

DIN 66136-4

ICS 17.040.20; 19.120

**Bestimmung des Dispersionsgrades von Metallen durch
Chemisorption –****Teil 4: Statisch-gravimetrisches Verfahren**

Determination of the degree of dispersion of metals using chemisorption –
Part 4: Static-gravimetric method

Détermination du degré de dispersion des métaux par chemisorption –
Partie 4: Méthode gravimétrique statique

Gesamtumfang 16 Seiten

Normenausschuss Bauwesen (NABau) im DIN

Inhalt

	Seite
Vorwort.....	3
1 Anwendungsbereich.....	3
2 Normative Verweisungen	3
3 Formelzeichen	4
4 Statisch-gravimetrisches Verfahren	5
4.1 Messapparatur	5
4.2 Messdurchführung	5
4.2.1 Probenvorbehandlung und Bestimmung der Probenmasse.....	5
4.2.2 Chemisorptionsmessung.....	6
4.2.3 Auftriebsmessung	6
4.3 Berechnungen.....	7
4.3.1 Auftriebskorrektur	7
4.3.2 Berechnung der spezifischen Adsorbatmenge	8
4.4 Auswertung der gemessenen Isotherme	8
4.4.1 Allgemeines	8
4.4.2 Bestimmung der Monoschichtkapazität.....	8
4.4.3 Weiterführende Berechnungen	11
5 Analysenbericht	11
Anhang A (informativ) Verfahren zur Bestimmung der spezifischen Metalloberfläche von	
geträgerten Metallkatalysatoren (Beispiele)	12
A.1 Allgemeines	12
A.2 Bestimmung der spezifischen Metalloberfläche von Platin mit Wasserstoff.....	12
A.3 Bestimmung der spezifischen Metalloberfläche von Palladium mit Wasserstoff.....	12
A.4 Bestimmung der spezifischen Metalloberfläche von Nickel mit Wasserstoff.....	13
A.5 Bestimmung der spezifischen Metalloberfläche von Platin mittels	
Wasserstoff-Sauerstoff-Titration.....	13
A.6 Bestimmung der spezifischen Metalloberfläche von Palladium mittels	
Wasserstoff-Sauerstoff-Titration.....	14
A.7 Bestimmung der spezifischen Metalloberfläche von Platin oder Palladium mit	
Kohlenmonoxid.....	15
Literaturhinweise	16

Vorwort

Diese Norm wurde vom Normenausschuss Bauwesen im DIN e. V. im Arbeitsausschuss NA 005-11-43 AA „Partikelmess technik; Porositäts- und Oberflächenmessverfahren (Sp ISO/TC 24/SC 4/WG 3)“ auf der Grundlage der Britischen Norm BS 4359-4:1995 *Determination of the specific surface area of powders — Recommendations for 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: Statisch-gravimetrisches Verfahren

1 Anwendungsbereich

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

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 53803-1:1979-03, *Probenahme — Teil 1: Statistische Grundlagen der Probenahme bei einfacher Aufteilung*

DIN 66136-1:2004-03, *Bestimmung des Dispersionsgrades von Metallen durch Chemisorption — Teil 1: Grundlagen*

3 Formelzeichen

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die in Tabelle 1 angegebenen Formelzeichen.

Tabelle 1 — Formelzeichen und Einheiten

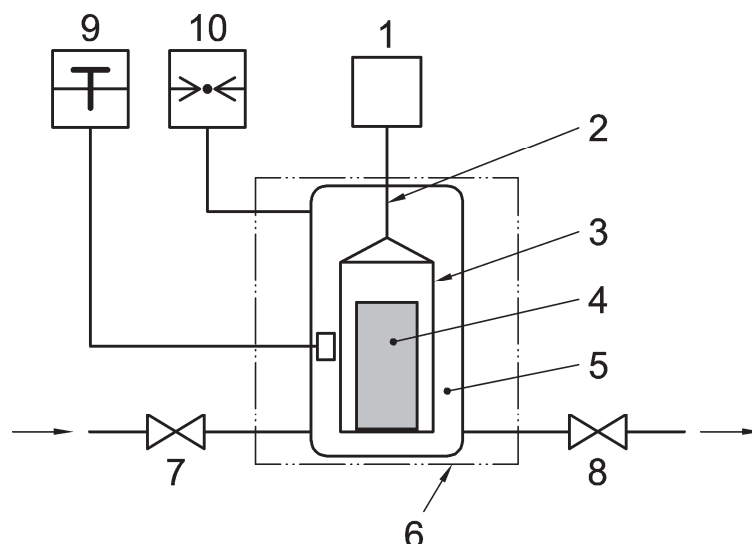
Formelzeichen	Benennung	SI-Einheit
B	1. Virialkoeffizient der Virialgleichung für den Realgasfaktor $Z(p, T)$	Pa^{-1}
C	2. Virialkoeffizient der Virialgleichung für den Realgasfaktor $Z(p, T)$	Pa^{-2}
D	Metalldispersität (siehe DIN 66136-1)	1
d_{Me}	Mittlere Kristallitgröße (siehe DIN 66136-1)	m
K	Langmuir-Konstante (Langmuirscher Adsorptionskoeffizient)	Pa^{-1}
M	Molare Masse	kg mol^{-1}
M_{a}	Molare Masse des Adsorptivs	kg mol^{-1}
m_{s}	Masse der vorbehandelten Probe	kg
$m_{\text{a}}(p_i)$	Adsorbatmasse nach dem i -ten Adsorptionsschritt	kg
n_{a}	Spezifische Adsorbatmenge	mol kg^{-1}
n_{m}	Monoschichtkapazität (Adsorbatmenge in der Monoschicht)	mol kg^{-1}
P	Gasdruck (allgemein)	Pa
p_i	Gasdruckwert beim i -ten Dosierschritt	Pa
R	Universelle Gaskonstante (8,314 3)	$\text{J K}^{-1} \text{mol}^{-1}$
$\rho(p)$	Dichte eines Gases in Abhängigkeit vom Gasdruck p	kg m^{-3}
$\rho^*(p_i)$	Dichte des Inertgases zur Auftriebsbestimmung beim Druck p_i	kg m^{-3}
$\rho(p_i)$	Dichte des Messgases beim Druck p_i	kg m^{-3}
S_{Me}	Spezifische Metalloberfläche (siehe DIN 66136-1)	$\text{m}^2 \text{kg}^{-1}$
T	Temperatur	K
V_{s}	Probenvolumen	m^3
V_{w}	Gasverdrängendes Volumen des Probengefäßes und der Waagenbauteile	m^3
$W_0(0)$	Anzeige der Mikrowaage ohne Probe im Vakuum	kg
$W(0)$	Anzeige der Mikrowaage bei eingebauter vorbehandelter Probe im Vakuum	kg
$W(p_i)$	Anzeigewert der Mikrowaage mit eingebauter vorbehandelter Probe beim Druckwert p_i des Messgases (Adsorptivs)	kg
$W^*(p_i)$	Anzeigewert der Mikrowaage mit eingebauter vorbehandelter Probe beim Inertgasdruckwert p_i zur Auftriebsbestimmung	kg
$W^*(0)$	Anzeigewert der Waage mit eingebauter Probe im Vakuum	kg
$Z(p, T)$	Realgasfaktor, auch als Kompressibilitätsfaktor bezeichnet	1

ANMERKUNG Für die Angabe von Stoffdaten und Analysenergebnissen (siehe Abschnitt 5) ist auch die Verwendung von abgeleiteten SI-Einheiten, wie z. B. g, cm^3 oder kPa, zulässig.

4 Statisch-gravimetrisches Verfahren

4.1 Messapparatur

Das Messgerät (siehe Bild 1) besteht aus einer Waage, mit der die zu untersuchende Probe entweder direkt oder indirekt verbunden ist. Die Probe befindet sich in einer druckfesten, thermostatisierbaren Messkammer, in die durch ein Ventil V1 Gase eingelassen werden können. Die Messkammer kann über das Ventil V2 evakuiert werden. Der Druck und die Temperatur in der Messkammer werden mit einem Drucksensor bzw. einem Thermometer gemessen. Alle Messwerte werden registriert.



Legende

- | | | |
|-------------------------------------|---|----------------|
| 1 Mikrowaage | 6 Thermostat | 9 Thermometer |
| 2 direkte oder indirekte Verbindung | 7 Gaseinlassventil V1 | 10 Drucksensor |
| 3 Probengefäß | 8 Auslassventil V2
(Abgas oder Vakuum) | |
| 4 Probe | | |
| 5 Messkammer | | |

Bild 1 — Prinzipskizze einer gravimetrischen Versuchsanlage

4.2 Messdurchführung

4.2.1 Probenvorbehandlung und Bestimmung der Probenmasse

Die Probenmenge ist so zu wählen, dass mit der verwendeten gravimetrischen Messanlage gut mess- und reproduzierbare Ergebnisse erzielt werden können. Dazu ist die maximale Messlast der Messeinrichtung im Vakuum möglichst vollständig auszunutzen. Die Probenahme ist repräsentativ nach DIN 53803-1 durchzuführen.

Vor dem Einsetzen der zu untersuchenden Probe in die gravimetrische Messapparatur ist die Waagenanzeige $W_0(0)$ im Vakuum zu ermitteln und zu protokollieren. Dann wird die Probe eingesetzt und einer dem Messproblem angepassten In-situ-Vorbehandlung (Trocknung, Reduktion und/oder Oxidation) unterzogen. Die Probenvorbehandlung ist in der gravimetrischen Messapparatur (siehe 4.1) vorzunehmen, in der dann auch die Chemisorptionsmessung durchgeführt wird. Einzelheiten zur Probenvorbehandlung sind dem Anhang A dieser Norm zu entnehmen.