的识别号、试料的质量;
- 平衡压力容差:13.33 Pa;
- 平衡时间容差:120 s;
- 样品平衡延迟时间: 90 s;
- 样品热延迟时间: 90 s;
- 仪器参考工作条件见附录 A(资料性附录)。

8.3.3 测试结果的计算与表述

根据 BET 方程得出被测样品的比表面积,由计算机控制程序直接打印结果。

9 精密度

9.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%,重复性限(r)按表 2 数据采用线性内插法求得。

表 2

项 目	比表面积值 / (m^2/g)	重复性限(r) / (m^2/g)
稀土化合物	0.86	0.090
	5.99	0.21
	26.17	0.67
	50.07	0.98
	122.82	2.86
注:重复性限(r)为 $2.8 \times S_r$, S_r 为重复性标准差。		

9.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 3 所列允许差。

表 3

项 目	比表面积范围 / (m^2/g)	相对允许差 / %
稀土化合物	0.20~1.00	20
	>1.00~10.0	15
	>10.0~150	10
	>150~300	5

10 质量保证与控制

每周用自制的控制样品(如有国家级或行业级标样时,应首先使用)校核一次本标准分析方法的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误,重新进行校核。

附 录 A
(资料性附录)
仪器参考工作条件

贝克曼-库尔特比表面积分析仪参考工作条件见表 A. 1。

表 A. 1

最小相对压力/Pa	分辨率/Pa	功率/W	脱气定时时间/min	脱气温度/℃	吸附质	标正气体
6×10^{-5}	6.132	500	120	200	N ₂	He