МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТИ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ ТЕРМОДЕСОРБЦИЕЙ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2008

gost.e-ecolog.ru

УДК 543.544.54-41:006.354 Группа Л59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

Метод определения удельной поверхности хроматографических материалов термодесорбцией

ГОСТ 28794—90

Reagents. Method for the determination of specific surface of chromatographic materials by thermal desorption

МКС 71.040.30
ОКСТУ 2609

Дата введения 01.01.92

Настоящий стандарт распространяется на непористые хроматографические материалы, а также хроматографические и другие гранулированные материалы, содержащие макро- и мезопоры, и устанавливает метод определения удельной поверхности этих материалов в диапазоне значений от 0,2 до 700 $м^2/г$ (метод сравнения).

Настоящий стандарт не распространяется на хроматографические материалы с микропористой структурой (с диаметром пор менее 5 нм).

Метод заключается в адсорбции азота или аргона поверхностями анализируемого образца и образца сравнения при температуре нормальной точки кипения азота, последующей десорбции при комнатной температуре и сравнении десорбированных масс азота или аргона.

Термины, применяемые в настоящем стандарте, и пояснения к ним приведены в приложении 1.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. При проведении анализа должны быть соблюдены требования ГОСТ 27025.

1.2. В качестве адсорбата используют азот или аргон, в качестве газа-носителя — водород или гелий.

1.3. Измеряемые поверхности пробы: наибольшая — 20 $м^2$, наименьшая — 1,5 $м^2$.

1.4. Массу анализируемого образца и образца сравнения устанавливают в зависимости от предполагаемой удельной поверхности в соответствии с таблицей.

Удельная поверхность, $м^2/г$	Масса анализируемого образца, г
От 0,2 до 1	От 8,0 до 1,5
Св. 1 » 10	Менее 1,5 » 1,0
» 10 » 100	» 1,0 » 0,2
» 100 » 700	» 0,2 » 0,02

1.5. Условия высушивания анализируемого образца должны быть указаны в нормативно-технической документации на анализируемый продукт.

1.6. При работе с газами следует соблюдать правила пожарной безопасности и правила работы с баллонами под давлением.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ

Редукционный вентиль и вентиль тонкой регулировки для азота или аргона.

Редукционный вентиль и вентиль тонкой регулировки для водорода или гелия.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1991
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2008

Цеолит типа 4А (NaA) или 5А (CaA) (молекулярное сито) с диаметром зерен от 2 до 3 мм.

Расходомер газообразного водорода или гелия и газообразного азота или аргона любого типа, позволяющий измерять расход газа от 10 до 60 $см^3$/мин.

Камера смешивающая вместимостью не более 15 $см^3$, снабженная стеклянным фильтром класса ПОР 100 по ГОСТ 25336.

U-образная трубка внутренним диаметром от 2 до 3 мм, в середине которой имеется пространство такой вместимости, чтобы над анализируемым образцом оставался свободный объем для прохождения газовой смеси.

Сосуды Дьюара вместимостью 500 $см^3$.

Детектор по теплопроводности с измерительным мостом (следует содержать при комнатной температуре).

Потенциометр КСП-4.

Расходомер пленочный вместимостью не более 10 $см^3$.

Маностат любого типа (стабилизационная колонка).

U-образная трубка с цеолитом.

Вентиль тонкой регулировки с расходомером.

Трубки соединительные внутренним диаметром от 1,0 до 2,0 мм.

Образец сравнения с известной удельной поверхностью, установленной абсолютным методом и проверяемой ежегодно. Удельная поверхность должна оставаться постоянной не менее одного года.

Адсорбат — азот газообразный высшего сорта или особой чистоты по ГОСТ 9293 или аргон высшего сорта по ГОСТ 10157.

Газ-носитель — водород технический марки А или Б по ГОСТ 3022 или гелий ос. ч.

Смесь газов, состоящая из (25 ± 5) % азота или аргона и (75 ± 5) % водорода или гелия.

Азот жидкий по ГОСТ 9293.

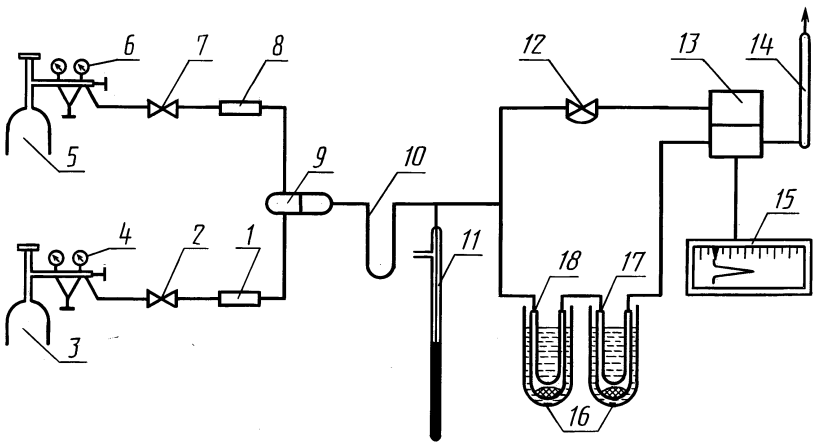
Весы лабораторные общего назначения типов ВЛР-200г и ВЛЭ-200г или ВЛКТ-500г-М.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также материалов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Собирают установку по схеме, приведенной на чертеже. Описание установки приведено в приложении 2.

Схема установки для измерения удельной поверхности



1, 8 — расходомер для водорода или гелия и азота или аргона; *2, 7* — вентиль тонкой регулировки для водорода или гелия и азота или аргона; *3, 5* — баллон под давлением с водородом или гелием и азотом или аргоном; *4, 6* — редукционный вентиль для водорода или гелия и азота или аргона; *9* — смешивающая камера со стеклянным фильтром; *10* — U-образная трубка с молекулярным ситом; *11* — маностат; *12* — вентиль тонкой регулировки с расходомером; *13* — детектор по теплопроводности; *14* — пленочный расходомер; *15* — потенциометр; *16* — сосуды Дьюара с жидким азотом; *17, 18* — U-образная трубка с анализируемым образцом и образцом сравнения

Допускается определять удельную поверхность на сорбтометре «Цвет-211», «Цвет-213» или на других приборах, позволяющих проводить определение в указанном интервале значений.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Навеску анализируемого образца и образца сравнения помещают в U-образные трубки в количествах, указанных в таблице, и высушивают. Температура высушивания должна быть указана в нормативно-технической документации на анализируемый продукт.

Анализируемый образец и образец сравнения охлаждают в течение 30 мин в эксикаторе над оксидом фосфора (IV) и снова взвешивают для определения окончательной массы навесок анализируемого образца и образца сравнения.

Результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

U-образные трубки с анализируемым образцом и образцом сравнения присоединяют с помощью резинового уплотнения, полых болтов и прижимных гаек к прибору (как показано на чертеже).

Устанавливают скорость потоков водорода или гелия 30—40 $см^3$/мин, азота или аргона 10—11 $см^3$/мин, готовой смеси газов (55 ± 5) $см^3$/мин. Включают детектор по теплопроводности и потенциометр. После стабилизации условий измерений (потока и состава смеси, температуры детектора и т. д.), о чем свидетельствует установка пера потенциометра в нулевом положении, U-образную трубку с анализируемым образцом погружают в сосуд Дьюара с жидким азотом. Во избежание подсоса воздуха через выходную линию газа U-образные трубки следует погружать в жидкий азот с такой скоростью, чтобы пленка в пленочном расходомере двигалась только вверх. Азот или аргон адсорбируется на поверхности анализируемого образца. Снижение концентрации адсорбата в измерительной системе относительно концентрации в сравнительной системе регистрируется потенциометром как адсорбционный пик. После установления адсорбционного равновесия таким же способом адсорбируется азот или аргон на поверхности образца сравнения.

4.2. Десорбцию азота или аргона с поверхностей образцов проводят после удаления сосудов Дьюара с жидким азотом в последовательности, обратной проведению адсорбции. Вначале дают десорбироваться азоту или аргону с поверхности образца сравнения, расположенного ближе к детектору. После записи десорбционного пика и установления пера потенциометра в нулевое положение дают десорбироваться азоту или аргону с поверхности анализируемого образца и записывают десорбционный пик азота или аргона анализируемого образца.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Удельную поверхность анализируемого образца (S) в квадратных метрах на грамм образца вычисляют по формуле

$$S = \frac{S_1 \cdot m_1 \cdot W}{m \cdot W_1},$$

где S_1 — удельная поверхность образца сравнения, $м^2$/г;

m — масса анализируемого образца, г;

m_1 — масса образца сравнения, г;

W — площадь десорбционного пика анализируемого образца, $м^2$;

W_1 — площадь десорбционного пика образца сравнения, $м^2$.

5.2. Площади пиков десорбции измеряют одним из следующих методов:

методом электронного интегрирования;

измерением высоты пика и умножением ее на ширину пика, измеренную на половине его высоты;

методом планиметрирования.

5.3. За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, относительное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 20 % для материалов с удельной поверхностью от 0,2 до 10 $м^2$/г и 10 % для материалов с удельной поверхностью от 10 $м^2$/г и выше.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ± 10 % для материалов с удельной поверхностью от 0,2 до 10 $м^2$/г и ± 5 % для материалов с удельной поверхностью от 10 $м^2$/г и выше при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Справочное

ТЕРМИНЫ, ПРИМЕНЯЕМЫЕ В НАСТОЯЩЕМ СТАНДАРТЕ, И ИХ ПОЯСНЕНИЯ

1. Удельная поверхность твердого вещества — поверхность твердого вещества, включающая кроме внешней геометрической поверхности также поверхность открытых пор твердого вещества, отнесенная к единице его массы.

2. Метод термодесорбции — метод, основанный на физической адсорбции газа поверхностями анализируемого образца и образца сравнения хроматографического материала при температуре нормальной точки кипения адсорбата (температуре адсорбции) и десорбции адсорбированного газа при нагревании их до комнатной температуры.

3. Сорбируемый газ (адсорбат) — газ, применяемый при измерении удельной поверхности твердого вещества методом адсорбции на его поверхности и последующей десорбции.

4. Газ-носитель — газ, не адсорбирующийся при температуре адсорбции, применяемый в проточной аппаратуре.

5. Образец сравнения — образец с известной удельной поверхностью и близкий анализируемому образцу по химическому составу, удельной поверхности и распределению пор.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

ОПИСАНИЕ УСТАНОВКИ ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТИ

Водород или гелий и азот, или аргон поступают из баллонов под давлением *3* и *5*, через редукционные вентили *4* и *6*, вентили тонкой регулировки *2* и *7* и расходомеры *1* и *8* в смешивающую камеру со стеклянным фильтром *9*. Приготовленная таким непрерывным методом смесь или газообразная смесь, приготовленная предварительно, поступает в U-образную трубку *10* с молекулярным ситом и в маностат *11*. За ним поток смеси газов разветвляется: одна половина потока протекает по сравнительной системе длиной около 70 см через вентиль тонкой регулировки *12* с расходомером в сравнительную ячейку детектора по теплопроводности *13*, другая — протекает по измерительной системе длиной около 100 см, включающей U-образные трубки *18* с анализируемым образцом и *17* — с образцом сравнения, в измерительную ячейку детектора по теплопроводности *13*. Разделение потока смеси газов на две половины регулируется вентилем тонкой регулировки *12* с расходомером и контролируется пленочным расходомером *14* в конце всей системы.

Разность концентраций смеси газов в измерительной системе, вызванная адсорбцией или десорбцией адсорбата, и смеси исходного состава, проходящей по сравнительной системе, генерирует положительный или отрицательный сигнал детектора, который регистрируется потенциометром *15*.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. ВНЕСЕН Министерством химической и нефтеперерабатывающей промышленности СССР

2. Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 18.12.90 № 3180 стандарт Совета Экономической Взаимопомощи СТ СЭВ 6762—89 «Реактивы. Метод определения удельной поверхности хроматографических материалов термодесорбцией» введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта СССР с 01.01.92

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 3022—80	Разд. 2
ГОСТ 9293—74	Разд. 2
ГОСТ 10157—79	Разд. 2
ГОСТ 25336—82	Разд. 2
ГОСТ 27025—86	1.1

5. ПЕРЕИЗДАНИЕ. Май 2008 г.

gost.e-ecolog.ru