

## $\gamma$ ·Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 磁粉比表面积测定

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了磁记录用  $\gamma$ ·Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 磁粉比表面积的测定方法。

本标准适用于磁记录用  $\gamma$ ·Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 磁粉比表面积的测定，也适用于改性  $\gamma$ ·Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 磁粉比表面积的测定。

### 2 引用标准

GB 4962 氢气使用安全技术规程

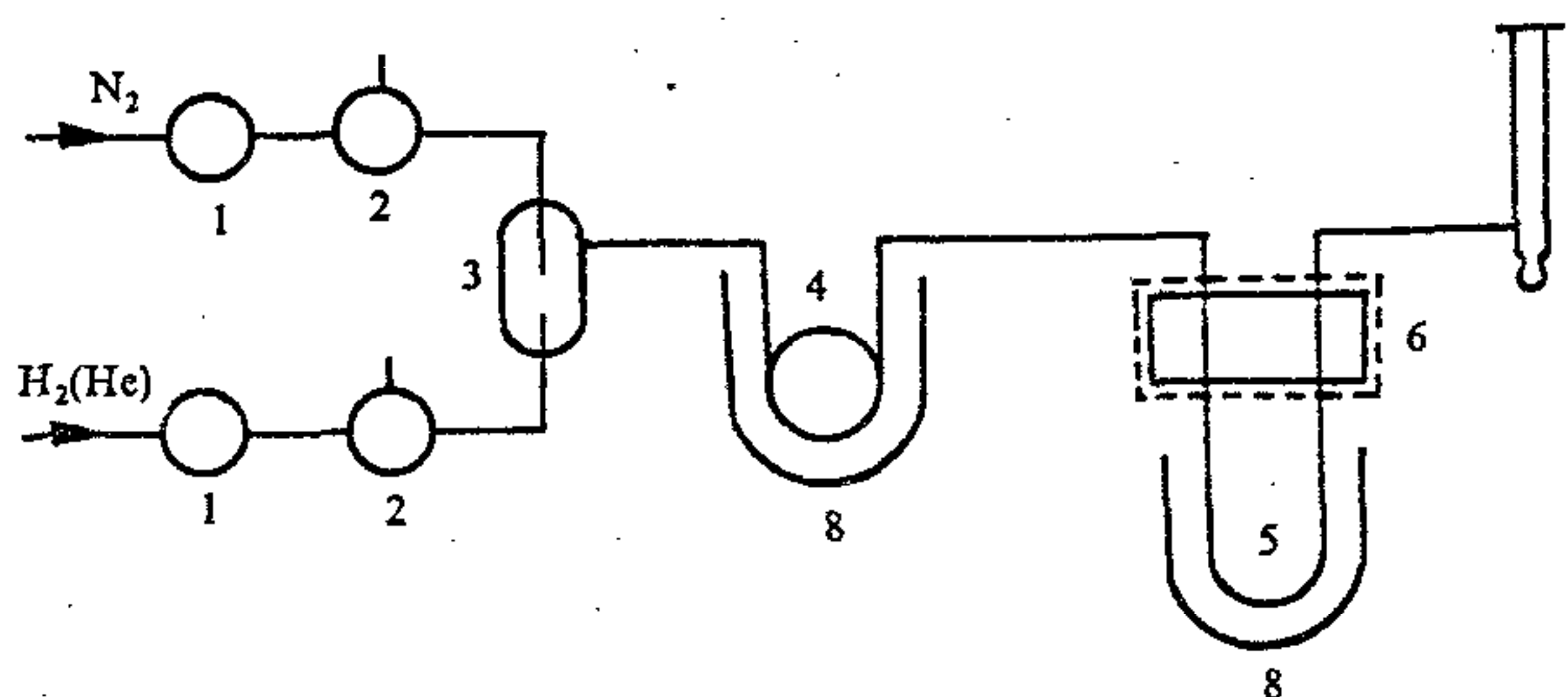
GB 6679 固体化工产品采样通则

### 3 方法提要

本方法是基于 BET 气体多层吸附原理，采用流动气相色谱法，使氮气分子吸附于  $\gamma$ ·Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 磁粉粒子的表面。实验测得符合 BET 线性关系的几个点，应用 BET 公式，从被吸附的氮气的量即可计算出  $\gamma$ ·Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 磁粉的比表面积。

### 4 仪器

测定比表面积气路示意图如下：



1—稳压阀； 2—三通阀； 3—混合器； 4—冷阱； 5—样品管；  
6—热导检测器； 7—皂沫流量计； 8—杜瓦瓶

适用于本方法的仪器应符合下列要求：

#### 4.1 稳压阀

在实验操作中，经稳压阀的气体流量波动不大于 1%。

#### 4.2 热导检测器

##### 4.2.1 基线稳定性

以氦气或氢气为载气，桥路电流在 200 mA，在不衰减的情况下，经 30 min 后基线漂移不大于 0.1 mV，噪声不大于 0.05 mV。

#### 4.2.2 保温层

热导检测器应用石棉层保温。

#### 4.3 积分仪

积分仪精度为  $10 \mu\text{V} \cdot \text{s}$ 。

#### 4.4 天平

感量为 1 mg 的分析天平。

### 5 试剂和材料

5.1 载气：氦气 (He) 或氢气 ( $\text{H}_2$ )，纯度不低于 99.9%。

吸附气：氮气 ( $\text{N}_2$ )，纯度不低于 99.9%。

5.2 液氮：温度在  $-197 \sim -194^\circ\text{C}$  之间。

### 6 测量条件

6.1 液氮饱和蒸气压通过测量液氮温度而得，温度测量精确到  $0.1^\circ\text{C}$ 。

6.2 氮气平衡压力与氮气的饱和蒸气压之比 ( $p_{\text{N}_2}/p_s$ ) 在 0.05~0.3 的范围内方适合 BET 方程，实验点必须在此范围内。

6.3 在每个相对压力下吸附时，样品到液氮液面的距离大于 5 cm。

6.4 脱附时用室温水控制脱附速度，样品到水面的距离大于 5 cm。

6.5 仪器常数  $K$  值测定条件与实验条件必须保持一致。

6.6 测定时桥路电流控制在 140 mA。

6.7 在整个测试过程中，冷阱管都要浸在液氮里。

6.8 仪器使用环境按仪器使用说明书执行。

6.9 氢气使用符合 GB 4962 中的规定。

### 7 试样

#### 7.1 采样

采样应符合 GB 6679 的规定。

#### 7.2 试样处理

取通过 160  $\mu\text{m}$  试样筛的  $\gamma \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$  磁粉 0.2~0.5 g，然后用一小漏斗装入干净的已知质量的样品管中，样品管的任何截面都不要装满。在  $120 \pm 5^\circ\text{C}$  温度下处理 2 h，移入干燥器内，待冷却至室温后，用天平称量，至恒重，精确到 0.001 g，计算出  $\gamma \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$  磁粉的质量，然后在样品管两端塞上少许玻璃棉，通入氮气，在  $120 \pm 5^\circ\text{C}$  温度下再处理 1 h。

### 8 测定

#### 8.1 仪器的准备

将装有经 7.2 处理过的试样的样品管接入气路，开启  $\text{N}_2$  和  $\text{H}_2$  (He)，并调节流速至选定值，开启仪器，调节至基线稳定。

#### 8.2 吸附

调节  $p_{\text{N}_2}/p_s$  为所需值，将盛有液氮的杜瓦瓶套在样品管上，这时记录仪上出现一吸附峰。记录笔回到基线位置后，吸附达到平衡。

#### 8.3 脱附

取下液氮杜瓦瓶，迅速套上盛有室温水烧杯，记录仪上便出现一脱附峰，以脱附峰面积作为计算的依据。

相对压力  $p_{N_2}/p_s$  在 0.05~0.3 的范围内，选择 4 个以上的点进行吸附、脱附实验，由积分仪读出脱附峰面积，且每点平行做两次，求平均值。

#### 8.4 吸附量的测定

吸附量的测定分为外标法和仪器常数法两种。

##### 8.4.1 仪器常数法

在仪器的电路条件保持不变的情况下，峰面积与其相对应的气体体积以及载气流速之间存在一个常数关系，其计算公式为 (1)：

$$K = \frac{\alpha V_s}{A_s R_c} \cdot \frac{273 p_0}{101 T} \dots\dots\dots (1)$$

式中：K——仪器常数，min/μV·s；

α——氮气在混合气体中的分压与大气压之比；

$V_s$ ——样品管的容积，mL；

$A_s$ ——与样品管的容积  $V_s$  相对应的峰面积，μV·s；

$R_c$ ——载气流速，mL/min；

$p_0$ ——实验条件下的大气压，kPa；

$T$ ——实验条件下的室温，K。

采用三支容积不同的样品管，分别求其 K 值，然后以 K 的平均值做为该仪器的仪器常数值，吸附量按式 (2) 计算：

$$V_a = K R_t A_a \dots\dots\dots (2)$$

式中： $V_a$ ——标准状态下的吸附量，mL；

$R_t$ ——总流速，mL/min；

$A_a$ ——脱附峰面积，μV·s。

##### 8.4.2 外标法

外标法是在上述方法测得样品的脱附峰值后，再进行一次已知容积的纯氮，这时记录仪上出现的峰值为标准峰，吸附量  $V_a$  按式 (3) 计算：

$$V_a = \frac{V_s}{A_s} \times A_a \times \frac{273 p_0}{101 T} \dots\dots\dots (3)$$

式中： $V_a$ ——标准状态的吸附量，mL；

$V_s$ ——已知容积的纯氮量，mL；

$A_s$ ——与  $V_s$  相对应的纯氮的峰面积，μV·s；

$A_a$ ——脱附峰面积，μV·s；

$p_0$ ——实验条件下的大气压，kPa；

$T$ ——实验条件下的室温，K。

## 9 比表面积的计算

### 9.1 氮气单分子层饱和吸附量的计算

BET 公式为：

$$\frac{p_{N_2}/p_s}{V_a(1-p_{N_2}/p_s)} = \frac{1}{V_m \cdot C} + \frac{C-1}{V_m \cdot C} \times \frac{p_{N_2}}{p_s} \dots\dots\dots (4)$$

式中:  $p_{N_2}$ ——氮气的平衡压力,  $p_a$ ;

$p_s$ ——氮气的饱和蒸气压力,  $p_a$ ;

$V_a$ ——标准状态下氮气吸附量, mL;

$V_m$ ——单分子层氮气的饱和吸附量, mL;

$C$ ——BET 方程式的常数。

以  $\frac{P_{N_2}/P_s}{V_a(1-P_{N_2}/P_s)}$  对  $P_{N_2}/P_s$  作图, 得到一条直线, 其斜率  $a = \frac{C-1}{V_m \cdot C}$ ; 截距  $b = \frac{1}{V_m \cdot C}$ 。

由斜率和截距按式 (5) 可求得氮气单分子层的饱和吸附量  $V_m$ :

$$V_m = \frac{1}{a+b} \dots\dots\dots (5)$$

## 9.2 计算 $\gamma \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ 磁粉的比表面积

以氮气单分子层的饱和吸附量  $V_m$  按式 (6) 计算  $\gamma \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$  磁粉比表面积:

$$S_a = 4.36V_m/m \dots\dots\dots (6)$$

式中:  $S_a$ ——比表面积,  $\text{m}^2/\text{g}$ ;

$m$ ——样品的质量, g;

4.36——标准状态下 1 mL 氮气铺成单分子层所占的面积,  $\text{m}^2/\text{mL}$ 。

## 10 精密度

本方法的精密度 5% 以内。

## 11 报告

实验报告中应包括:

- 样品名称及重量;
- 分析日期;
- 实验温度;
- 实验室大气压力;
- 液氮的饱和蒸气压;
- 分析结果 (取 3 位有效数字)。

## 附录 A

单点法测量  $\gamma \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$  磁粉比表面积

(参考件)

在  $\gamma \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$  磁粉生产中, 为了达到控制质量的目的, 可以采用单点法测量  $\gamma \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$  磁粉比表面积。

对于  $\gamma \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$  磁粉样品来说, BET 直线截距很小, 将其忽略, 则只需测量一个点即可测得  $\gamma \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$  磁粉的比表面积。

$p_{\text{N}_2} / p_s$  在 0.2~0.3 之间取一点, 进行吸附、脱附实验, 读出脱附峰面积以求得  $V_a$ 。

单点法测比表面积 BET 公式简化为:

$$\frac{p_{\text{N}_2} / p_s}{V_a (1 - p_{\text{N}_2} / p_s)} = \frac{C - 1}{V_m \cdot C} \times \frac{p_{\text{N}_2}}{p_s}$$

$$V_m = 1/a = V_a (1 - p_{\text{N}_2} / p_s)$$

即可由此求得  $\gamma \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$  磁粉的比表面积。

用单点法测  $\gamma \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$  磁粉比表面积与多点法比较, 相差在 5% 以内。

## 附录 B

铁黄 ( $\text{FeOOH}$ ) 比表面积的测定

(参考件)

铁黄 ( $\text{FeOOH}$ ) 比表面积测量方法与  $\gamma \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$  磁粉比表面积的测量方法相同, 只需将 7.2 样品处理温度由 120℃ 改为 105℃。

## 附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部科技司提出。

本标准由化学工业部第一胶片厂起草并归口。

本标准主要起草人苏光如、肖振龙。