



中华人民共和国国家标准

GB/T 11847—2008
代替 GB/T 11847—1989

GB/T 11847—2008

二氧化铀粉末比表面积测定 BET 容量法

Determination of specific surface area of uranium dioxide powder
by BET capacity method

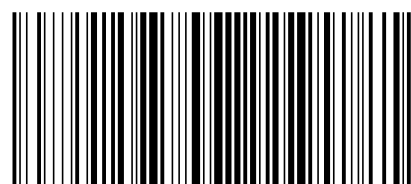
中华人民共和国
国家标准
二氧化铀粉末比表面积测定
BET 容量法
GB/T 11847—2008

*
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 14 千字
2008年11月第一版 2008年11月第一次印刷

*
书号: 155066·1-33655 定价 14.00 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 11847—2008

2008-06-19 发布

2009-04-01 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

附录 B
(资料性附录)

液氮温度与饱和蒸汽压常数和不同温度下对应的汞密度

B.1 液氮温度与饱和蒸汽压常数

液氮温度与饱和蒸汽压常数见表 B.1。

表 B.1 p_0 与 T_s 关系

$T_s /$ K	p_0		$T_s /$ K	p_0	
	Pa	mmHg		Pa	mmHg
77.0	97 057	728.0	78.8	118 788	891.0
77.1	98 257	737.0	78.9	120 255	902.0
77.2	99 590	747.0	79.0	121 721	913.0
77.3	100 523	754.0	79.1	123 054	923.0
77.4	101 723	763.0	79.2	124 388	933.0
77.5	103 056	773.0	79.3	125 721	943.0
77.6	104 123	781.0	79.4	127 054	953.0
77.7	105 323	790.0	79.5	128 520	964.0
77.8	106 389	798.0	79.6	129 987	975.0
77.9	107 589	807.0	79.7	131 454	986.0
78.0	108 789	816.0	79.8	132 920	997.0
78.1	109 989	825.0	79.9	134 386	1 008.0
78.2	111 056	833.0	80.0	135 720	1 018.0
78.3	112 389	843.0	80.1	137 320	1 030.0
78.4	113 589	852.0	80.2	138 653	1 040.0
78.5	114 922	862.0	80.3	140 119	1 051.0
78.6	116 122	871.0	80.4	141 719	1 063.0
78.7	117 455	881.0	—	—	—

B.2 不同温度下对应的汞密度

不同温度下对应的汞密度见表 B.2。

表 B.2 不同温度下对应的汞密度

单位为克每立方厘米

温度/ ℃	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0	13.595 5	13.593 0	13.590 5	13.588 6	13.585 6	13.583 1	13.580 6	13.577 2	13.574 7	13.572 2
10	13.569 8	13.568 3	13.565 8	13.563 4	13.560 9	13.5584	13.556 0	13.553 5	13.551 1	13.548 6
20	13.546 1	13.543 7	13.541 2	13.538 8	13.536 3	13.533 9	13.531 4	13.529 0	13.526 5	13.524 1

前 言

本标准代替 GB/T 11847—1989《二氧化铈粉末比表面积测定 多点 BET 法》。

本标准与 GB/T 11847—1989 相比,主要变化如下:

- 增加单点 BET 法,包括单点 BET 法的原理、测试步骤、结果计算和方法精密度;
 - 设备和材料中增加了材料,液氧温度计改为液氮温度计;
 - 试样取量和除气真空度范围进行了调整;
 - 仪器常数的标定作为规范性附录 A;
 - 汞密度表及饱和蒸汽压表作为资料性附录 B;
 - 原附录 A 中仪器组装注意事项作为仪器技术参数。
- 本标准的附录 A 为规范性附录,附录 B 为资料性附录。
本标准由中国核工业集团公司提出。
本标准由全国核能标准化技术委员会归口。
本标准起草单位:中核建中核燃料元件有限公司。
本标准主要起草人:张希祥、秦志平、尤亚飞、陈琳。
本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 11847—1989。

- 4.2.2 在样品瓶上套上加热电炉,加热温度为(200~250)℃,在真空条件下除气,当真空度达到(1~5)Pa时,停止加热,冷却至室温。
- 4.2.3 用液氮温度计测量液氮温度 T_1 ,查表 B.1 得 p_0 。
- 4.2.4 将汞面升至指定标记线 9 和 0' 位置。
- 4.2.5 关闭旋塞 A、B、17,开旋塞 18 引氮气经旋塞 C 进入体积 V_1 内,当压力计汞面到 0 位置时,关旋塞 C,读出氮气的初始压力 p_1 ,记录温度 T_1 。
- 4.2.6 打开样品瓶上旋塞(A 或 B),同时将样品瓶浸泡在液氮浴中,液氮保持在样品瓶 H 位置。
- 4.2.7 样品在液氮温度下吸附平衡后,开旋塞 15,将超出压力计 0 位的汞放下至 0 位,关上旋塞 15,读出氮气的平衡压力 p_2 ,记录 T_2 。
- 4.2.8 控制 p_2/p_0 在 0.05~0.35 范围内,改变体积 V_2 ,按 4.2.7 操作,测定 3~5 个点,记录各平衡点的压力 p_2 ,及对应点温度 T_2 。
- 4.2.9 测量完成后,关闭样品瓶上旋塞(A 或 B),取下液氮浴,抽去仪器内剩余氮气,汞放回原处,仪器恢复正常,停泵。取下样品瓶清理干净,称试样质量 m ,精确到 0.1 mg。
- 4.3 单点法测试步骤
 - 4.3.1 控制 p_2/p_0 在 0.2~0.3 范围内,按 4.2.1~4.2.7 进行操作,记录 p_1 、 T_1 、 p_2 、 T_2 。
 - 4.3.2 测量完成后,关闭样品瓶上旋塞(A 或 B),取下液氮浴,抽去仪器内剩余氮气,汞放回原处,仪器恢复正常,停泵。取下样品瓶清理干净,称试样质量 m ,精确到 0.1 mg。

5 分析结果计算

5.1 多点法

- 5.1.1 按式(2)计算吸附总量(V)。
- 5.1.2 作 BET 图,按式(3)求 $V_m \cdot mp$ 。
- 5.1.3 按式(4)计算比表面积(S)。

5.2 单点法

- 5.2.1 根据式(2)计算吸附总量(V)。
- 5.2.2 按式(5)计算 $V_m \cdot sp$ 。
- 5.2.3 根据式(6)计算比表面积(S)。

6 方法精密度

当二氧化铈粉末比表面积为 2.55 m²/g 时,单点法测定二氧化铈粉末比表面积的相对标准偏差小于 7.0%;当二氧化铈粉末比表面积为 4.20 m²/g 时,多点法测定二氧化铈粉末比表面积的相对标准偏差小于 4.0%。

二氧化铈粉末比表面积测定 BET 容量法

1 范围

本标准规定了 BET 容量法(单点、多点)测定二氧化铈粉末比表面积的方法。

本标准适用于二氧化铈粉末比表面积的测定,测量范围为:(1~40)m²/g。其他粉末或多孔性物质比表面积的测定可参照使用。

2 方法原理

2.1 基本原理

放在气体体系中的样品,物质颗粒外部和内部通孔的表面在低温下将发生物理吸附。让已知量的吸附气体进入样品室中,样品吸附了气体,并因此使有限的不变容积中的气压降低,直到吸附达到平衡为止。样品吸附的气体量等于进入量管中的总气体量和吸附平衡后量管中及样品泡中剩余的气体量之差,这个量可以由气体状态方程确定。当吸附气体相对压力 p_2/p_0 在 0.05~0.35 范围时,有基于多层吸附原理的 BET 公式,见式(1):

$$\frac{p_2}{V(p_0 - p_2)} = \frac{1}{CV_m} + \frac{C-1}{CV_m} \cdot \frac{p_2}{p_0} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- p_2 ——吸附平衡时氮气压力,单位为帕(Pa);
- V —— p_2/p_0 为 0.05~0.35 时的吸附总量,单位为毫升(mL);
- p_0 ——吸附温度下氮气的饱和蒸汽压,单位为帕(Pa);
- C ——与吸附热有关的常数;
- V_m ——单分子层饱和吸附量,单位为毫升(mL)。

经测量,根据式(1)计算试样单分子层饱和吸附量,从而计算出试样的比表面积。

2.2 多点法

2.2.1 吸附总量(V)的计算。

吸附总量(V)的计算见式(2):

$$V = \frac{273.2}{1.0132 \times 10^5} \times \left(\frac{p_1 V_1}{T_1} - \frac{p_2 V_2}{T_2} - \frac{\alpha p_2 V_3}{T_s} \right) \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- p_1 ——吸附之前氮气压力,单位为帕(Pa);
- V_1 ——图 1 中 A、B、9、C 至 0 之间的体积,单位为毫升(mL);
- T_1 —— p_1 时室温,单位为开(K);
- V_2 ——图 1 中 H、A、B、9、C 至 0 之间的体积,单位为毫升(mL);
- T_2 ——吸附平衡时的温度,单位为开(K);
- α ——氮气在液氮温度下不理想行为的修正系数;
- V_3 ——样品瓶磨口 H 以下除样品以外的体积,单位为毫升(mL);
- T_s ——液氮温度,单位为开(K)。