

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

DIN
66134

ICS 17.040.20; 19.120

Deskriptoren: Porengröße, Oberfläche, mesoporös, Feststoffe, Sorption

Determination of the pore size distribution and the specific surface area of mesoporous solids by means of nitrogen sorption — Method of Barrett, Joyner and Halenda (BJH)

Détermination de la distribution des tailles de pores et de la surface spécifique des solides mésoporeux à l'aide de sorption de l'azote — Méthode de Barrett, Joyner et Halenda (BJH)

Inhalt

	Seite		Seite
Vorwort	1	5.2 Meßbedingungen	6
1 Anwendungsbereich	1	5.3 Meßverfahren	6
2 Normative Verweisungen	2	6 Auswertung	6
3 Definitionen und Formelzeichen	3	6.1 Porenvolumenverteilung	6
4 Grundlage des Verfahrens	4	6.2 Porenvolumen nach Gurwitsch	7
5 Durchführung	4	6.3 Spezifische Porenoberfläche	7
5.1 Probenvorbereitung	4	6.4 Mittlerer Porendurchmesser	7
		7 Analysebericht	7

Vorwort

Diese Norm wurde vom Normenausschuß Bauwesen (NABau) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V. im Arbeitsausschuß 11.42.08 "Partikelmeßtechnik, Oberflächenverfahren" erarbeitet.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm gilt für die Bestimmung der Porengrößenverteilung und der spezifischen Oberfläche mesoporöser Feststoffe durch Auswertung der Stickstoff-Desorptionsisotherme¹⁾ bei der Siedetemperatur des Stickstoffs nach dem Verfahren von Barrett, Joyner und Halenda (siehe [1]). Diese Norm basiert auf [2] und [3].

Die Berechnung nach dem BJH-Verfahren ist nur möglich für Feststoffe mit Mesoporen (Porenweite von 2 nm bis 50 nm²⁾), Sorptionsisothermen des Typs IV und bei Hysteresen der Form H1 oder H2 der IUPAC-Klassifikation (siehe Bilder 1 und 2). Bei Hysteresen der Form H3 und H4 ist das Verfahren nur dann anwendbar, wenn ein endlicher Wert für die Sättigungsbelegung gefunden wird. Für Stickstoff unzugängliche Poren werden nicht erfaßt.

¹⁾ Die Porengrößenverteilung kann auch aus der Adsorptionsisotherme mit modifizierten Auswertgleichungen berechnet werden. Zur Messung sind auch andere physisorbierende Gase, insbesondere Edelgas, geeignet. Die Resultate weichen infolge der unterschiedlichen Zugänglichkeit der Poren und aufgrund unterschiedlicher Meßtemperaturen voneinander ab.

²⁾ Poren mit Porenweiten unter 2 nm werden als Mikroporen, mit Porenweiten über 50 nm als Makroporen bezeichnet.

Fortsetzung Seite 2 bis 7

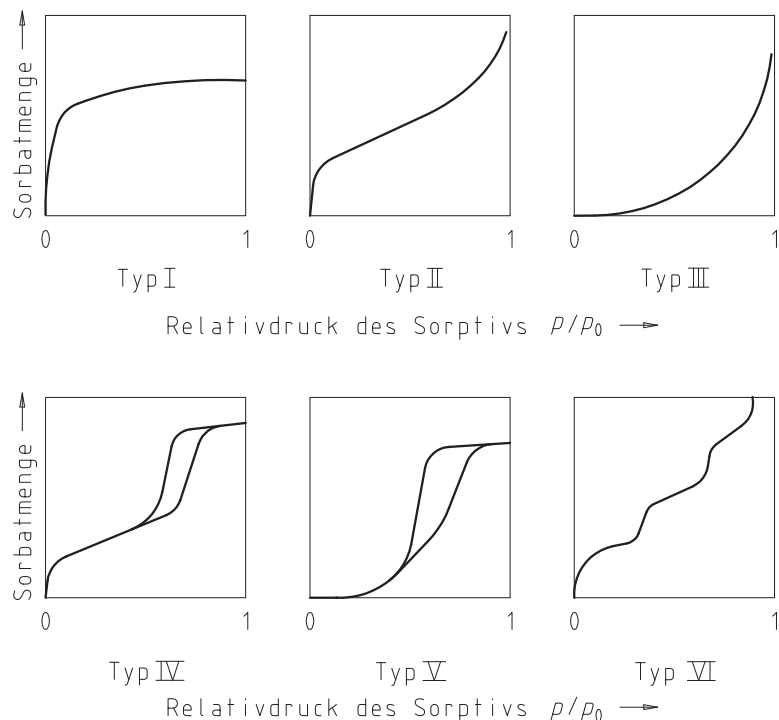


Bild 1: IUPAC-Klassifikation der Sorptionsisothermen

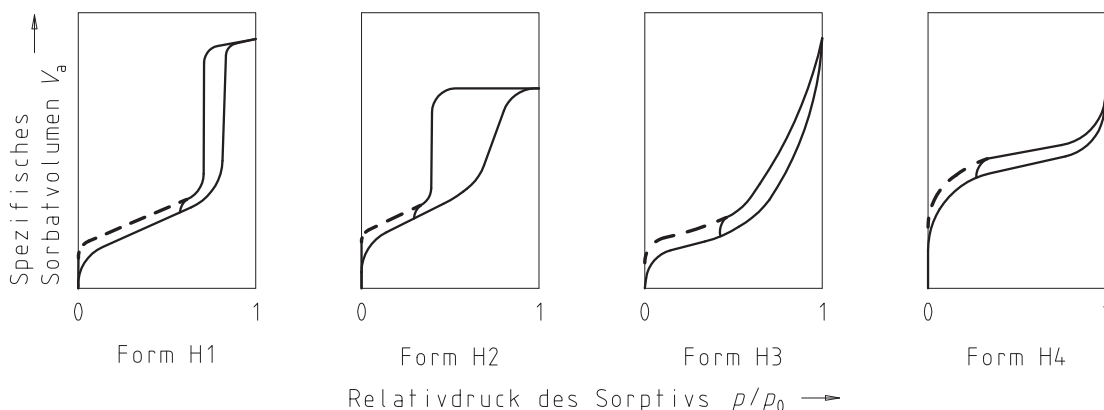


Bild 2: Hystereseseformen für die Adsorptionsisotherme des Typs IV

2 Normative Verweisungen

Diese Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation.

DIN 53803-2

Probenahme — Praktische Durchführung

DIN 66160

Messen disperser Systeme — Begriffe

DIN 66161

Partikelgrößenanalyse — Formelzeichen, Einheiten

ASTM 4222

Standard Test Method for Determination of Nitrogen

Adsorption and Desorption Isotherms of Catalysts by Static Volumetric Measurements³⁾

ASTM 4641

Standard Practice of Pore Size Distributions of Catalysts from Nitrogen Desorption Isotherms³⁾

- [1] Barrett, E.P., Joyner, L.G., Halenda, P.P.: "The determination of pore volume and area distribution in porous substances. I. Computation from nitrogen isotherms". J. Am. Chem. Soc. **73** (1951) 373–380.
- [2] IUPAC Recommendations 1984: Sing, K.S.W., Everett, D.H., Haul, R.A.W., Moscou, L., Pierotti, R.A., Rouquérol, J., Siemieniowska, T., "Reporting Physisorption Data for Gas/Solid Systems with Special Reference to the Determination of Surface Area and Porosity", Pure & Appl. Chem. **57** (1985) 4, 603–619.

³⁾ Zu beziehen durch: Beuth Verlag GmbH, Burggrafenstraße 6, 10787 Berlin.

- [3] IUPAC Recommendations 1994: Rouquérol, J., Avnir, D.; Fairbridge, C.W.; Everett, D.H.; Haynes, J.H.; Pernicone, N.; Ramsay, J.D.F.; Sing, K.S.W., Unger, K.K.: "Recommendations for the Characterization of Porous Solids". Pure & Appl. Chem. 66 (1994) 8, 1739–1758.
- [4] Gregg, S.J., Sing, K.S.W.: Adsorption, Surface Area and Porosity. 2nd ed., Academic Press, London 1982.
- [5] Mikhail, R.Sh., Robens, E.: Microstructure and Thermal Analysis of Solid Surfaces. Wiley, Chichester 1983.
- [6] Thomson, W.: "On the equilibrium of vapour at a curved surface of liquid". Phil. Mag. 42 (1871) 282, 448–452.
- [7] Lippens, B.C., Linsen, B.G., de Boer, J.H.: "Studies on pore systems in catalysis, I–III.". J. Catalysis 3 (1964) 32–49.
- [8] de Boer, J.H., Linsen, B.G., Osinga, Th.J.: "Studies on pore systems in catalysis. VI. The universal t curve". J. Catalysis. 4 (1965) 643–648.
- [9] Halsey, G.D., Jr.: "Physical adsorption on nonuniform surfaces". J. Chem. Phys. 16 (1948) 931–937.
- [10] Harkins, W.D., Jura, G.: An adsorption method for the determination of the area of a solid without the assumption of a molecular area, and the area occupied by nitrogen molecules on the surface of solids". J. Chem. Phys. 11 (1943) 431–432.
- [11] Harkins, W.D., Jura, G.: "Surface of solids. X. Extension of the attractive energy of a solid into an adjacent liquid or film, the decrease of energy with distance and the thickness of films". J. Am. Chem. Soc. 66 (1944) 919–927.
- [12] Kraft, M.: Zur Berechnung der Porengrößenverteilung aus dem Adsorptionszweig der Stickstoff-Sorptionsisotherme. Z. Phys. Chem. 194 (1996) 111–128.
- [13] Press, W.H., Flannery, B.P., Teukolsky, S.A., Vetterling, W.T.: Numerical Recipes in PASCAL. Cambridge University Press, Cambridge 1989/90.

3 Definitionen und Formelzeichen

Für die Anwendung dieser Norm gelten die Definitionen nach DIN 66160.

Die Formelzeichen der Tabelle 1 entsprechen weitgehend DIN 66161. Die Tabelle gibt darüber hinaus die Zeichen an, die in [2] und [3] verwendet werden.

Tabelle 1: Formelzeichen

Zeichen	Benennung	Einheit	IUPAC-Zeichen
d_p	Porendurchmesser	nm	d_p
m_s	Probemasse	kg	m
m_a	spezifische Sorbatmasse	kg kg ⁻¹	—
p	Gasdruck, Druck des Sorptivs	Pa	p
p_0	Sättigungsdampfdruck des Sorptivs	Pa	p_0
p/p_0	Relativdruck des Sorptivs	Pa Pa ⁻¹	p/p_0
r_K	Kelvinradius	nm	r_K
r_p	Porenradius	nm	r_p
R	molare Gaskonstante = 8,314	J mol ⁻¹ K ⁻¹	R
S_p	kumulative spezifische Porenoberfläche	m ² kg ⁻¹	a, a_p, s
t_a	Schichtdicke des Adsorbats	nm	t
t_m	Monoschichtdicke	nm	—
T	Temperatur	K	T
V_a	spezifisches Sorbatvolumen	m ³ kg ⁻¹	V_a
$V_{a,max}$	spezifisches Porenvolumen nach Gurwitsch	m ³ kg ⁻¹	—
$V_{a,Norm}$	auf den Normzustand (273,15 K, 101 325 Pa) bezogenes spezifisches Sorptivvolumen	m ³ kg ⁻¹	—
$V_{a,Referenz}$	auf den Referenzzustand (298,15 K, 101 325 Pa) bezogenes spezifisches Sorptivvolumen	m ³ kg ⁻¹	—
V_m	molares Volumen	m ³ mol ⁻¹	V_m^1
V_p	spezifisches Porenvolumen	m ³ kg ⁻¹	V_p
ϑ	Kontaktwinkel	°	ϑ
ϱ	Dichte	kg m ⁻³	ϱ
σ	Oberflächenspannung	N m ⁻¹	σ, σ_{lg}
τ	Zeit	s	t
τ_1	Zeitpunkt der Absperrung der Vakuumleitung	s	—

i ist der Laufzahlindex