

DIN 66136-4

ICS 17.040.20; 19.120

Ersatz für
DIN 66136-4:2009-05**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 methodDétermination du degré de dispersion des métaux par chemisorption –
Partie 4: Méthode gravimétrique statique

Gesamtumfang 19 Seiten

DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau)

Inhalt

	Seite
Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Formelzeichen	5
5 Statisch-gravimetrisches Verfahren	6
5.1 Messapparatur	6
5.2 Messdurchführung	7
5.2.1 Probenvorbehandlung und Bestimmung der Probenmasse	7
5.2.2 Chemisorptionsmessung	8
5.2.3 Auftriebsmessung	8
5.3 Berechnungen	9
5.3.1 Auftriebskorrektur	9
5.3.2 Berechnung der spezifischen Sorbatmenge	9
5.4 Auswertung der gemessenen Isotherme	10
5.4.1 Allgemeines	10
5.4.2 Bestimmung der Monoschichtkapazität	10
5.5 Berechnung der spezifischen Metalloberfläche	12
5.6 Berechnung der Metalldispersität	14
5.7 Berechnung der mittleren Kristallitgröße	14
6 Analysenbericht	14
Anhang A (informativ) Angabe zur Ermittlung der Gasdichte: Auswertung mit einer Zustandsgleichung oder durch experimentelle Ermittlung (Senkkörper-Prinzip) und Angabe dieser Informationen. Verfahren zur Bestimmung der spezifischen Metalloberfläche von geträgerten Metallkatalysatoren (Beispiele)	15
A.1 Allgemeines	15
A.2 Bestimmung der spezifischen Metalloberfläche von Platin mit Wasserstoff	15
A.3 Bestimmung der spezifischen Metalloberfläche von Palladium mit Wasserstoff	15
A.4 Bestimmung der spezifischen Metalloberfläche von Nickel mit Wasserstoff	16
A.5 Bestimmung der spezifischen Metalloberfläche von Platin mittels Wasserstoff-Sauerstoff-Titration	16
A.6 Bestimmung der spezifischen Metalloberfläche von Palladium mittels Wasserstoff-Sauerstoff-Titration	17
A.7 Bestimmung der spezifischen Metalloberfläche von Platin oder Palladium mit Kohlenmonoxid	18
Literaturhinweise	19

Bilder

Bild 1 — Prinzipskizze einer gravimetrischen Messapparatur	7
Bild 2 — Typische Sorptionsisotherme für Wasserstoff auf Pt	10
Bild 3 — Typische linearisierte Darstellung der Adsorption als Funktion des Gasdrucks bei nicht-dissoziativer Chemisorption	12
Bild 4 — Typische linearisierte Darstellung der Adsorption als Funktion des Gasdrucks bei dissoziativer Chemisorption	12

Tabellen

Tabelle 1 — Formelzeichen und Einheiten	5
Tabelle 2 — Für die Berechnungen empfohlene Stöchiometriefaktoren	13
Tabelle 3 — Für die Berechnungen empfohlene Werte für den Oberflächenplatzbedarf a der Metallatome	13

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Arbeitsausschuss NA 005-11-43 AA „Partikelmesstechnik, Porositäts- und Oberflächenmessverfahren (SpA zu ISO/TC 24/SC 4/WG 3)“ im DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau) erarbeitet.

Dieses Dokument wurde auf Grundlage der britischen Norm BS 4359-4:1995-04, *Determination of the specific surface area of powders — Recommendations for methods of determination of metal surface area using gas adsorption techniques*, erarbeitet.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. DIN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

DIN 66136, *Bestimmung des Dispersionsgrades von Metallen durch Chemisorption*, besteht aus den folgenden Teilen:

- Teil 1: Grundlagen
- Teil 2: Volumetrisches Verfahren
- Teil 3: Strömungsverfahren
- Teil 4: Statisch-gravimetrisches Verfahren

Änderungen

Gegenüber DIN 66136-4:2009-05 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) technische Überarbeitung (vorrangig von Abschnitt 5);
- b) Einfügen folgender neuer Abschnitte: 5.5 *Berechnung der spezifischen Metalloberfläche*, 5.6 *Berechnung der Metalldispersität*, 5.7 *Berechnung der mittleren Kristallitgröße*;
- c) Erweiterung des Analysenberichts;
- d) Anpassung von Formelzeichen und Symbolen im gesamten Dokument;
- e) Erweiterung der Normativen Verweisungen und der Literaturhinweise;
- f) redaktionelle Überarbeitung.

Frühere Ausgaben

DIN 66136-4: 2009-05

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument 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 Sorptiven Wasserstoff, Sauerstoff und Kohlenmonoxid fest.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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).

BS 4359-4:1995-04, *Determination of the specific area of powders — Recommendations for methods of determination of metal surface area using gas adsorption techniques*

DIN 53803-1, *Probenahme; Statistische Grundlagen der Probenahme bei einfacher Aufteilung*

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

DIN EN ISO 80000-1:2013-08; *Größen und Einheiten — Teil 1: Allgemeines*

3 Begriffe

In diesem Dokument werden keine Begriffe aufgeführt.

DIN und DKE stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

— DIN-TERMinologieportal: verfügbar unter <https://www.din.de/go/din-term>

— DKE-IEV: verfügbar unter <http://www.dke.de/DKE-IEV>

4 Formelzeichen

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

Tabelle 1 — Formelzeichen und Einheiten

Formelzeichen	Benennung	SI-Einheit ^a
a	Oberflächenplatzbedarf eines Metallatoms	m ²
D	Metalldispersität (siehe DIN 66136-1)	1 ^b
d_{Me}	Mittlere Kristallitgröße (siehe DIN 66136-1)	m
f	Formfaktor zur Berechnung der mittleren Metallkristallitgröße	1 ^b
K	Langmuir-Konstante (Langmuirscher Adsorptionskoeffizient)	Pa ⁻¹
M	Molare Masse	kg mol ⁻¹
M_{a}	Molare Masse des Adsorptivs	kg mol ⁻¹
m_{F}	Feststoffmasse bzw. Probenmasse	kg

Tabelle 1 (fortgesetzt)

Formelzeichen	Benennung	SI-Einheit ^a
$m_a(p_i)$	Sorbatmasse nach dem i -ten Adsorptionsschritt	kg
$n_a(p_i)$	Spezifische Sorbatmenge nach dem i -ten Adsorptionsschritt	mol kg ⁻¹
N_A	Avogadro-Konstante $6,022\,14 \cdot 10^{23}$	mol ⁻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 46)	J K ⁻¹ mol ⁻¹
ρ_G	Dichte des Messgases	kg m ⁻³
ρ_{Me}	Dichte des Metalls	kg m ⁻³
S_{Me}	Spezifische Metalloberfläche (siehe DIN 66136-1)	m ² kg ⁻¹
T	Temperatur	K
V_s	Skelettvolumen der Probe	m ³
V_w	Volumen des Probengefäßes und der Waagenbauteile	m ³
W	Metallanteil im Katalysator (Massenanteil bezogen auf die Probenmasse)	1 ^b
W_A	Anzeige der Mikrowaage bei eingebauter Probe	kg
W_A^*	Anzeige der Mikrowaage ohne Probe	kg
x	Stöchiometriefaktor der Chemisorption	1 ^b
^a Für die Angabe von Stoffdaten und Analysenergebnissen (siehe Abschnitt 6) ist auch die Verwendung von abgeleiteten SI-Einheiten, wie z. B. g, cm ³ oder kPa, zulässig. ^b Nach DIN EN ISO 80000-1:2013-08, 3.8, Anmerkung 3, ist die Einheit für eine Größe der Dimension eins (üblicherweise als dimensionslos bezeichnet) die Einheit eins, Formelzeichen 1.		

5 Statisch-gravimetrisches Verfahren

5.1 Messapparatur

Die Messapparatur (siehe Bild 1) besteht aus einer Mikrowaage (1), an welche das Probengefäß (3) mit der zu untersuchenden Probe (4) durch eine entweder direkte oder indirekte (berührungslose) Verbindung (2) angekoppelt ist. Die Probe befindet sich in einer thermostatisierbaren Messkammer (5), in die das Messgas über den Gaseinlass (7) eingefüllt werden kann. Die Messkammer ist über einen Vakuumanschluss (8) evakuierbar. Die Temperatur und der Druck in der Messkammer werden mit entsprechenden Sensoren (Temperatursensor (9) und Drucksensor (10), siehe Bild 1), gemessen.