

---

---

**Определение удельной площади  
поверхности дисперсных и пористых  
материалов методом газовой  
адсорбции. Метод Брунауэра, Эммета  
и Теллера (BET метод)**

*Determination of the specific surface area of solids by gas adsorption —  
BET method*

iTeh STANDARDS PREVIEW  
(standards.itech.ai)

ISO 9277:2010

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/a9e85971-925e-4862-ac89-eae67f9e75b6/iso-9277-2010>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R  
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер  
ISO 9277:2010(R)

**Отказ от ответственности при работе в PDF**

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на установку интегрированных шрифтов в компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe – торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованным для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 9277:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a9e85971-925e-4862-ac89-eae67f9e75b6/iso-9277-2010>



**ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ**

© ISO 2010

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Опубликовано в Швейцарии

## Содержание

Страница

Предисловие .....	iv
1 Область применения .....	1
2 Нормативные ссылки .....	1
3 Термины и определения .....	1
4 Обозначения и сокращенные термины.....	4
5 Сущность метода.....	5
6 Проведение анализа .....	6
6.1 Подготовка проб .....	6
6.2 Условия проведения анализа .....	9
6.3 Методы измерения для оценки количества адсорбированного газа .....	9
7 Оценка данных адсорбции .....	12
7.1 Общие положения .....	12
7.2 Многоточечное определение .....	13
7.3 Одноточечное определение .....	14
8 Протокол испытания.....	15
9 Применение стандартных образцов.....	15
Приложение А (информативное) Площади поперечного сечения некоторых часто используемых адсорбционных газов .....	16
Приложение В (информативное) Аттестованные стандартные образцы для метода ВЕТ.....	17
Приложение С (информативное) Площадь поверхности микропористых материалов .....	19
Библиография.....	23

## Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные правительственные и неправительственные организации, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. ISO работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, установленными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Основная задача технических комитетов состоит в подготовке международных стандартов. Проекты международных стандартов, одобренные техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения, по меньшей мере, 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы данной части ISO 16065 могут быть объектом патентных прав. Организация ISO не должна нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

ISO 9277 был подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 24, *Определение характеристик частиц, включая ситовый анализ*, Подкомитетом SC 4, *Определение характеристик частиц*.

Настоящее второе издание отменяет и заменяет первое издание (ISO 9277:1995) после технического пересмотра.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a9e85971-925e-4862-ac89-eae67f9e75b6/iso-9277-2010>

# Определение удельной площади поверхности дисперсных и пористых материалов методом газовой адсорбции. Метод Брунауэра, Эммета и Теллера (ВЕТ метод)

## 1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает определение общей (см. Примечание) удельной наружной и внутренней поверхности дисперсий (например, нано-порошков) или пористых твердых веществ путем измерения количества физически адсорбированного газа в соответствии с методом Брунауэра, Эммета и Теллера (Brunauer, Emmett and Teller (BET)) (см. Ссылку [1]). В стандарте учтены рекомендации Международного Союза по теоретической и прикладной химии (the International Union for Pure and Applied Chemistry (IUPAC)) от 1984 г. и 1994 г. (см. Ссылки [7][8]).

**ПРИМЕЧАНИЕ** Для твердых веществ с химически неоднородной поверхностью, например, катализаторы-носители металлов, метод ВЕТ дает общую площадь поверхности, тогда как площадь поверхности металлической части можно измерить методами хемисорбции.

Метод ВЕТ применим только к изотермам адсорбции типа II (дисперсии, непористые или макропористые твердые вещества) и типа IV (мезопористые вещества, с диаметром пор от 2 нм до 50 нм). Недоступные поры не учитываются. Метод ВЕТ нельзя применять к твердым веществам, которые абсорбируют измерительный газ.

Стратегия определения удельной площади поверхности микропористых материалов (изотермы типа I) описана в Приложении С.

## 2 Нормативные ссылки

Следующие нормативные документы являются обязательными для применения с настоящим международным стандартом. Для жестких ссылок применяются только указанное по тексту издание. Для плавающих ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 8213, *Продукты химические технические. Методы отбора проб. Сыпучие химические продукты (от порошков до крупных кусков)*

ISO 14488, *Твердые частицы. Отбор проб и деление пробы для определения характеристик материала*

## 3 Термины и определения

Применительно к данному документу используются следующие термины и определения.

### 3.1

#### **адсорбция**

#### **adsorption**

насыщение адсорбируемым газом наружной и доступной внутренней поверхностей твердого материала

[ISO 15901-2:2006<sup>[2]</sup>, 3.4]

**3.2**  
**физическая сорбция**  
**physisorption**

слабое сцепление адсорбата, обратимое при небольших изменениях давления и температуры

[ISO 15901-3:2007<sup>[3]</sup>, 3.13]

**3.3**  
**адсорбат**  
**adsorbate**  
адсорбированный газ

[ISO 15901-2:2006<sup>[2]</sup>, 3.1]

**3.4**  
**адсорбционный (газ)**  
**adsorptive**  
газ или пар, который подается для адсорбции

[ISO 15901-2:2006<sup>[2]</sup>, 3.5]

**3.5**  
**адсорбент**  
**adsorbent**  
твердый материал, на котором происходит адсорбция

[ISO 15901-2:2006<sup>[2]</sup>, 3.3]

**3.6**  
**изотерма**  
**isotherm**  
зависимость между количеством адсорбированного газа и равновесным давлением газа при постоянной температуре

[ISO 15901-2:2006<sup>[2]</sup>, 3.10]

**3.7**  
**адсорбированный объем**  
**volume adsorbed**  
объемный эквивалент адсорбированного количества, выраженный в пересчете газ в стандартных условиях температуры и давления (STP)

[ISO 15901-2:2006<sup>[2]</sup>, 3.22]

**3.8**  
**адсорбированное количество**  
**adsorbed amount**  
количество газа, адсорбированного при заданном давлении и температуре

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Адсорбированное количество выражают в молях.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Заимствовано из ISO 15901-3:2007<sup>[3]</sup>, 3.6.

**3.9**  
**величина монослоя**  
**monolayer amount**  
количество молей адсорбата, которое образует мономолекулярный слой на поверхности адсорбента

[ISO 15901-3:2006<sup>[3]</sup>, 3.8]

### 3.10

#### **площадь поверхности** **surface area**

размер площади доступной поверхности, определенный данным методом в установленных условиях

[ISO 15901-1:2006<sup>[1]</sup>, 3.25]

ПРИМЕЧАНИЕ Применительно к данному международному стандарту эта площадь включает наружную поверхность пористого материала плюс внутреннюю поверхность доступных макро-, мезо- и микропор.

### 3.11

#### **удельная площадь поверхности** **specific surface area**

абсолютная площадь поверхности пробы, деленная на массу пробы

### 3.12

#### **площадь поперечного сечения молекулы** **molecular cross-sectional area**

площадь молекулы адсорбата, т.е. площадь, которую занимает молекула адсорбата в полном монослое

### 3.13

#### **макропора** **macropore**

пора, ширина которой больше примерно 50 нм

ПРИМЕЧАНИЕ Заимствовано из ISO 15901-3:2007<sup>[3]</sup>, 3.10.

### 3.14

#### **мезопора** **mesopore**

пора, ширина которой попадает в интервал приблизительно от 2 нм до 50 нм

[ISO 15901-3:2007<sup>[3]</sup>, 3.11]

### 3.15

#### **микропора** **micropore**

пора, ширина которой составляет примерно 2 нм и меньше

ПРИМЕЧАНИЕ Заимствовано из ISO 15901-3:2007<sup>[3]</sup>, 3.12.

### 3.16

#### **относительное давление** **relative pressure**

отношение равновесного адсорбционного давления,  $p$ , к давлению насыщенного пара,  $p_0$ , при температуре анализа

[ISO 15901-3:2007<sup>[3]</sup>, 3.15]

### 3.17

#### **равновесное адсорбционное давление** **equilibrium adsorption pressure**

давление адсорбционного газа, находящегося в равновесии с адсорбатом

[ISO 15901-2:2006<sup>[2]</sup>, 3.7]

3.18

давление насыщенного пара  
saturation vapour pressure

давление пара объема сжиженного адсорбционного газа при температуре адсорбции

[ISO 15901-2:2006<sup>[2]</sup>, 3.20]

3.19

свободное пространство  
пространство над материалом  
незанятое пространство  
незанятый объем

free space  
head space  
dead space  
dead volume

объем емкости с пробой, не занятый этой пробой

4 Обозначения и сокращенные термины

В Таблице 1 представлены обозначения, используемые в настоящем международном стандарте, наряду с их обычными единицами измерения в системе СИ. Для сравнения даются также обозначения по IUPAC (см. Ссылки [7][8]), которые могут отличаться от обозначений, обычно используемых в международных стандартах. Все удельные величины отнесены к массе пробы в граммах.

Таблица 1 — Обозначение

Обозначение по IUPAC	Величина	Единица измерения
$a_m$	площадь поперечного сечения молекулы	нм <sup>2</sup>
$a_s$	удельная площадь поверхности	м <sup>2</sup> г <sup>-1</sup>
$C$	параметр ВЕТ	1 <sup>a</sup>
$L$	постоянная Авогадро (= 6,022 × 10 <sup>23</sup> )	моль <sup>-1</sup>
$m$	масса пробы (материала)	г
$m_a$	удельная адсорбированная масса	1 <sup>a</sup>
$n_a$	удельное адсорбированное количество	моль г <sup>-1</sup>
$n_m$	удельное количество адсорбата в монослое	моль г <sup>-1</sup>
$n_{m,mp}$	удельное количество адсорбата в монослое из многоточечного измерения	моль г <sup>-1</sup>
$n_{m,sp}$	удельное количество адсорбата в монослое из одноточечного измерения	моль г <sup>-1</sup>
$p$	давление адсорбционного газа в равновесии с адсорбатом	Па
$p_0$	давление насыщенного адсорбционного газа	Па
$p/p_0$	Относительное давление адсорбционного пара	1 <sup>a</sup>
$R$	молярная газовая постоянная (= 8,314)	Дж моль <sup>-1</sup> К <sup>-1</sup>
$r_s$	радиус одинаковых сферических монопор	нм
$t$	время	мин
$T$	температура	К
$V_a$	удельный объем адсорбированного газа	см <sup>3</sup> г <sup>-1</sup>
$V_{p,micro}$	удельный объем микропоры	см <sup>3</sup> г <sup>-1</sup>
$\rho$	(массовая) плотность	г см <sup>-3</sup>
$u_c$	Объединенная стандартная неопределенность для аттестованной удельной площади поверхности стандартного образца ВЕТ	м <sup>2</sup> г <sup>-1</sup>
$k$	Коэффициент охвата для объединенной стандартной неопределенности	1 <sup>a</sup>
$U$	Расширенная неопределенность (= $k u_c$ ) для аттестованной удельной площади поверхности стандартного образца	м <sup>2</sup> г <sup>-1</sup>

<sup>a</sup> В соответствии с ISO 80000-1:2009<sup>[4]</sup>, 3.8, ПРИМЕЧАНИЕ 3, единица для любой величины одной размерности (в настоящее время обычно называемой "безразмерной") является одной единицей, обозначаемой 1.

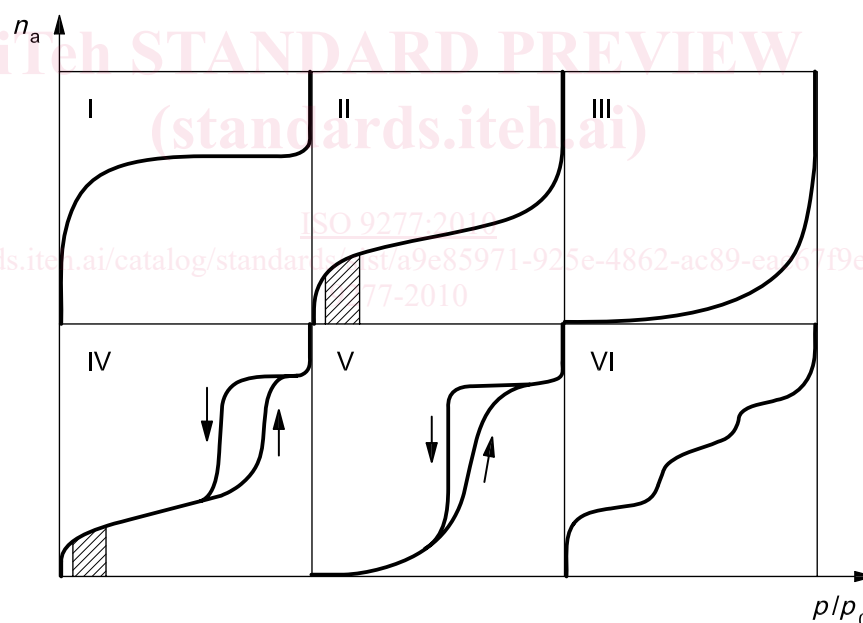


## 5 Сущность метода

Метод BET применим только к изотермам адсорбции типа II (дисперсионные, непористые или макропористые материалы) и типа IV (мезопористые сыпучие материалы, размер пор от 2 нм до 50 нм) (см. Рисунок 1). Недоступные поры не обнаруживаются. Методом BET невозможно получить надежных результатов на сыпучих материалах, которые абсорбируют измерительный газ. Стратегия в отношении измерения удельной площади поверхности микропористых материалов (изотермы типа I) описана в Приложении С.

Установленный метод включает определение количества адсорбата или адсорбционного газа, требующегося для покрытия внешней поверхности и доступных внутренних поверхностей пор сыпучего материала (см. Рисунок 2) полным монослоем адсорбата. Такое количество в монослое можно вычислить по изотерме адсорбции по формуле BET [см. Формулу(1)]. Можно использовать любой газ, при условии его физической адсорбции со слабым сцеплением на поверхности твердых частиц (силы Ван дер Вааля), и легкой десорбции при понижении давления при неизменной температуре.

Азот при температуре его кипения (примерно 77,3 К) обычно является наиболее подходящим адсорбционным газом. Зачастую аргон при температуре жидкого аргона (т.е. 87,27 К) является хорошим альтернативным адсорбционным газом для измерения удельной площади поверхности (особенно в случае поверхностей графитированного углерода и гидроксильированных оксидов, см. Таблицу А.1, сноска а), потому что это химически инертный моноатомный газ с симметричной конфигурацией электронной оболочки, отличающейся от азота, хотя поляризуемость аргона и азота практически одинакова.



### Обозначение

$n_a$  удельное адсорбированное количество

$p/p_0$  относительное давление

**Рисунок 1 — Классификация изотерм адсорбции по IUPAC (типичный диапазон BET указан для типов II и IV штриховкой)**



**Рисунок 2 — Схематическое изображение поперечного сечения частицы с поверхностью, обнаруженной методом адсорбции показанной пунктирной линией**

Если чувствительность прибора при использовании азота недостаточна для небольших удельных площадей поверхности порядка  $1 \text{ м}^2 \text{ г}^{-1}$  или ниже, то для анализа удельной площади поверхности рекомендуется применение адсорбции криптона при температуре жидкого азота. Как следствие низкого  $p_0$  порядка 0,35 кПа для криптона при температуре 77,3 К, поправка на “незанятое пространство” (см. 3.19) для неадсорбированного газа значительно уменьшается (до 1/300-ой) по сравнению с условиями адсорбции азота при той же самой температуре, и становится возможным волюметрическое измерение низкого поглощения адсорбционного газа с приемлемой точностью. Хотя при температуре 77,3 К криптон находится на 38,5 К ниже своей температуры тройной точки, существует некоторое подтверждение методом микрокалориметрии и нейтронной дифракции, что область ВЕТ адсорбата может легко прийти к близкое к жидкости состояние, и, следовательно, для построения графика ВЕТ рекомендуется как эффективное  $p_0$  использовать значение сверхохлажденной жидкости.

Результаты измерений с различными адсорбционными газами могут отличаться один от другого за счет разных площадей (поперечного сечения) молекул, различной степени доступности пор и разных температур измерения. Кроме того, хорошо известно из концепций фрактального анализа (Ссылка [8]), что экспериментальные результаты для величин длины и площади в случае комплексных структур неправильной формы, таких как структуры, обнаруженные в большинстве пористых и высокодисперсионных объектов, не являются абсолютными, а зависят от шкалы измерения, т.е. используемого the “базы измерения”. Это означает, что меньшая площадь доступна для молекул адсорбата большего размера.

Адсорбционный газ подают в контейнер с пробой, поддерживаемый при постоянной температуре. Адсорбированное количество измеряют в равновесии с давлением адсорбционного газа  $p$  и наносят на график против относительного давления,  $p/p_0$ , чтобы получить изотерму адсорбции. Изотермы адсорбции можно получить посредством волюметрических, гравиметрических, калориметрических или спектроскопических измерений или методом использования газа-носителя в непрерывном или периодическом процессе (см. 6.3).

## 6 Проведение анализа

### 6.1 Подготовка проб

Отбор проб должен осуществляться в соответствии с ISO 8213 и ISO 14488. Перед определением изотермы адсорбции удаляют физически адсорбированный материал с поверхности пробы с помощью дегазации, избегая необратимых изменений поверхности. Необходимо подтвердить максимальную температуру, при которой проба не подвергается влиянию термогравиметрического анализа (см. Рисунок 3), спектроскопическими методами или исследованиями с использованием различных условий

дегазации в отношении температуры и времени. Если используется разреженная атмосфера, обычно достаточно проводить дегазацию при остаточном давлении приблизительно 1 Па или выше. Дегазацию пробы можно также выполнить при повышенной температуре с продуванием инертного газа (например, гелия). Дегазация завершается, когда достигается устойчивое значение остаточного давления газа  $p$ , неизменный состав или неизменная масса пробы.

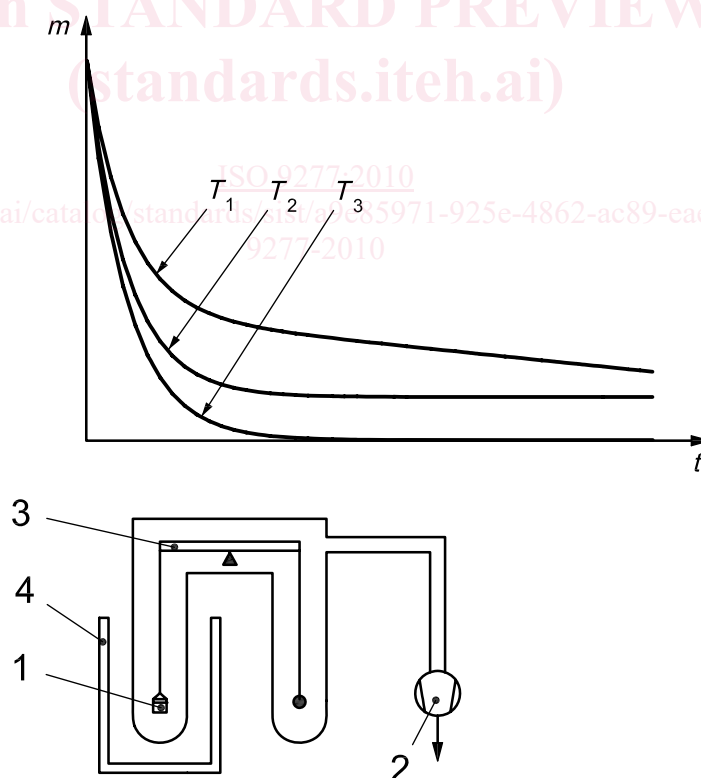
Используя вакуумную технику изолируют нагретый контейнер с пробой от насоса и ловушки (в момент времени  $t_a$  на Рисунке 4). Если давление близко к постоянному в течение от 15 мин до 30 мин, дегазация завершена. Почти неизменное давление также подтверждает отсутствие утечек. Удельную площадь поверхности следует отнести к массе дегазированной пробы.

После дегазации контейнер с пробой охлаждают до температуры измерения. Следует отметить, что при низких давлениях газа, температура пробы требует некоторого времени на достижения равновесия за счет пониженной теплопроводности внутри ячейки с пробой.

Для чувствительных проб рекомендуется нагревание при контролируемом давлении (см. Рисунок 5). Эта процедура заключается в изменении скорости нагрева в зависимости от давления газа, выделяющегося из пористого материала в процессе дегазации в условиях разрежения. Когда фиксированный предел давления,  $p_L$  (обычно в районе от 7 Па до 10 Па), превышает за счет десорбированного с поверхности пробы материала, увеличение температуры прекращается, температура сохраняется постоянной, пока давление не упадет ниже предельного. В этой точке система продолжает повышать температуру. Эта процедура, в частности, подходит для того, чтобы избежать структурных изменений в микропористых материалах, когда быстрое нагревание может повредить хрупкие структуры за счет энергичного выделения пара. Кроме того, этот метод очень безопасен в свете предотвращения отставания, когда водяные или другие пары выделяются из пор очень тонких порошков.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

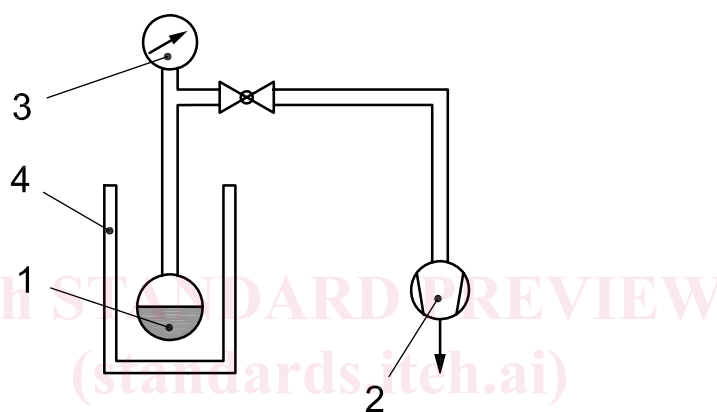
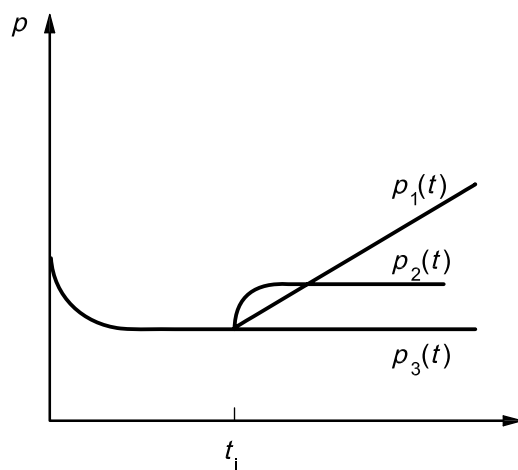
ISO 9277:2010  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/9277-2010>



#### Обозначение

$m$	масса пробы	1	проба
$t$	время дегазации	2	система генерирования вакуума
$T_1$	температура слишком низкая: длительное время дегазации	3	весы
$T_2$	оптимальная температура	4	печь
$T_3$	температура слишком высокая: выделение газа за счет разложения пробы		

Рисунок 3 — Термогравиметрический контроль дегазации



**Обозначение**

$p$  давление

$t_i$  время изолирования пробы

$p_1(t)$  дегазация завершена, аппарат герметичен

$p_2(t)$  неполная дегазация

$p_3(t)$  утечка

1 проба

2 система генерирования вакуума

3 манометр

4 печь

**Рисунок 4 — Контроль давления в процессе дегазации**