

ELEMENTS CATALYTIQUES SURFACE SPECIFIQUE CONVENTIONNELLE (POROSIMETRE AU MERCURE)

Page 1/12

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la description d'un mode opératoire permettant la détermination de la surface spécifique conventionnelle des éléments catalytiques représentant la surface active nécessaire aux réactions d'oxydoréduction des gaz d'échappement.

2.PRINCIPE

Un liquide non mouillant (le mercure) est introduit dans les pores, supposés cylindriques, de l'élément catalytique sous l'action d'une pression.

Connaissant le volume de mercure absorbé par les pores et la pression correspondante on peut déduire, à l'aide de l'équation de WASHBURN et d'un logiciel de calcul, la surface spécifique conventionnelle par unité de masse (pour plus de détails, voir annexe 1).

3.APPAREILLAGE

3.1.ETUVE TUBULAIRE

à dessiccation sous vide comprenant :

3.1.1.FOUR

pour dessiccation sous vide primaire à 150 °C.

3.1.2.ENSEMBLE DE VERRERIE

pour four de dessiccation sous vide.

3.1.3.THERMOMETRE DE PRECISION ASPIN

sur tige de 6 mm.

3.1.4.POMPE A VIDE A PALETTES

3.2.BALANCE AU DIXIEME DE MILLIGRAMME PRES

3.3.APPAREIL DE REMPLISSAGE DE MERCURE

de CARLO ERBA "FISONS" avec pompe à vide type EDWARDS, référence E2M2 (0,02 mm Hg) (voir annexe 2).

3.4.POROSIMETRE AU MERCURE

(par exemple : type 2000 de CARLO ERBA "FISONS") (voir annexe 3), avec autoclave (voir annexe 4).

3.5.MICRO-ORDINATEUR DU TYPE PC XT

(minimum : 640 ko).

3.6.IMPRIMANTE TYPE EPSON XT800

3.7.DILATOMETRES POUR SOLIDES

(voir annexe 5).

3.8.SCIE A METAUX

4. REACTIFS

4.1. MERCURE

qualité pour analyses.

Nota : Le mercure souillé doit être recyclé par tridistillation (affinage par la société RHONE ALPES MERCURE).

4.2. TRICHLORO-1,1,1 ETHANE TECHNIQUE

4.3. GRAISSE TYPE H D'APIEZON

4.4. HUILE HAUTE PRESSION EDWARDS

référence H11002013 "5L".

5. EPROUVETTES

5.1. PRELEVEMENT

Les éprouvettes doivent être découpées au préalable suivant le plan de découpe de l'élément catalytique défini dans la méthode d'essai D19 5368.

Découper à l'aide de la scie (3.8) des morceaux parallélépipédiques d'une masse voisine de 500 mg à 2 ou 3 cm des faces d'entrée et de sortie.

5.2. PREPARATION

5.2.1. DEGAZAGE DE L'EPROUVETTE

- Placer l'éprouvette (5.1) dans un dilatomètre (3.7) et introduire l'ensemble dans l'étuve tubulaire (3.1) pendant 1 heure.
- Peser l'éprouvette, après refroidissement, à l'aide de la balance (3.2), puis la replacer dans le dilatomètre dont l'étanchéité est assurée par un léger joint de graisse (4.3).
- Raccorder le dilatomètre sur l'appareil de remplissage de mercure (3.3).

5.2.2. REMPLISSAGE DE MERCURE

(voir annexe 2).

- Placer le dilatomètre (3.7) sur son support avec l'extrémité du capillaire vers l'aiguille de l'appareil de remplissage de mercure (3.3) pour obtenir une obturation sur le joint.
- Mettre en route la pompe à vide (3.3).
- Ouvrir la soupape de fermeture du vide (P). L'aiguille du dilatomètre est alors raccordée avec le vide qui doit atteindre environ 132,2 Pa (0,02 mm Hg).

Nota : Cette opération de dégazage permet d'éliminer tout gaz étranger et traces d'eau des pores de l'éprouvette sans altération de la structure de l'élément catalytique.

- Procéder, après 15 minutes d'un bon vide, au remplissage du mercure en ouvrant la soupape reliée au réservoir de mercure (M).
- Remplir la partie calibrée du dilatomètre (3.7) jusqu'à environ 5 mm de la partie supérieure, puis fermer la soupape (M).
- Fermer ensuite la soupape de fermeture du vide (P) et ouvrir la soupape de mise à la pression atmosphérique (A) pour mettre le système à la pression atmosphérique.
- Enlever le dilatomètre (3.7) de l'appareil de remplissage du mercure et le placer à l'intérieur de l'autoclave du porosimètre (3.4) (voir annexe 4).

6. MODE OPERATOIRE

(voir annexes 3 et 4).

- S'assurer que l'autoclave est propre et y introduire le dilatomètre (3.7).
- Remplir la partie supérieure du capillaire du dilatomètre (environ 5 mm) avec de l'huile haute pression (4.4) (utiliser une seringue ou une pipette) afin d'éliminer toute trace d'air.
- Monter la tête de l'autoclave en s'assurant du blocage de l'écrou cannelé sur le corps de l'autoclave.

- Remplir l'autoclave par de l'huile haute pression (4.4) en ouvrant la valve inférieure jusqu'au trait de repère rouge et la valve supérieure jusqu'au bout (dans le sens inverse des aiguilles d'une montre).
 - Laisser les deux valves ouvertes jusqu'à ce que l'huile remplisse l'autoclave et s'écoule dans le flacon trop-plein (tuyau supérieur) sans bulle d'air.
 - Fermer les valves inférieure et supérieure en même temps.
 - Ajuster la pression maximale de 24 bar sur la jauge sécurité.
 - S'assurer que le module "Contrôle" est allumé. Sur ce panneau de contrôle (voir annexe 6), ajuster les différents paramètres :
 - Pression maximale : 1990 bar.
 - Pression décroissante : 19 bar/sec.
 - Vitesse de la pompe : 3.
 - Zéro de la pression initiale à 1 bar en utilisant le bouton "Pression zéro".
 - Zéro du volume initial en appuyant sur le bouton "Zéro automatique" et en finissant de régler avec le réglage "Zéro volume".
 - Appuyer sur le bouton-poussoir "Marche" afin de commencer le cycle.
- Lorsque la pression 2 000 bar est atteinte, le cycle d'hystérésis commence.
- A la fin du cycle, quand le système est à la pression atmosphérique, ouvrir les valves inférieure et supérieure.
 - Dévisser la tête de l'autoclave, puis la soulever et la positionner sur le côté du support.
 - Retirer le dilatomètre avec précaution.

Nota : Récupérer sous hotte le mercure dans un récipient adéquat. Rincer le dilatomètre en utilisant le trichloro-1,1,1 éthane (4.2) et le faire sécher à l'étuve (15 minutes minimum à 700 °C).