

DIN 52980**DIN**

ICS 25.220.20

**Photokatalytische Aktivität von Oberflächen –
Bestimmung der photokatalytischen Aktivität durch Abbau von
Methylenblau**

Photocatalytic activity of surfaces –

Determination of photocatalytic activity by degradation of methylene blue

Activité photocatalytique des surfaces –

Détermination de l'activité photocatalytique par dégradation du bleu de méthylène

Gesamtumfang 14 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	3
2 Begriffe	3
3 Formelzeichen und Einheiten	3
4 Kurzbeschreibung	5
5 Geräte	5
6 Kalibrierung	5
7 Prüf- und Konditionierungslösung	5
8 Probenvorbereitung	6
9 Vorbereitung der Messung	6
10 Durchführung der Messung	7
11 Auswertung der Ergebnisse	8
12 Präzision	9
13 Prüfbericht	9
Anhang A (informativ) Beispiel für eine Auswertung	10
Anhang B (informativ) Beispiele für Messapparaturen	11
Anhang C (informativ) Ergebnisse des Ringversuchs	13
Literaturhinweise	14
 Bilder	
Bild 1 — Schematische Darstellung des Verlaufs der Absorbanz-Zeit-Kurven im Dunkeln und bei Bestrahlung	7
Bild B.1 — Schematischer Aufbau einer Messapparatur mit Prüfzylinder	11
Bild B.2 — Schematischer Aufbau einer Online-Messapparatur mit Prü fzellen	12
 Tabellen	
Tabelle 1 — Formelzeichen und Einheiten	4
Tabelle A.1 — Auswertung der Messergebnisse eines Beispiels	10
Tabelle C.1 — Ergebnisse des Ringversuchs	13

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Arbeitsausschuss NA 062-02-93 AA „Photokatalyse“ des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) erarbeitet.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung der photokatalytischen Aktivität von Oberflächen mittels Abbau von Methylenblau (MB) in wässriger Lösung unter künstlicher Bestrahlung fest und charakterisiert photokatalytisch aktive Oberflächen hinsichtlich ihrer Aktivität zum Abbau gelöster organischer Moleküle unter Bestrahlung mit ultravioletttem Licht.

Dieses Dokument ist nicht geeignet zur Charakterisierung der Oberflächen hinsichtlich der photokatalytischen Aktivität im sichtbaren Licht. Eine Korrelation der photokatalytischen Aktivität hinsichtlich der Reinigung von direkter Verschmutzung, des Abbaues gasförmiger Moleküle in der Umgebungsluft oder der antimikrobiellen Wirksamkeit kann gegeben sein.

2 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

2.1

spezifische photokatalytische Aktivität

P_{MB}

Maß für den photochemischen Umsatz, angegeben in Mol je Quadratmeter und Stunde ($\text{mol}/(\text{m}^2 \text{ h})$)

2.2

Photoneneffizienz

ζ_{MB}

Maß für die Selektivität der eingestrahnten Photonen zur Methylenblau-Entfärbung, angegeben in Prozent der eingestrahnten Photonen

ANMERKUNG Es wird angenommen, dass ein Photon zur Entfärbung eines Moleküls ausreicht.

2.3

Prüflösung

wässrige Lösung von MB, die als Reaktionslösung zur Bestimmung der Photoaktivität von Oberflächen dient

2.4

Messlösung

Teilmenge der Prüflösung (2.3) mit einem Volumen $< 10 \%$ des Volumens der Prüflösung zur externen Bestimmung der Absorbanz im Photometer

3 Formelzeichen und Einheiten

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

Tabelle 1 — Formelzeichen und Einheiten

Bezeichnung	Formelzeichen	Einheit
Plancksches Wirkungsquantum ($h = 6,626 \cdot 10^{-34}$ Js)	h	Js
Lichtgeschwindigkeit ($c = 3 \cdot 10^8$ m/s)	c	m/s
Avogadro-Konstante ($N_A = 6,022 \cdot 10^{23}$ mol ⁻¹)	N_A	mol ⁻¹
relative Molmasse	M	g/mol
molarer Extinktionskoeffizient	ε	m ² /mol
Zeit	t	h
Messzeit	t_m	h
Konzentration	c	mol/l
Absorbanz	A_λ	1
Messlänge	d	mm
Volumen der Prüflösung	V	l
bestrahlte Fläche	A	m ²
Wellenlänge	λ	m
Bestrahlungsstärke	E	W/m ²
mittlere Bestrahlungsstärke	$E_{av} = \frac{\int E dt}{t_m}$	W/m ²
spezifische Abbaurrate	$R = \frac{\Delta A_\lambda \cdot V}{\Delta t \cdot \varepsilon \cdot d \cdot A}$	mol/(m ² h)
spezifische Abbaurrate mit Bestrahlung	$R_{irr} = \frac{\Delta A_{\lambda,irr} \cdot V}{\Delta t \cdot \varepsilon \cdot d \cdot A}$	mol/(m ² h)
spezifische Abbaurrate ohne Bestrahlung	$R_{dark} = \frac{\Delta A_{\lambda,dark} \cdot V}{\Delta t \cdot \varepsilon \cdot d \cdot A}$	mol/(m ² h)
spezifische photokatalytische Aktivität	$R_{MB} = R_{dark} - R_{irr}$	mol/(m ² h)
Photonenbestrahlungsstärke	$E_P = \frac{\lambda_{max} \cdot E_{av}}{h \cdot c \cdot N_A} \cdot 3600$	mol/(m ² h)
mittlere Photonenbestrahlungsstärke	$E_{P,av}$	mol/(m ² h)
Photoneneffizienz	$\zeta_{MB} = \frac{R_{MB}}{E_P} \times 100$	%

4 Kurzbeschreibung

Methylenblau wird in wässriger Lösung mit der photokatalytisch aktiven Oberfläche eines Probekörpers in Kontakt gebracht und diese durch die überstehende Lösung hindurch mit nicht photolytisch wirkender Strahlung ($320\text{ nm} < \lambda < 400\text{ nm}$) bestrahlt. Dabei wird die Lösung entfärbt. Der Farbstoffgehalt in der Lösung wird mittels UV/Vis-Spektroskopie während des Messverlaufs mehrfach bestimmt. Zur Bestimmung der scheinbaren photokatalytischen Entfärbung durch z. B. Adsorption wird eine Referenzmessung entweder mit photokatalytisch aktiver Beschichtung eines Probekörpers ohne Bestrahlung durchgeführt oder ein gleichartiger Probekörper parallel in einem zweiten Gefäß gemessen, dessen Oberfläche gegen die Bestrahlung abgeschattet ist. Aus den Messungen werden die spezifische Abbaurate und die Photoneneffizienz der Probekörper-Oberfläche berechnet.

5 Geräte

5.1 Allgemeines

Neben üblichen Laborgeräten sind die Geräte nach 5.2 bis 5.7 zu verwenden. Alle Geräte, die mit den MB-Lösungen in Berührung kommen, müssen aus Werkstoffen bestehen, die MB nur gering adsorbieren, z. B. Glas, Edelstahl, Polyethylen, Polypropylen, Polyacrylat oder bestimmte Silikone mit geringer organischer Emission. Beim Versuchsaufbau ist darauf zu achten, dass das Streulicht so gering wie möglich ist.

5.2 Messapparatur, entweder zwei Prüfcylinder, die mit Kleber auf dem Probekörper fixiert sind, oder zwei Prüfcellen, die aus je einem Gefäß bestehen und in die jeweils ein Probenhalter eingelassen ist (schematischer Aufbau von Messapparaturen, siehe Anhang B).

5.3 Glasscheibe zum Abdecken der Prüfcylinder bzw. Prüfcellen zur Vermeidung von Verdunstung, mit geringer Absorption im Spektralbereich der Lampe (5.4).

5.4 Lampe, schmalbandiger Strahler, der nur im Bereich von $320\text{ nm} \leq \lambda \leq 400\text{ nm}$ (UV-A-Spektrum) mit einer Bestrahlungsstärke $E = (10 \pm 0,5)\text{ W/m}^2$, gemessen auf dem Niveau des Probekörpers und unterhalb der Glasscheiben-Abdeckung, emittiert.

5.5 Photometer zur Messung der UV-Lampen-Bestrahlungsstärke, kalibriert auf die Lampencharakteristik.

5.6 Photometer oder **UV/Vis-Spektrometer** zur Bestimmung der MB-Konzentration, kalibriert im Messbereich $600\text{ nm} \leq \lambda \leq 700\text{ nm}$.

5.7 Küvetten mit einer Durchstrahlungslänge von 10 mm zur externen Bestimmung der MB-Konzentration.

6 Kalibrierung

Die Geräte nach 5.5 und 5.6 und verwendete Waagen sind nach den Vorschriften zur Prüfmittelüberwachung zu kalibrieren.

7 Prüf- und Konditionierungslösung

Zur Prüfung und Konditionierung sind MB-Lösungen zu verwenden. Die MB-Ausgangskonzentration c_0 für die Prüflösung muss $c_0 = (10 \pm 0,5)\text{ }\mu\text{mol/l}$ betragen. Die Konditionierungslösung ist mit einer Konzentration $c = (20 \pm 0,1)\text{ }\mu\text{mol/l}$ anzusetzen. Die Absorbanz A_λ der Lösungen ist nach Gleichung (1) zu berechnen:

$$A_\lambda = \varepsilon \cdot c \cdot d \quad (1)$$