

DIN 66136-2

ICS 17.040.20; 19.120

**Bestimmung des Dispersionsgrades von Metallen durch
Chemisorption –
Teil 2: Volumetrisches Verfahren**

Determination of the degree of dispersion of metals using chemisorption –
Part 2: Volumetric method

Détermination du degré de dispersion par chemisorption –
Partie 2: Méthode volumétrique

Gesamtumfang 14 Seiten

Normenausschuss Bauwesen (NABau) im DIN

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	3
2 Normative Verweisungen	3
3 Formelzeichen	3
4 Volumetrisches Verfahren	4
4.1 Kurzbeschreibung	4
4.2 Apparatur	4
4.3 Kalibrierung des Gasdosiertvolumens	6
4.4 Prüfmessungen	6
4.5 Totvolumenbestimmung	7
4.6 Berechnungen	7
4.6.1 Allgemeines	7
4.6.2 Bestimmung des Monoschichtvolumens	7
4.6.3 Weiterführende Berechnungen	10
5 Analysenbericht	10
Anhang A (informativ) Verfahren zur Bestimmung der spezifischen Metalloberfläche von geträgerten Metallkatalysatoren (Beispiele)	11
A.1 Allgemeines	11
A.2 Bestimmung der spezifischen Metalloberfläche von Platin mit Wasserstoff	11
A.3 Bestimmung der spezifischen Metalloberfläche von Palladium mit Wasserstoff	11
A.4 Bestimmung der spezifischen Metalloberfläche von Nickel mit Wasserstoff	12
A.5 Bestimmung der spezifischen Metalloberfläche von Platin mittels Wasserstoff-Sauerstoff-Titration	12
A.6 Bestimmung der spezifischen Metalloberfläche von Palladium mittels Wasserstoff-Sauerstoff-Titration	13
A.7 Bestimmung der spezifischen Metalloberfläche von Platin oder Palladium mit Kohlenmonoxid	14
 Bilder	
Bild 1 — Typische Apparatur für das volumetrische Verfahren	5
Bild 2 — Typische Adsorptionsisotherme für Wasserstoff auf Pt	8
Bild 3 — Typische linearisierte Darstellung der Adsorption als Funktion des Drucks bei nicht dissoziativer Chemisorption	9
Bild 4 — Typische linearisierte Darstellung der Adsorption als Funktion des Drucks bei dissoziativer Chemisorption	10

Vorwort

Diese Norm wurde vom Normenausschuss Bauwesen im DIN e. V. im Arbeitsausschuss NA 005-11-43 AA „Partikelmess technik, Oberflächenmessverfahren“ auf der Grundlage der Britischen Norm BS 4359-4:1995 *Determination of the specific surface area of powders — Methods of determination of metal surface area using gas adsorption techniques* erarbeitet.

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

- Teil 1: Grundlagen
- Teil 2: Volumetrisches Verfahren
- Teil 3: Strömungsverfahren
- Teil 4: Gravimetrisches Verfahren

1 Anwendungsbereich

Diese Norm gilt für die in DIN 66136-1 beschriebene Ermittlung der spezifischen Metalloberfläche mit Hilfe der Chemisorption. Diese Norm legt verschiedene praktische Varianten des volumetrischen Verfahrens fest zur Bestimmung der chemisorbierten Gasmenge an den Metallen Platin, Nickel und Palladium mit den Adsorptiven Wasserstoff, Sauerstoff und Kohlenmonoxid.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

DIN 66136-1, *Bestimmung des Dispersionsgrades von Metallen durch Chemisorption — Teil 1: Grundlagen*

3 Formelzeichen

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

Tabelle 1 — Formelzeichen und Einheiten

Formelzeichen	Benennung	Einheit
K	Langmuirscher Adsorptionskoeffizient	kPa^{-1}
m	Probenmasse	g
n	spezifische Adsorbatmenge	mol/g
n_m	Monoschichtkapazität	mol/g
p	Druck	kPa
p_1	Druck im Referenzvolumen vor dem Entspannen	kPa
p_2	Druck im Gesamtsystem nach dem Entspannen	kPa
p_{Di}	Druck bei der i -ten Dosierung	kPa
p_{Ei}	Gleichgewichtsdruck nach der i -ten Dosierung	kPa
p'_{Ei}	Gleichgewichtsdruck vor der i -ten Dosierung, $p_{Ei} = 0$ bei $i = 1$	kPa
p_f	Druck in Anlage nach Öffnen des Ventils	kPa
p_m	Druck im Dosierteil zu Beginn der Totvolumenmessung	kPa
R	universelle Gaskonstante (= 8 314)	$\text{J kmol}^{-1} \text{K}^{-1}$
T_m	Temperatur im Dosiervolumen	K
T_s	Temperatur in der Probenzelle	K
V_1	Referenzvolumen	cm^3
V_f	Totvolumen der Probenzelle mit Probe	cm^3
V_m	Dosiervolumen	cm^3

4 Volumetrisches Verfahren

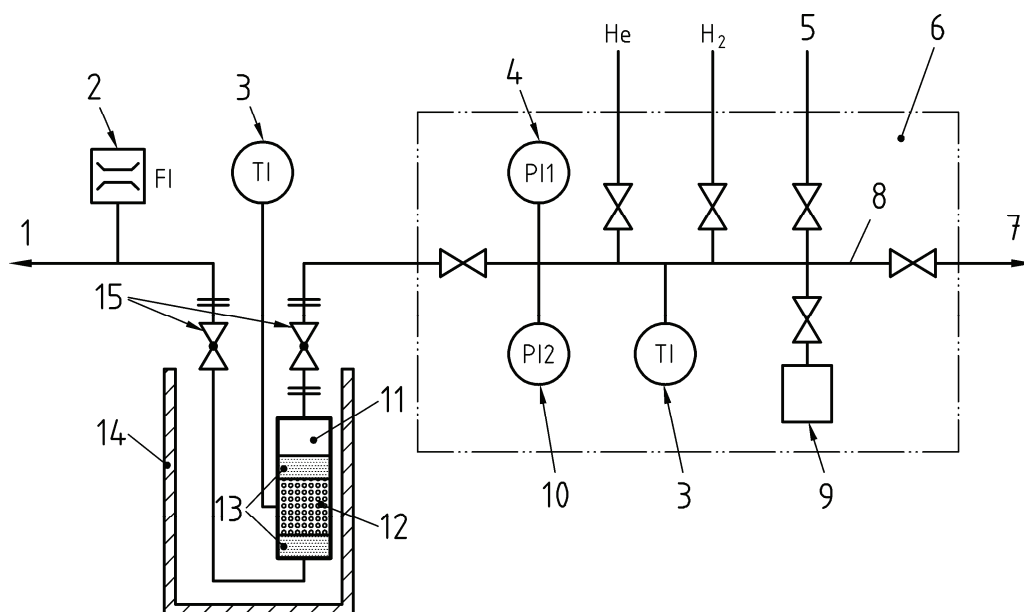
4.1 Kurzbeschreibung

Mit Hilfe des volumetrischen Messverfahrens ist eine Bestimmung der absoluten Menge an chemisorbiertem Gas bezogen auf die Probenmasse möglich. Das Adsorptiv wird dabei bei einer konstanten Temperatur T_m und einem Druck p_m vor der Zugabe zu einer vorbereiteten Probe in ein Dosiervolumen V_m eingelassen. Die Menge an chemisorbiertem Gas bei einer bekannten Temperatur T_s ergibt sich als Differenz zwischen der zur Probe zudosierten Gasmenge und der Restmenge in der Gasphase nach der Adsorption.

4.2 Apparatur

Eine typische volumetrische Messanordnung ist schematisch in Bild 1 gezeigt und besteht im Wesentlichen aus den folgenden Einheiten:

- evakuierbarer Gasdosierteil (Manifold);
- durchströmbare Probenzelle;
- Druckaufnehmer;
- Pumpsystem;
- Durchflussregler;
- Ofen.



Legende

1	Auslass	10	Vakuumsensor
2	Durchflussmesser	11	Durchflussprobenzelle
3	Temperatursensor	12	Probe
4	Drucksensor	13	Quarzwolle
5	zusätzliches Gasventil	14	Ofen
6	thermostatisierter Bereich	15	Verbindung (vakuumdicht)
7	Vakuum	He	Heliumventil
8	Manifold	H ₂	Wasserstoffventil
9	Referenzvolumen		

Bild 1 — Typische Apparatur für das volumetrische Verfahren

Der evakuierbare und thermostatisierbare Gasdosierteil besteht typischerweise aus Metall oder Glas und hat ein kalibriertes Volumen. Eine Temperaturmessvorrichtung mit einer Messunsicherheit von $\pm 0,1$ K sollte vorhanden sein.

Die durchströmbare Probenzelle ist über eine vakuumdichte, lösbare Verbindung mit dem Gasdosierteil verbunden. Die Absperr- bzw. Belüftungsventile der Apparatur erlauben eine Präparation sowohl unter Vakuum als auch im Gasstrom. Typischerweise ist die Zelle aus Borosilicatglas (für Untersuchungen bis 550 °C) oder Quarzglas (für den Einsatz bis 750 °C) aufgebaut. Die Probenzellenabsperrventile ermöglichen ein Entfernen des Probengefäßes ohne die Proben zu belüften. Eine Temperaturmessvorrichtung mit einer Messunsicherheit von $\pm 0,1$ K muss vorhanden sein.

Der volumenkonstante Drucksensor für den Bereich von 0 kPa bis 130 kPa soll im Messbereich von 0 kPa bis 70 kPa eine Auflösung besser als 0,01 kPa haben und über den vollen Messbereich eine Messunsicherheit von $< 0,1$ % des Vollausschlags aufweisen.

Das Vakuumsystem ist ausgelegt für einen Enddruck von 0,01 Pa oder weniger. Das Vakuum ist mit einer geeigneten Messröhre zu überwachen.

Ofen, für den Temperaturbereich von 30 °C bis 750 °C (regelbar auf ± 5 °C) und mit Heizraten bis zu 20 °C/min.

Durchflussmesser, typischerweise für Gasströme bis zu 50 Ncm³/min.