

DIN 66136-2



ICS 17.040.20; 19.120

Einsprüche bis 2023-01-18
Vorgesehen als Ersatz für
DIN 66136-2:2007-01

Entwurf**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

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2022-11-18 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

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

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe 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/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe 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 oder Am DIN-Platz, 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 19 Seiten

DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau)

Inhalt

	Seite
Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Formelzeichen	5
5 Volumetrisches Verfahren	6
5.1 Kurzbeschreibung	6
5.2 Messapparatur	6
5.3 Messdurchführung	8
5.3.1 Probenvorbehandlung und Bestimmung der Probenmasse	8
5.3.2 Kalibrierung des Gasdosiertvolumens	8
5.3.3 Chemisorptionsmessungen	8
5.3.4 Totvolumenbestimmung	9
5.4 Berechnungen	9
5.4.1 Allgemeines	9
5.4.2 Berechnung der spezifischen Sorbatmenge	9
5.5 Auswertung der gemessenen Isotherme	10
5.5.1 Allgemeines	10
5.5.2 Bestimmung der Monoschichtkapazität	10
5.6 Berechnung der spezifischen Metalloberfläche	12
5.7 Berechnung der Metalldispersität	13
5.8 Berechnung der mittleren Kristallitgröße	13
6 Analysenbericht	14
Anhang A (informativ) 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	17
Literaturhinweise	19

Bilder

Bild 1 — Typische Apparatur für das volumetrische Verfahren	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	11
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	12
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.

Das Dokument wurde auf 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 den folgenden Teilen:

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

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

Änderungen

Gegenüber DIN 66136-2:2007-01 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Vereinheitlichung mit anderen Teilen der DIN 66136;
- b) redaktionelle Überarbeitung.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument gilt für die in DIN 66136-1 beschriebene Bestimmung des Dispersionsgrades bzw. der spezifischen Metalloberfläche mithilfe der Chemisorption. Dieses Dokument 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 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).

DIN 53803-2, *Probenahme — Teil 2: Praktische Durchführung*

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 (ISO 80000-1:2009 + Cor 1:2011); Deutsche Fassung EN ISO 80000-1:2013*

ISO 15901-2, *Pore size distribution and porosity of solid materials by mercury porosimetry and gas adsorption — Part 2: Analysis of nanopores by gas adsorption*

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 <https://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
α	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_{F}	Feststoffmasse bzw. Probenmasse	kg
n	spezifische Adsorbatmenge	mol kg ⁻¹
N_{A}	Avogadro-Konstante $6,022\,14 \cdot 10^{23}$	mol ⁻¹

Tabelle 1 (fortgesetzt)

Formelzeichen	Benennung	SI-Einheit ^a
$n_a(p_i)$	spezifische Sorbatmenge nach dem i -ten Adsorptionsschritt	mol kg^{-1}
n_m	Monoschichtkapazität (Adsorbatmenge in der Monoschicht)	mol kg^{-1}
p	Gasdruck (allgemein)	Pa
p_1	Gasdruck im Referenzvolumen vor dem Entspannen	Pa
p_2	Gasdruck im Gesamtsystem nach dem Entspannen	Pa
p_{Di}	Gasdruckwert beim i -ten Dosierschritt	Pa
p_{Ei}	Gleichgewichtsdruck nach dem i -ten Dosierschritt	Pa
p'_{Ei}	Gleichgewichtsdruck vor dem i -ten Dosierschritt, $p_{Ei} = 0$ bei $i = 1$	Pa
p_f	Gasdruck in Anlage nach Öffnen des Ventils	Pa
p_m	Gasdruck im Dosierteil zu Beginn der Totvolumenmessung	Pa
ρ_{Me}	Dichte des Metalls	kg m^{-3}
R	universelle Gaskonstante (8,314 46)	$\text{J K}^{-1} \text{mol}^{-1}$
S_{Me}	spezifische Metalloberfläche (siehe DIN 66136-1)	$\text{m}^2 \text{kg}^{-1}$
T_m	Temperatur im Dosiervolumen	K
T_s	Temperatur in der Probenzelle	K
V_g^0	Gasvolumenstrom (unter STP-Bedingungen: 273,15 K und 101,3 kPa, siehe ISO 15901-2)	$\text{m}^3 \text{s}^{-1}$
V_1	Referenzvolumen	m^3
V_f	Totvolumen der Probenzelle mit Probe	m^3
V_m	Dosiervolumen	m^3
W	Metallanteil im Katalysator (Massenanteil bezogen auf die Probenmasse)	1^b
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 Volumetrisches Verfahren

5.1 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.

5.2 Messapparatur

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