

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 6138—2023

## 比表面积及孔径分析仪

Specific surface area and pore size analyzer

2023 - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由化学工业橡胶测试仪器设备标准化技术委员会归口。

本文件起草单位：北京精微高博仪器有限公司、贝士德仪器科技（北京）有限公司、双星集团有限责任公司、贵州轮胎股份有限公司、赛轮集团股份有限公司、北京橡胶工业研究设计院有限公司。

本文件主要起草人：张福丽、刘小娟、柳剑峰、杨照瑾、郭菲、张红、皮成艳、杨文真、刘艳艳、丁晓英。

# 比表面积及孔径分析仪

## 1 范围

本文件规定了比表面积及孔径分析仪（以下简称“分析仪”）的术语和定义、结构、要求、检验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存及随机文件。

本文件适用于根据静态气体吸附法对橡胶添加剂如炭黑或其他粉体材料进行比表面积及孔径分布测试的分析仪。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 3163-2007 真空技术 术语

GB/T 19587-2017 气体吸附 BET 法测定固态物质比表面积

HG/T 2382 橡胶测试仪器设备通用技术要求

## 3 术语和定义

GB/T 3163-2007界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**漏率** leak rate

规定时间内，固定容积被检件内压力  $p$  的变化量，单位为帕斯卡立方米每秒（ $\text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ ）。

### 3.2

**进气速率** intake rate

规定时间内，系统压力的平均增长值，单位为千帕斯卡每秒（ $\text{kPa/s}$ ）。

### 3.3

**抽真空速率** evacuation rate

规定时间内，系统压力的平均降低值，单位为千帕斯卡每秒（ $\text{kPa/s}$ ）。

### 3.4

**饱和蒸气压** saturation vapor pressure

在吸附温度下，吸附气体大量液化时的蒸气压，单位为千帕斯卡（kPa）。

[来源: GB/T 19587-2017, 3.18]

## 3.5

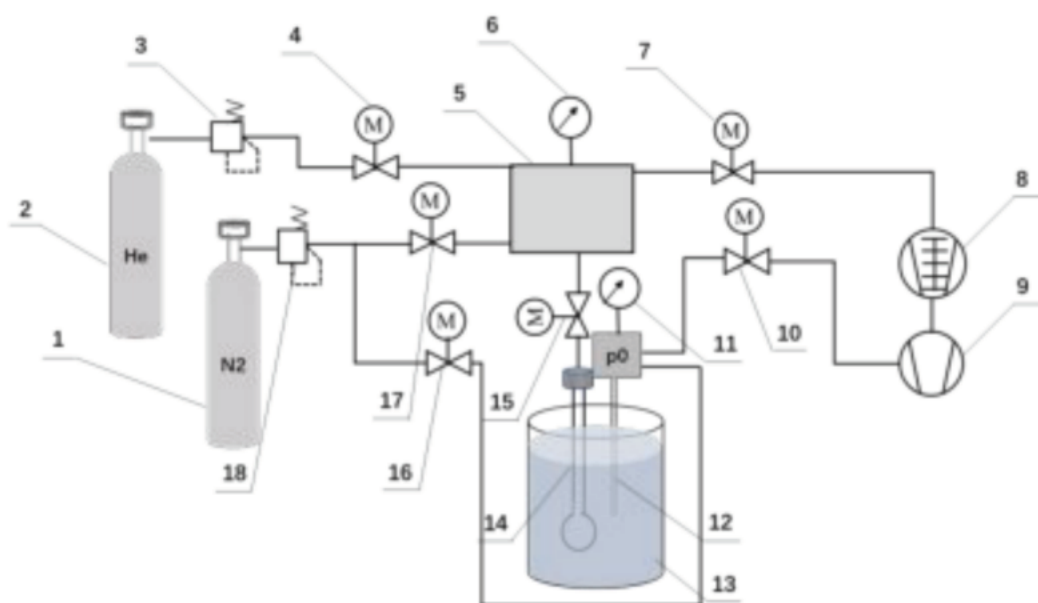
比表面积      specific surface area

单位质量固体物质的表面积，单位为平方米每克 ( $\text{m}^2/\text{g}$ )。

[来源: GB/T 19587-2017, 3.11]

## 4 结构

4.1 分析仪由样品测试系统、饱和蒸气压测试系统、进气系统、真空系统、预处理加热系统、测试加热系统、低温系统、控制与数据采集系统、数据分析系统等组成(见图1)。



标引序号说明:

1, 2——气源钢瓶; 3, 18——减压阀; 4, 7, 10, 15, 16, 17——阀门; 5——外气室 (压力测试区);

6, 11——压力传感器; 8, 9——真空泵; 12——p0 管 (饱和蒸气压测试区); 13——低温系统、预处理加热系统或测试加热系统; 14——样品管。

图 1 分析仪结构示意图

4.2 样品测试系统：由样品管、外气室、压力传感器、电磁阀等组成，用于测试样品吸附前后压力变化来确定样品吸附量。

4.3 饱和蒸气压测试系统: 由 p0 管、压力传感器组成, 用于测试所用气体在吸附温度下的饱和蒸气压。

4.4 进气系统：由气源、针阀、进气阀等组成，用于向样品测试系统提供测试所需气体。

- 4.5 真空系统：由机械泵、分子泵、真空阀等组成，用于向样品测试系统提供所需真空环境。
- 4.6 预处理加热系统：采用加热包、加热炉等加热方式，为样品预处理提供所需热源。
- 4.7 测试加热系统：采用水浴等加热方式，为样品测试提供所需热源。
- 4.8 低温系统：由液氮系统或其他可以形成低温的系统组成，用于对样品测试提供所需低温条件。
- 4.9 控制与数据采集系统：通过软件或可编程控制系统控制仪器的运行、数据采集。
- 4.10 数据分析系统：用于对测试数据进行比表面积及孔径分析的系统。

5 要求

5.1 分析仪的正常工作条件

分析仪的正常工作条件应符合 HG/T 2382 的有关规定。

5.2 真空度和漏率

分析仪真空系统及样品测试系统的真空度和漏率应符合表 1 的规定。

表 1 含机械泵和分子泵仪器极限真空度、样品测试系统真空度及漏率

| 分析仪    | 极限真空度<br>Pa         | 样品测试系统真空度<br>Pa | 漏率<br>Pa·m <sup>3</sup> /s |
|--------|---------------------|-----------------|----------------------------|
| 含机械泵仪器 | ≤0.1                | ≤100            | ≤1×10 <sup>-7</sup>        |
| 含分子泵仪器 | ≤1×10 <sup>-7</sup> | ≤1              | ≤1×10 <sup>-8</sup>        |

5.3 进气系统

气源压力大于表压150kPa，气体纯度应不低于99.999%。进气速率为样品测试系统压力从0.1kPa升到100kPa，所用时间范围应为30s~90s，即进气速率范围应为1.110 kPa/s~3.330 kPa/s。

5.4 真空系统

抽真空速率为样品测试系统压力从100kPa降到0.5kPa，所用时间应为20s~450s，即抽真空速率应为0.221kPa/s~4.975kPa/s。

5.5 预处理加热系统

预处理加热系统应在规定时间内达到设定温度，此时加热包或加热炉读数数值与设置温度值相差小于5℃，温度控制精度为±1℃。

5.6 测试加热系统

测试加热系统应在规定时间内达到设定温度，此时水浴加热温度与设置温度相差小于1℃，温度控制精度为±0.1℃。

5.7 准确度

根据标准物质证书要求,对标准物质进行预处理、测试,通过数据分析系统获得符合标准物质证书的数据,验证仪器测试准确度。测试数据与标准物质证书对应BET比表面积(相同选点范围)的相对标准偏差(RSD)不大于2%。

## 5.8 外观质量及电气性能

分析仪的外观质量及电气性能应符合 HG/T 2382 的相关规定。

## 5.9 运输颠簸性能

分析仪的运输颠簸性能应符合 HG/T 2382 的相关规定。

# 6 检验方法

## 6.1 检验条件及检验用器具

### 6.1.1 检验条件

分析仪应在5.1规定的条件下进行检验。

### 6.1.2 检验用器具

检验用器具包括:

- a) 标准物质;
- b) 秒表:分度值 0.1s。

## 6.2 真空度及漏率检验

打开真空阀,对样品测试系统进行抽真空,抽至表1样品测试系统要求压力。关闭真空阀,记录10min、20min、30min样品测试系统内压力的变化量,计算漏率并记录,应符合5.2的规定。

参照 GB/T 32218-2015 中的静态升压法进行真空系统漏率测试,漏率按式(1)进行计算。

$$Q = \frac{V \times \left( \frac{T_1}{T_2} \times P_2 - P_1 \right)}{t_2 - t_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$Q$  ——被检件漏率值,单位为帕斯卡立方米每秒 ( $\text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ );

$V$  ——被检件的容积,单位为立方米 ( $\text{m}^3$ );

$t_1$  ——开始时间值,单位为秒 (s);

$t_2$  ——结束时间值,单位为秒 (s);

$T_1$  ——开始温度,单位为开尔文 (K);

$T_2$  ——结束温度,单位为开尔文 (K);

$P_1$  ——开始压力值,单位为帕斯卡 (Pa);

$P_2$  ——结束压力值,单位为帕斯卡 (Pa)。

## 6.3 进气速率检验

打开进气阀,控制系统进气,用秒表计时,记录样品测试系统从 0.1kPa 进气到 100kPa 所用时间,

按式(2)计算进气速率,应符合5.3的规定。

$$V_1 = \frac{P_{i2} - P_{i1}}{t_i} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$V_1$  ——进气速率,单位为千帕斯卡每秒(kPa/s);  
 $P_{i1}$  ——充气前初始压力,单位为千帕斯卡(kPa);  
 $P_{i2}$  ——充气后压力,单位为千帕斯卡(kPa);  
 $t_i$  ——充气时间,单位为秒(s)。

#### 6.4 抽真空速率检验

首先将样品测试系统充 $N_2$ 到110kPa,关闭进气阀,打开真空阀,对样品测试系统进行抽真空,用秒表计时,记录系统压力由100kPa抽至0.5kPa所用时间,按式(3)计算抽真空速率,应符合5.4的规定。

$$V_2 = \frac{P_{e1} - P_{e2}}{t_e} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$V_2$  ——抽真空速率,单位为千帕斯卡每秒(kPa/s);  
 $P_{e1}$  ——抽真空前规定压力,单位为千帕斯卡(kPa);  
 $P_{e2}$  ——抽真空后压力,单位为千帕斯卡(kPa);  
 $t_e$  ——抽真空时间,单位为秒(s)。

#### 6.5 预处理加热系统检验

将预处理加热系统在规定时间内加热至设定温度,记录此时加热包或加热炉读值,与设定温度对比。记录5min内温度变化,应符合5.5的规定。

#### 6.6 测试加热系统检验

将测试加热系统在规定时间内加热至设定温度,记录此时水浴温度读值,与设定温度对比。记录5min内温度变化,应符合5.6的规定。

#### 6.7 准确度检验

根据标准物质证书规定,对标准物质进行预处理、测试,通过数据分析系统,对测试数据进行分析,根据标准物质证书规定BET选点范围、对比标准物质证书与数据分析系统获取BET比表面积数值。

BET比表面积按照GB/T 19587-2017的规定进行计算。

#### 6.8 基本要求、外观质量及电气性能检验

分析仪的基本要求、外观质量及电气性能的检验按HG/T 2382的有关规定进行。

#### 6.9 运输颠簸性能检验

分析仪的运输颠簸性能的检验按HG/T 2382的有关规定进行。

### 7 检验规则

- 7.1 每台分析仪经质量部门检验合格，附合格证才能出厂。
- 7.2 产品检验分为出厂检验和型式检验两种。
  - 7.2.1 出厂检验在 5.1 条件下，按 6.2~6.8 的规定进行，结果应符合 5.2~5.8 的要求；
  - 7.2.2 型式检验在 5.1 条件下，按 6.2~6.9 的规定进行，结果应符合 5.2~5.9 的要求。
- 7.3 型式检验的一般要求按 HG/T 2382 的有关规定执行。

## 8 标志、包装、运输、贮存及随机文件

分析仪的标志、包装、运输、贮存和随机文件应符合 HG/T 2382 的有关规定。

## 参 考 文 献

- [1] GB/T 32218-2015 真空技术 真空系统漏率测试方法
-