

DIN 66136-1

ICS 17.040.20; 19.120

Einsprüche bis 2016-07-18
Vorgesehen als Ersatz für
DIN 66136-1:2004-03

Entwurf**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

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2016-03-18 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und
Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes
besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nabau@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau), 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten
Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 14 Seiten

DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau)

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe und Formelzeichen	5
3.1 Begriffe	5
3.2 Formelzeichen	6
4 Verfahren	6
4.1 Allgemeines	6
4.2 Auswahl des Verfahrens	7
4.3 Wahl des Adsorptivs	7
5 Probenpräparation	8
5.1 Probenauswahl	8
5.2 Probenmasse	8
5.3 Probenform	8
5.4 Einbau der Probe	8
5.5 Probenvorbehandlung	9
5.5.1 Trocknung und Entfernung von Verunreinigungen	9
5.5.2 Reduktion	9
6 Messung	9
7 Auswertung	10
7.1 Berechnung der spezifischen Metalloberfläche	10
7.2 Berechnung der Metalldispersität	11
7.3 Berechnung der mittleren Kristallitgröße	11
8 Analysenbericht	12
Anhang A (informativ) Probleme der Verfahren bei der Anwendung auf andere Metalle	13
A.1 Allgemeines	13
A.2 Wasserstoff	13
A.3 Sauerstoff	13
A.4 Kohlenmonoxid	13
A.5 Wasserstoff-Sauerstoff-Titration	13
Literaturhinweise	14

Vorwort

Diese Norm 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.

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

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

Änderungen

Gegenüber DIN 66136-1:2004-03 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Aktualisierung der normativen Verweisungen;
- b) Verwendung von SI-Einheiten in den Tabellen 1 und 3;
- c) Modifizierung der Beziehung zur Abschätzung der mittleren Metallkristallitgröße;
- d) Ergänzung des Literaturverzeichnisses.

Einleitung

In dieser Norm werden die allgemeinen Prinzipien der Bestimmung des Dispersionsgrades von Metallen durch Chemisorption erläutert sowie eine Übersicht über die Verfahren gegeben. Weiterhin werden die Probenvorbereitung und die Auswertung beschrieben.

Die volumetrischen sowie die Strömungsverfahren zur Ermittlung der chemisorbierten Gasmenge und der Monoschichtkapazität sind Gegenstand der Teile 2 bis 4 der Norm.

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, werden in den Anhängen von DIN 66136-2 und DIN 66136-3 beschrieben. Der informative Anhang A in dieser Norm enthält Anmerkungen zur Übertragung des beschriebenen Verfahrens auf weitere Metalle der VIII. und I. Nebengruppe des Periodensystems. Ebenso sind Empfehlungen für den Einsatz von geeigneten Gasen und Verfahrensvarianten für eine gegebene Metall/Träger-Kombination enthalten.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm gilt für die Bestimmung des Dispersionsgrades, der spezifischen Metalloberfläche und der mittleren Kristallitgröße mit Hilfe der Chemisorption. Die Verfahren, die in dieser Norm am Beispiel von Platin, Palladium, Nickel und Kupfer beschrieben werden, sind insbesondere für geträgerte Monometallkatalysatoren, bei denen sich die Metalloberfläche von der Gesamtoberfläche unterscheidet, aber auch für andere Metallkatalysatoren, wie Raney-Katalysatoren geeignet. Hinweise zur Übertragung auf andere Metalle enthält der Anhang A.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, 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 53803-2, *Probenahme — Teil 2: Praktische Durchführung*

DIN 66136-2, *Bestimmung des Dispersionsgrades von Metallen durch Chemisorption — Teil 2: Volumetrisches Verfahren*

DIN 66136-3, *Bestimmung des Dispersionsgrades von Metallen durch Chemisorption — Teil 3: Strömungsverfahren*

DIN 66136-4, *Bestimmung des Dispersionsgrades von Metallen durch Chemisorption — Teil 4: Statisch-gravimetrisches Verfahren*

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

3 Begriffe und Formelzeichen

3.1 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1.1

Metalldispersität

D

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

3.1.2

spezifische Metalloberfläche

S_{Me}

Quotient aus Metalloberfläche und Probenmasse

3.1.3

Stöchiometriefaktor der Chemisorption

x

Zahl der je Oberflächen-Metallatom chemisorbierten Adsorptivmoleküle

3.1.4

Monoschichtkapazität

n_{m}

Quotient aus der adsorbierten Gasmenge in der Monoschicht und der Probenmasse