

DIN 66136-1

ICS 17.040.20; 19.120

**Bestimmung des Dispersionsgrades von Metallen durch
Chemisorption –
Teil 1: Grundlagen**

Determination of the dispersion degree of metals using gas chemisorption –
Part 1: Principles

Détermination du degré de dispersion par chemisorption –
Partie 1: Principes

Gesamtumfang 12 Seiten

Normenausschuss Bauwesen (NABau) im DIN

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung	3
1 Anwendungsbereich	3
2 Begriffe und Formelzeichen	3
2.1 Begriffe.....	3
2.2 Formelzeichen	4
3 Verfahren	4
3.1 Allgemeines	4
3.2 Auswahl des Verfahrens	5
3.3 Wahl des Adsorptivs.....	5
4 Probenpräparation	6
4.1 Probenauswahl.....	6
4.2 Probenmasse.....	6
4.3 Probenform.....	6
4.4 Einbau der Probe	6
4.5 Probenvorbehandlung.....	7
5 Messung	7
6 Auswertung	8
6.1 Berechnung der spezifischen Metalloberfläche S_{Me}	8
6.2 Berechnung der Metalldispersität	9
6.3 Berechnung der mittleren Kristallitgröße.....	9
7 Analysenbericht	9
Anhang A (informativ) Probleme der Verfahren bei der Anwendung auf andere Metalle	11
A.1 Allgemeines	11
A.2 Wasserstoff.....	11
A.3 Sauerstoff.....	11
A.4 Kohlenmonoxid	11
A.5 Wasserstoff-Sauerstoff-Titration	11
Literaturhinweise	12
 Tabellen	
Tabelle 1 — Formelzeichen und Einheiten	4
Tabelle 2 — Für die Berechnungen empfohlene Stöchiometriefaktoren	8
Tabelle 3 — Für die Berechnungen empfohlene Werte für den Oberflächenbedarf a der Metallatome	9

Vorwort

Diese Norm wurde vom Normenausschuss Bauwesen (NABau) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V. im Arbeitsausschuss 11.42.08 „Partikelmessstechnik, Oberflächenmessverfahren“ erarbeitet.

DIN 66136 *Bestimmung des Dispersionsgrades von Metallen durch Chemisorption* besteht aus:

- Teil 1: Grundlagen
- Volumetrisches Verfahren (in Vorbereitung)
- Strömungsverfahren (in Vorbereitung)
- Gravimetrisches Verfahren (in Vorbereitung)

Einleitung

In dieser Norm wird das Prinzip erläutert, die volumetrischen Verfahren und die Strömungsverfahren zur Ermittlung der chemisorbierten Gasmenge werden in den folgenden Teilen (Normen sind in Vorbereitung) festgelegt. Detaillierte Messempfehlungen zur Bestimmung der spezifischen Oberfläche von Nickel, Palladium, Platin und Kupfer sowohl mit Chemisorptionsverfahren als auch mit Verfahren, die auf einer Oberflächenreaktion oder Titration beruhen, sind in den Anhängen von Teil 2 und Teil 3 zu finden. Der informative Anhang A in dieser Norm enthält Anmerkungen zur Übertragung des beschriebenen Verfahrens auf weitere Metalle der VIII. und I. Nebengruppe des Periodensystems gemacht. Ebenso sind Empfehlungen für den Einsatz der geeignetsten Gase und Verfahrensvarianten für eine gegebene Metall/Träger-Kombination enthalten.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm gilt für die Bestimmung des Dispersionsgrades bzw. der spezifischen Metalloberfläche oder mittleren Kristallitgröße mit Hilfe der Chemisorption. Die Verfahren, die in dieser Norm vorgestellt werden, sind insbesondere für geträgerte Monometallkatalysatoren, bei denen sich die Metalloberfläche von der Gesamtoberfläche unterscheidet, aber auch für andere Metallkatalysatoren, wie Raney-Katalysatoren geeignet.

Diese Norm gibt eine Übersicht über die Verfahren, beschreibt die Grundlage, die Probenvorbereitung und die Auswertung.

2 Begriffe und Formelzeichen

2.1 Begriffe

Für die Anwendung dieser Norm gelten die folgenden Begriffe.

2.1.1

Metalldispersität

D

das Verhältnis der Anzahl exponierter, der Chemisorption zugänglicher Metallatome zur Gesamtzahl der Metallatome

2.1.2

spezifische Metalloberfläche S_{Me}

Metalloberfläche, die auf 1 Gramm Probe bezogen wird

2.1.3

stöchiometrischer Faktor der Chemisorption x

Zahl der je Oberflächen-Metallatom chemisorbierten Adsorbatmoleküle bzw. -atome

2.2 Formelzeichen

Für die Anwendung dieser Norm gelten die in Tabelle 1 angegebenen Formelzeichen.

Tabelle 1 — Formelzeichen und Einheiten

Formelzeichen n	Benennung	Einheit
a	Platzbedarf eines Metallatoms	nm^2
D	Metalldispersität	1
d_{Me}	Mittlere Kristallitgröße	nm
M	Molmasse des Metalls	g/mol
n_m	Monoschichtkapazität	mol/g
N_A	Avogadro-Konstante $6,022 \cdot 10^{23}$	mol^{-1}
ρ_{Me}	Dichte des Metalls	g/cm^3
S_{Me}	Spezifische Metalloberfläche	m^2/g
W	Metallanteil im Katalysator	1
x	Stöchiometrischer Faktor der Chemisorption	

3 Verfahren**3.1 Allgemeines**

Zu den Laborverfahren zur Bestimmung der spezifischen Metalloberfläche gehört die Chemisorption, mit der die Größe der Metalloberfläche, die für die Adsorptivmoleküle zugänglich ist, bestimmt wird. Die Auswahl der Adsorptive hängt von der Art und Einsatzweise des Katalysators ab, der untersucht werden soll.

Die Chemisorptionsverfahren basieren auf der Bestimmung der Menge des Adsorbats (z. B. Kohlenmonoxid, Sauerstoff, Wasserstoff), die notwendig ist, um die Metalloberfläche mit einer monomolekularen chemisorbierten Schicht zu bedecken. Die Versuchsdurchführung soll dabei so erfolgen, dass die Ausbildung einer mehrlagigen Adsorptionsschicht unterdrückt und eine Diffusion des adsorbierten Gases in das Metallvolumen vermieden wird, keine Adsorption am Trägermaterial stattfindet und keine Probenveränderung, z. B. durch Sinterung erfolgt. Durch geeignete Wahl des Adsorptivs und der experimentellen Bedingungen (z. B. Adsorptionstemperatur und Vorbehandlungsbedingungen) wird sichergestellt, dass das adsorbierte Gas irreversibel an die Metallatome der Oberfläche gebunden wird. Dabei wird die Adsorption üblicherweise bei Temperaturen in der Nähe der Raumtemperatur durchgeführt, weil unter diesen Bedingungen die Adsorption am Träger und die Multischichtadsorption minimiert sind. Dennoch können auch im Zusammenhang mit der