



中华人民共和国国家标准

GB/T 6609.35—2009

氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法 第 35 部分：比表面积的测定 氮吸附法

Chemical analysis methods and
determination of physical performance of alumina—
Part 35: Determination of specific surface area by nitrogen adsorption

(ISO 8008:2005: Aluminium oxide primarily used for
the production of aluminium—Determination of
specific surface area by nitrogen adsorption, MOD)

2009-04-15 发布

2010-02-01 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

GB/T 6609《氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法》共分为 37 部分：

- 第 1 部分：电感耦合等离子体原子发射光谱法测定微量元素含量；
- 第 2 部分：300 °C 和 1 000 °C 质量损失的测定；
- 第 3 部分：钼蓝光度法测定二氧化硅含量；
- 第 4 部分：邻二氮杂菲光度法测定三氧化二铁含量；
- 第 5 部分：氧化钠含量的测定；
- 第 6 部分：火焰光度法测定氧化钾含量；
- 第 7 部分：二安替吡啉甲烷光度法测定二氧化钛含量；
- 第 8 部分：二苯基碳酰二肼光度法测定三氧化二铬含量；
- 第 9 部分：新亚铜灵光度法测定氧化铜含量；
- 第 10 部分：苯甲酰苯基羟胺萃取光度法测定五氧化二钒含量；
- 第 11 部分：火焰原子吸收光谱法测定一氧化锰含量；
- 第 12 部分：火焰原子吸收光谱法测定氧化锌含量；
- 第 13 部分：火焰原子吸收光谱法测定氧化钙含量；
- 第 14 部分：镧-茜素络合酮分光光度法测定氟含量；
- 第 15 部分：硫氰酸铁光度法测定氯含量；
- 第 16 部分：姜黄素分光光度法测定三氧化二硼含量；
- 第 17 部分：钼蓝分光光度法测定五氧化二磷含量；
- 第 18 部分：N,N-二甲基对苯二胺分光光度法测定硫酸根含量；
- 第 19 部分：火焰原子吸收光谱法测定氧化锂含量；
- 第 20 部分：火焰原子吸收光谱法测定氧化镁含量；
- 第 21 部分：丁基罗丹明 B 分光光度法测定三氧化二镓含量；
- 第 22 部分：取样；
- 第 23 部分：试样的制备和贮存；
- 第 24 部分：安息角的测定；
- 第 25 部分：松装密度的测定；
- 第 26 部分：有效密度的测定 比重瓶法；
- 第 27 部分：粒度分析 筛分法；
- 第 28 部分：小于 60 μm 的细粉末粒度分布的测定 湿筛法；
- 第 29 部分：吸附指数的测定；
- 第 30 部分：X 射线荧光光谱法测定微量元素含量；
- 第 31 部分：流动角的测定；
- 第 32 部分： α -三氧化二铝含量的测定 X-射线衍射法；
- 第 33 部分：磨损指数的测定；
- 第 34 部分：三氧化二铝含量的计算方法；
- 第 35 部分：比表面积的测定 氮吸附法；
- 第 36 部分：流动时间的测定；
- 第 37 部分：粒度小于 20 μm 颗粒含量的测定。

本部分为 GB/T 6609 的第 35 部分。

本部分修改采用 ISO 8008:2005《主要生产铝的氧化铝——比面积的测定——氮吸附法》。

本部分修改采用 ISO 8008:2005 时,将其前言、引言和规范性引用文件删除。更改了对氧化铝标准样品的指定。为方便对照,在附录 C 中列出了本部分的章条和对应的 ISO 8008:2005 章条的对照表。

本部分的附录 A、附录 B 和附录 C 均为资料性附录。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分起草单位:中国铝业股份有限公司郑州研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分主要起草人:赵春芳、李建平、仓向辉、黄霞。

氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法

第 35 部分:比表面积的测定 氮吸附法

警告: 使用 GB/T 6609 的本部分的人员需熟悉一般性实验室操作规则。本部分不提醒所有安全问题,只是在可能的情况下,在相关内容中给出必要的安全提示。操作人员有必要建立良好的安全及健康操作规则,并确保该规则适用于任何国内常规实验条件。

1 范围

GB/T 6609 的本部分规定了采用氮吸附单点法或多点法测定氧化铝的比表面积(SSA)的方法。

本部分适用于氧化铝比表面积的测定:测定范围:50 m²/g~90 m²/g。

注 1: 附录 A 解释了 BET 测 SSA 时单点法与多点法之间的差异。

注 2: 多点法测定比表面积所得到的结果准确性比单点法高。

2 方法原理

该方法根据在液氮沸点时物质表面吸附氮气分子的能力。仪器测定样品表面单分子层的吸附量,然后由吸附理论 BET 计算样品比表面积。样品在真空或流动氮气下于 150 °C 脱气,脱气后,称量样品质量,使用仪器测定的样品吸附氮气单层分子容量,然后计算样品的比表面积。

3 试剂

所用试剂为分析纯,所用水为蒸馏水或同质量的水。

3.1 液氮:在 101.3 kPa 下的沸点为 -196 °C。

警告: 处理低温液体时要特别小心。

3.2 氮气:高纯。

3.3 其他气体:由仪器生产商指定。

3.4 氧化铝标准样品

在 95% 置信度下,标准样品单点法 SSA 值为 (67.8 ± 2.9) m²/g,多点法 SSA 值为 (69.1 ± 2.3) m²/g。

4 仪器

4.1 表面积分析仪:在 -196 °C 时能使氮气发生吸附,能够进行单点或多点分析。

4.2 脱气装置:能加热升温至 150 °C,在流动氮气气流或能保持 < 20 Pa 的真空压力状态来对样品进行脱气。样品管必须包含密封装置,以阻止脱气后的样品与空气接触。

4.3 天平:感量 0.000 1 g。

5 试样制备

用采样器或旋转缩分器取 50 g 测试样品,避免细颗粒通过飞扬而损失。从测试样品中选取有代表性的适宜质量。样品质量应当使其总表面积在表面积分析仪器(4.1)推荐值范围之内,且最小样品质量 0.2 g。在每一批试样测试前,将所有试管清洗干净。推荐在超声波池中将试管清洗。为加快干燥过程,建议在放入干燥烘箱前用乙醇漂洗试管。

6 步骤

6.1 仪器准备

6.1.1 比表面积分析仪和脱气装置应当根据仪器的指示装配好,用以脱气和分析,且允许加热。脱气

温度应设定到 150 °C。

6.1.2 输入仪器的操作参数。对多点测试,相对压力(P/P_0)为 0.10~0.30。对单点测试,相对压力为 0.30。

注 1: 对多点测试,相对压力确保是在氧化铝的等温吸附线为直线部分的条件下进行的。相对压力 0.30 最适合单点测试。

注 2: 氮气分子的表面积是 0.162 nm²。

6.1.3 如果需要,根据仪器生产商的提示测定饱和蒸汽压(P_0)或大气压力。饱和蒸汽压或大气压应在分析前进行测定,在分析过程中每隔 6 h 测定一次。

6.2 比表面积的测定

6.2.1 在天平(4.3)中称量清洁干燥的样品管,包括其密封装置,精确至 0.000 1 g(m_1)。

6.2.2 往样品管中加入试样,按照第 5 章的要求加入测试样品。然后将样品管插入脱气装置中(4.2),采用流动氮气或真空脱气方法在 150 °C 下脱气 2 h。将样品管从脱气装置的加热源脱离,冷却至室温,同时仍然喷吹氮气或保持真空状态。

6.2.3 从脱气装置中取出样品管,密封称重,精确至 0.000 1 g(m_2)。若使用真空脱气,在称重前立即用氮气吹扫。

6.2.4 按式(1)计算试样脱气后的质量:

$$m_3 = m_2 - m_1 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——空样品管和密封装置的质量,单位为克(g);

m_2 ——样品管、密封装置和脱气后试样的质量,单位为克(g);

m_3 ——脱气后试样的质量,单位为克(g)。

6.2.5 用脱气后试样质量(m_3)和仪器产商推荐的步骤,测定试样的比表面积。精确至 0.01 m²/g。

7 测定结果的计算

按式(2)计算试样的比表面积,结果精确至 0.01 m²/g。

$$A_{SSA} = \frac{S}{m_3} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

A_{SSA} ——试样的比表面积,单位为平方米每克(m²/g);

S ——由仪器显示的试样的总表面积,单位为平方米(m²);

m_3 ——试样脱气后的质量,单位是为克(g)。

8 精密度

按照 95%的置信度水平,通过该方法得到的结果,其实验室内重复性(r)和实验室之间的再现性(R)结果见表 1。

在附录 B 中给出测试结果。

表 1

测量方法	重复性限 r /(m ² /g)	再现性限 R /(m ² /g)
单点法	0.8	2.1
多点法	1.0	2.5

9 质量控制

每一批试样进行测定前,应用标准样品(3.4)代替试样,重复 6.2 的步骤进行 SSA 的测定。如果测量

结果不在规定范围内[标准样品单点法 SSA 值为 $(67.8 \pm 2.9) \text{m}^2/\text{g}$, 多点法 SSA 值为 $(69.1 \pm 2.3) \text{m}^2/\text{g}$], 需在试样的测试报告中注明。

10 检验报告

检验报告应包含下列信息:

- a) 本部分编号;
- b) 试样名称;
- c) 取样日期;
- d) 测试日期;
- e) 测试样品的比表面积,以平方米每克表示,精确至 $0.01 \text{m}^2/\text{g}$;
- f) 采用的分析方法,单点法还是多点法;
- g) 标准样品测试结果(如需要);
- h) 测试过程中发生的所有可能对结果有影响的异常现象。

附录 A
(资料性附录)

单点法和多点法 BET 测定 SSA 值的差异

对 SSA 来说,单点法和多点法之间的差异一般在 $1 \text{ m}^2/\text{g} \sim 3 \text{ m}^2/\text{g}$ 之间。BET 公式单点法是对原理的简化,导致其结果较多点法的 SSA 结果偏低。假定被分析材料的常数 C 是已知的,则此差异可以计算出来。在 BET 公式中,常数 C 是与表面和吸附质之间的反应能相关的因子。对单点法,假定 C 是很大的(大于 100),从而引起 BET 公式简化。BET 直线的截距变为零,其斜率的倒数就是单分子层的体积。简化可以使 BET 公式在单一偏压下测定吸附质的体积得到解决。

使用单点法公式计算 SSA 值所引起的差异由公式(A. 1)进行计算:

$$\text{相对偏差}(\%) = 100\{1 - Cx/[Cx + (1 - x)]\} \dots\dots\dots(\text{A. 1})$$

式中:

x ——单点测量时的偏压;

C ——多点公式中吸附质/表面反应能因子。

对冶金级氧化铝, C 通常在 100~200 之间。

因此,对 $C=150$ 和 $x=0.3, 70 \text{ m}^2/\text{g}$ 级别的偏差是 1.5%。单点分析结果比多点分析结果低 $1.1 \text{ m}^2/\text{g}$ 。

附 录 B
(资料性附录)
试验过程的测量结果

使用该标准,用单点分析标准样品和另外两个试样进行分析,分别由 11 个、9 个、6 个实验室对单点分析标准样品、多点分析标准样品、试样进行分析得到结果。按照 95% 的置信度水平,实验室内重复性(r)和实验室之间的再现性(R)见表 B. 1:

表 B. 1 使用标准样品和试样得到的精密度数据

样 品	比表面积(平均值)/(m ² /g)		重复性限 r /(m ² /g)		再现性限 R /(m ² /g)	
	sp	mp	sp	mp	sp	mp
单点分析标准样品	67.8	69.1	0.8	1.2	2.9	2.3
多点分析标准样品	52.9	54.1	0.4	0.6	1.1	3.1
试样	85.0	88.1	1.1	1.1	2.0	2.0

由以上结果可得到,单点分析标准样品的重复性值为 0.8 m²/g,再现性值为 2.1 m²/g,多点分析标准样品的重复性和再现性值分别为 1.0 m²/g 和 2.5 m²/g。

附 录 C
(资料性附录)

本部分章条编号与 ISO 8008:2005 章条编号对照表

表 C.1

本部分章条编号	对应的 ISO 8008:2005 章条编号
1	1
2	3
3	4
4	5
5	6
6	7
7	8
8	9
9	10
10	11
附录 A	附录 A
附录 B	附录 B
附录 C	—

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法
第 35 部分：比面积的测定 氮吸附法
GB/T 6609.35—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

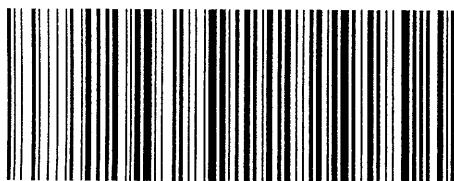
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字
2009 年 7 月第一版 2009 年 7 月第一次印刷

*

书号：155066·1-37806 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话：(010)68533533



GB/T 6609.35-2009

打印日期：2010年2月26日