

[文章编号] 1001-7356(2000)01-0062-04

62-05 气体吸附法测定坡缕石的比表面积

张茂林¹, 徐伟昌²

(1. 淮北煤炭师范学院, 安徽 淮北 235000; 2. 中南工学院, 湖南 衡阳 421001)

[摘要] 坡缕石(P)是一种含水镁铝硅酸盐矿物,具有层链状的晶体结构。本文采用气体吸附法测定了安徽嘉山地区坡缕石的比表面积,结果证明,坡缕石具有较大的比表面积,其数值在 $130\text{m}^2/\text{g}$ 左右,为凹凸棒粘土的开发应用研究提供了十分有用的参数。

[关键词] 坡缕石; 气体吸附; 比表面积

[中图分类号] O647.3, P578.94

[文献标识码] A

1 前言

人们在生产和科研的实践中,逐渐认识到固体表面积的大小,关系到其吸附能力的大小,决定着它们被实际应用效果的好坏。根据不同的使用目的,所需要的表面积大小是不同的。固体表面积随着固体重量和孔隙大小而异,实际应用中,常用比表面积(即单位重量的表面积值)来衡量固体表面积大小。由于比表面积大小与固体的吸附能力有很大关系,所以测定固体的比表面积,可以作为固体物质的一个重要性能指标。测定比表面积最有效的方法,就是通过测定固体表面上所吸附的气体量(即气体的体积)来计算比表面积。测定固体表面吸附气体的量的方法,经典的是静态法,这种方法是在真空系统中进行的,设备复杂,接触大量汞,测定时间长,操作较难,1958年由尼尔森与爱格特森提出了用连续流动法及热导检测器测定吸附量,从而算出固体的比表面积^①。本文采用尼尔森—爱格特森连续流动法测定凹凸棒粘土中主要矿物坡缕石的比表面积,结果满意。

2 测定原理^[1,2]

固体内部各点的力场为各个方向的作用力所平衡,固体表面与固体内部则不同,有剩余的表面自由力场,因此当气体分子与固体表面接触时,便为表面所吸附。通过吸附气体的方法测定比表面积是基于 BET 的多层吸附原理,在液氮的温度下待测固体对 N_2 发生多层吸附,并且其吸附量与 N_2 的相对分压有关。1938年,勃劳那、艾梅和泰勒 3 人推导了一个多分子气体吸附的公式,其首先假设:(1)固体表面上吸附开始时即形成多分子层;(2)吸附平衡是动态平衡;(3)第二层以后的吸附热就等于气体液化热。这就是 BET 理论,它的公式为:

$$\frac{P_{\text{N}_2}}{V_d(P_S - P_{\text{N}_2})} = \frac{1}{V_m \cdot C} + \frac{C-1}{V_m \cdot C} \cdot \frac{P_{\text{N}_2}}{P_S}$$

[收稿日期] 1999-08-30

[作者简介] 张茂林(1967-),男,安徽巢湖人,讲师,主要从事无机化学及无机材料研究。

①北京分析仪器厂,ST-03A型比表面积与孔径测定仪使用说明书,1981。

式中:

P_{N_2} —— N_2 的分压;

P_s ——在测定温度下 N_2 的饱和蒸气压;

V_d —— N_2 被吸附的总体积;

V_m ——在样品上形成单分子层时的饱和吸附量;

C ——与吸附有关的常数。

选择相对压力 P_{N_2}/P_s 在 0.05 ~ 0.35 范围, 实验测得与各相对压力 P_{N_2}/P_s 相对应的吸附量 V_d 后, 根据 BET 公式, 以 $P_{N_2}/P_s/[V_d(1-P_{N_2}/P_s)]$ 为纵坐标, P_{N_2}/P_s 为横坐标作图, 则 BET 公式就为一直线, 其斜率 a 、截距 b 分别为:

$$a = (C - 1)/(V_m \cdot C)$$

$$b = 1/(V_m \cdot C)$$

由 a 、 b 可求得单分子层饱和吸附量 V_m :

$$V_m = 1/(a + b)$$

由 V_m , 根据每一个被吸附的分子在吸附表面上所占有的面积, 就可算出克固体样品的表面积, 即比表面积 $S = (K \cdot V_m)/W$ 。

式中常数 K 是与吸附质有关的系数, 当吸附质为 N_2 时, $K = 4.36 \text{ m}^2/\text{ml}$ 。

3 实验部分

3.1 仪器与材料

ST-03A 型比表面积与孔径测定仪(北京分析仪器厂); 氮气; 氢气; 液氮; 坡缕石样品(由嘉山凹凸棒粘土提纯得到)。

3.2 实验操作及实验条件^[3]

由于本文只需测定坡缕石样品的比表面积, 故简单地采用尼尔森——爱格特森的连续流动法。实验前, 将被测坡缕石样品在 200°C 并且通入 N_2 下, 进行活化预处理 2 小时; 实验时, 将冷阱接头(3)与(2)之间连好, 六通阀于脱附位置即可, 当冷阱浸入液氮保温瓶后, 调节 N_2 和混合气(N_2 和 H_2) 的流速, 调好各气体流速后, 通以混合气, 将样品管浸入液氮保温瓶, 此时记录器出现一吸附峰, 待记录器回到基线, 表示已达到吸附平衡, 然后再稍等数分钟(本实验共用时 7 分钟, 其它样品所需时间由实验决定), 便可取下样品管的液氮保温瓶, 迅速用自来水浸泡样品管, 记录器开始记录脱附峰, 以脱附峰面积作为计算数据, 峰面积的计算采用峰高乘以半高宽法。得到峰面积 A_d 后, 按下式算出吸附量 V_d :

$$V_d = K \cdot R_t \cdot A_d$$

式中: K ——为仪器常数($\text{min}/\text{mv} \cdot \text{s}$)

R_t ——混合气流速(ml/min)

A_d ——转换为衰减为 1 时的峰面积($\text{mv} \cdot \text{s}$)

实验条件为: 室温为 298.65K ; 衰减为 2 档; $P = 1.007 \times 10^5 \text{ Pa}$; $P_s = 1.179 \times 10^5 \text{ Pa}$; 桥流为 150mv ; 纸速为 $3600\text{mm}/\text{h}$; $K = 5.9066 \times 10^5 \text{ min}/\text{mv} \cdot \text{s}$ 。

4 结果与讨论

按照上述的测定方法对嘉山地区坡缕石样品进行测试,结果如表 1。

表 1 嘉山地区坡缕石样品连续流动法测试数据表

样品	R_{N_2} (ml/min)	R_1 (ml/min)	Ad (mv·s)	Vd (ml)	P_N/P_S	$P_N/P_S/[Vd(1-P_N/P_S)]$
GSGJ(-200 目,0.1234g)	17.49	64.07	119.5	4.5211	0.2333	0.0673
	14.22	60.80	117.7	4.2281	0.1999	0.0591
	9.09	55.67	116.0	3.8143	0.1396	0.0425
	5.08	51.66	109.3	3.3361	0.0841	0.0275
	4.27	50.85	103.1	3.0956	0.0718	0.0250
GSG(-200 目,0.0780g)	4.23	50.81	626	1.8727	0.0712	0.0409
	4.96	51.54	634	1.9301	0.0823	0.0465
	8.89	55.49	649	2.1271	0.1369	0.0746
	12.63	59.21	664	2.3222	0.1823	0.0960
	16.00	62.58	674	2.4913	0.2185	0.1122
GSHJ(-200 目,0.1599g)	5.02	51.60	1591	4.8491	0.0832	0.0187
	6.57	53.15	1603	5.0261	0.1057	0.0235
	8.30	54.88	1611	5.2221	0.1293	0.0285
	11.43	58.01	1616	5.5371	0.1684	0.0366
	12.03	59.21	1619	5.6621	0.1823	0.0394
JXOJ(-200 目,0.0797g)	15.83	62.41	768	2.8311	0.2168	0.0978
	12.90	59.48	761	2.6747	0.1854	0.0851
	9.34	55.92	755	2.4927	0.1428	0.0669
	6.97	53.55	743	2.3491	0.1113	0.0533
	5.15	51.75	735	2.2456	0.0854	0.0416
MGOJ(-200 目,0.0570g)	5.26	51.84	500	1.5310	0.0867	0.0630
	6.88	53.46	507	1.6009	0.1100	0.0772
	8.42	55.00	515	1.6730	0.1309	0.0900
	10.43	57.01	523	1.7611	0.1564	0.1053
	11.88	58.46	526	1.8128	0.1737	0.1160

根据表 1 数据,得到各研究样品的 BET 方程及比表面积值如表 2。

从表 2 可以看到,嘉山地区坡缕石具有较大的比表面积,其值在 $130\text{m}^2/\text{g}$ 左右,这为开发应用凹凸棒粘土作为吸附剂和脱色剂提供了重要的物化参数。

表 2 嘉山地区坡缕石样品的 BET 方程及比表面积

样品	BET 方程	V_n (ml)	比表面积 S (m^2/g)
GSGJ	$0.2657P_N/P_S + 5.5532 \times 10^{-3}$	3.6862	130.24
GSG	$0.4867P_N/P_S + 0.7539 \times 10^{-3}$	2.0264	113.27
GSHJ	$P_N/P_S/[V_n(1-P_N/P_S)] = 0.2089P_N/P_S + 1.3960 \times 10^{-3}$	4.7556	129.67
JXOJ	$0.4277P_N/P_S + 5.4969 \times 10^{-3}$	2.3085	126.29
MGOJ	$0.6175P_N/P_S + 8.8681 \times 10^{-3}$	1.5964	122.11

利用该方法测定坡缕石样品的比表面积,其测定值与有关文献报导值基本一致,方法简单可靠。但在测定前要对坡缕石样品于 200℃ 下通入 N_2 进行预活化处理 2 小时,以便驱除尽坡缕石晶体孔道中的沸石水,确保测定值接近于真实值。

[参考文献]

- [1] 严继民,张启元,高敬琮. 吸附与凝聚[M]. 北京:科学出版社,1986.
- [2] 傅献彩,陈瑞华. 物理化学(下)[M]. 北京:高等教育出版社,1989.
- [3] 张茂林. 嘉山凹凸棒粘土矿物学特征、物化性能和应用研究[D]. 临川:华东地质学院,1997.

DETERMINATION OF SPECIFIC SURFACE AREA OF PALYGORSKITE BY GAS ADSORPTIVE METHOD

ZHANG Mao-lin¹, XU Wei-chang²

(1. Huaibei Teachers' College of Coal Industry, Huaibei 235000, China; 2. Central - South China Engineering Institute, Hengyang 421001, China)

Abstract: Palygorskite is a magnesium - aluminum hydrosilicate displaying layer - chain - like crystal structure. Gas adsorptive method has been employed to determine the specific surface area of the palygorskite from the Jiashan area of Anhui Province. The result shows that the palygorskite has a relatively large specific surface area around $130\text{m}^2/\text{g}$. This parameter is very valuable for the development and application study of the polygorskite.

Keywords: polygorskite; gas adsorption; specific surface area

欢迎交换

愿能保持长期联系
