

DIN 19279

ICS 25.220.20

Einsprüche bis 2016-12-07

Entwurf**Photokatalytische Aktivität von Oberflächen –
Bestimmung der photokatalytischen Depositionsgeschwindigkeit von
Stickstoffmonoxid an photokatalytisch aktiven Oberflächen**

Photocatalytic activity of surfaces –
Determination of the photocatalytic deposition velocity of nitrogen monoxide at
photocatalytically active surfaces

Activité photocatalytique des surfaces –
Détermination du taux de dépôt photocatalytique du monoxyde d'azote pour les surfaces
photocatalytiques

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2016-10-07 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 des 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 nmp@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 Materialprüfung (NMP), 10772 Berlin, 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 18 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Symbole und Abkürzungen	4
4 Kurzbeschreibung	5
5 Messprinzip	5
6 Geräte	5
6.1 Gasversorgung	6
6.2 Reaktorkammer	6
6.3 Lichtquelle	6
6.4 Analysator	6
7 Vorbereitung der Messung	7
8 Durchführung der Messungen	7
8.1 Bestimmung des Depositionsflusses F_d bei Variation der Eingangskonzentration	7
8.1.1 Verwendung eines Continuous Stirred Tank Reactor (CSTR)	7
8.1.2 Verwendung eines gerichteten Durchflussreaktors (GDR)	8
9 Berechnung der photokatalytischen Depositionsgeschwindigkeit v_{dpk} und des Einzelwiderstands r_c	9
10 Prüfbericht	10
Anhang A (informativ) Beispiele für praktische Ausführungen und zum theoretischen Hintergrund	11
A.1 Ausführungsbeispiel für geeignete Durchflussreaktoren	11
A.1.1 Beispiele für einen Continuous Stirred Tank Reactor (CSTR)	11
A.1.2 Beispiel für einen gerichtet durchströmten Durchflussreaktor (GDR)	11
A.2 Beispiel für den zeitlichen Verlauf des Bestimmungsverfahrens	13
A.3 Beispiel für die Auswertung	14
A.4 Theoretischer Hintergrund	15
A.4.1 Die Depositionsgeschwindigkeit	15
A.4.2 Das Geschwindigkeitsgesetz einer photokatalytischen Oberflächenreaktion	16
Literaturhinweise	18

Vorwort

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

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung der photokatalytischen Depositionsgeschwindigkeit von Stickstoffmonoxid NO an photokatalytisch aktiven Oberflächen unter künstlicher Bestrahlung fest und charakterisiert somit photokatalytische Oberflächen hinsichtlich ihrer Aktivität zum Abbau atmosphärischer Stickstoffoxide unter Beleuchtung mit elektromagnetischer Strahlung im UV/A-Bereich. Die photokatalytische Depositionsgeschwindigkeit ist eine materialimmanente Eigenschaft der getesteten Oberfläche. Aus ihr wird der photokatalytische Widerstand berechnet, der wiederum eine essentielle Größe für Ausbreitungsrechnungen darstellt. Ferner erlaubt das Verfahren den variablen Einsatz verschiedener Durchflussreaktortypen und -geometrien. Es ist weitgehend unabhängig von der Größe des Messsystems, solange die hierin beschriebenen Randbedingungen eingehalten werden.

Das Verfahren ist beschränkt auf nicht durchströmte Proben und Probenkörper. Es ist beispielsweise geeignet zur Bestimmung der photokatalytischen Depositionsgeschwindigkeit an farb- oder putzbeschichteten Oberflächen sowie Keramiken und Betone etc.

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).

CEN/TS 16599, *Photokatalyse — Bestrahlungsbedingungen zum Prüfen photokatalytischer Eigenschaften von halbleitenden Werkstoffen und die Messung dieser Bedingungen*

DIN EN ISO 4892-1, *Kunststoffe — Künstliches Bestrahlen oder Bewittern in Geräten — Teil 1: Allgemeine Anleitung*

DIN ISO 22197-1, *Hochleistungskeramik — Prüfverfahren zur Bestimmung des Luftreinigungsvermögens von halbleitenden photokatalytischen Werkstoffen — Teil 1: Entfernung von Stickstoffmonoxid*

ISO 7996, *Ambient air — Determination of the mass concentration of nitrogen oxides — Chemiluminescence method*

3 Symbole und Abkürzungen

c	Konzentration [$\mu\text{g}/\text{m}^3$]
c_{aus}	Konzentration im Ausgang des Reaktors [$\mu\text{g}/\text{m}^3$]
c_{ein}	Konzentration im Eingang des Reaktors [$\mu\text{g}/\text{m}^3$]
F	(Prüfgas-)Flussrate bzw. Volumenstrom [m^3/s]
F_{d}	Flussdichte der trockenen Deposition bzw. Depositionsflussdichte [$\mu\text{g}/(\text{m}^2\cdot\text{s})$]
K	kinetischer Parameter, [$\text{m}^3/\mu\text{g}$]
k	kinetischer Parameter, [$\mu\text{g}/(\text{m}^3\cdot\text{s})$]
k_0^{pk}	photokatalytische Geschwindigkeitskonstante nullter Ordnung [$\mu\text{g}/(\text{m}^3\cdot\text{s})$]

k_1^{pk}	photokatalytische Geschwindigkeitskonstante erster Ordnung [s^{-1}]
r	Gesamtwiderstand [s/m]
r_a	aerodynamischer (turbulenter) (Einzel)-Widerstand [s/m]
r_b	(quasi laminarer) Grenzflächenwiderstand [s/m]
r_c	photokatalytischer (Einzel)-Widerstand [s/m]
r_s	Adsorptionsoberflächen- (Einzel)-Widerstand [s/m]
r_T	Reaktionsoberflächen- (Einzel)-Widerstand [s/m]
R^{pk}	nicht-flächennormierte photokatalytische Oberflächenreaktionsgeschwindigkeit [$\mu\text{g}/(\text{m}^3 \cdot \text{s})$]
S	Fläche der Probe [m^2]
t	Reaktionszeit bzw. mittlere Verweildauer [s]
V	Reaktorvolumen [m^3]
v_d	(Gesamt)-Depositionsgeschwindigkeit [m/s]
v_{dpk}	photokatalytische Depositionsgeschwindigkeit [m/s]

4 Kurzbeschreibung

Die photokatalytische Depositionsgeschwindigkeit wird als Maß für die photokatalytische Aktivität von Oberflächen herangezogen. In einem gradientenfreien Durchflussreaktor werden die Abbauraten einer photokatalytisch aktiven Oberfläche bei unterschiedlichen NO-Eingangskonzentrationen ermittelt. Aus diesen Werten können mit Hilfe des Langmuir-Hinshelwood-Modells die photokatalytische Depositionsgeschwindigkeit bzw. der photokatalytische Einzelwiderstand berechnet werden.

5 Messprinzip

Die Messungen erfolgen in einem kontinuierlich durchströmten Reaktor. Dabei wird das Prüfgas bei gleichbleibender Flussrate und unter definierten Bedingungen bezüglich Temperatur, relativer Luftfeuchtigkeit und Bestrahlungsintensität kontinuierlich durch eine Reaktorkammer geführt, in der die zu vermessende Probe positioniert ist. Es werden die Ein- und Auslasskonzentrationen des Prüfgases bestimmt und die Veränderung berechnet. Diese Messungen werden bei verschiedenen Eingangskonzentrationen wiederholt. Durch Auswertung der Messdaten können dann über die relevante Größe k - K die photokatalytische Geschwindigkeitskonstante k_1^{pk} sowie die photokatalytische Depositionsgeschwindigkeit v_{dpk} und der Einzelwiderstand r_c berechnet werden.

6 Geräte

Die Messapparatur besteht aus einer Gasversorgung nach DIN ISO 22197-1, einer Reaktorkammer, einer UV/A-Lichtquelle nach CEN/TS 16599:2014 und einem kalibrierten NO-Analysator nach ISO 7996 oder ein Gerät mit entsprechenden Spezifikationen. Die Komponenten der Messapparatur, die mit dem Prüfgas in Kontakt kommen, müssen aus inerten, nicht-adsorbierenden und UV-Licht beständigen Materialien gefertigt sein wie zum Beispiel Edelstahl, Glas oder geeignete Kunststoffe.

6.1 Gasversorgung

Die Prüfgasversorgung stellt die kontinuierliche Zufuhr des Prüfgases mit festgelegten Konzentrationen und konstanter Temperatur und Luftfeuchte durch die Messapparatur sicher. Unter Zuhilfenahme von Durchflussreglern, Befeuchtern und Gasmischern werden die vorgenannten Parameter in gewünschter Präzision eingestellt.

6.2 Reaktorkammer

Als Reaktorkammern sind alle Durchflussreaktoren mit möglichst geringem Volumen-Probenflächen-Verhältnis geeignet, wobei das Verhältnis unter $1,0 \text{ m}^3/\text{m}^2$ liegen sollte. Es können sowohl ausreichend turbulent durchmischte Rührkesselkammern (Continuous Stirred Tank Reactor, CSTR), wie sie beispielsweise in der UNI 11484-2013 beschrieben sind, als auch (laminar) gerichtet durchströmte Durchflussreaktoren (GDR), wie in der DIN ISO 22197-1 beschrieben, eingesetzt werden. Konkrete Beispiele für Reaktorgeometrien, die sich im Rahmen von Ringversuchen als geeignet herausgestellt haben, sind dem Anhang zu entnehmen.

Die Flussrate des Prüfgases muss so hoch gewählt werden, dass die mittlere Verweildauer in der Reaktorkammer (bei CSTR) bzw. die mittlere Verweildauer des Prüfgases über der zu vermessenden Probe (bei GDR) kleiner als 10 Sekunden ist. Die Verweildauer des Prüfgases wird berechnet als Quotient aus dem Gesamtvolumen des Reaktors (abzüglich des Eigenvolumens des Probenkörpers und anderer Einbauten) und der Flussrate (bei CSTR) bzw. aus dem Reaktorvolumenelement oberhalb der bestrahlten Probenfläche im Reaktor und der Flussrate (bei GDR).

Bei GD-Reaktoren ist darauf zu achten, dass der Prüfgasstrom vollständig über die Probenoberfläche strömt, d. h., dass der Probenkörper die Breite des GD-Reaktors senkrecht zur Flussrichtung komplett ausfüllt.

Die Sichtfenster der Reaktorkammern, durch die die Bestrahlung des Probenkörpers erfolgt, müssen aus Quarz- oder hochwertigem Borsilikatglas bestehen, das bei Wellenlängen im Bereich 300 nm bis 1 500 nm nur in minimalem Umfang Licht absorbiert.

6.3 Lichtquelle

Die Lichtquelle muss UV/A-Bestrahlung in einem Wellenlängenbereich von 345 nm – 385 nm mit einem Maximum von $365 \text{ nm} \pm 5 \text{ nm}$ bereitstellen (Typ PC-U, ultraviolett). Der Abstand der Lichtquelle zur Probenoberfläche muss so eingestellt werden, dass die UV-Bestrahlungsstärke (bei 345 nm – 385 nm) auf dem Probenkörper $10 \text{ W/m}^2 \pm 0,5 \text{ W/m}^2$ beträgt. Die Bestrahlungsstärke sollte dabei mittels eines nach ISO 4892-1 konformen Spektralradiometers oder ähnlicher geeigneter Messsysteme gemessen werden. Die Lichtquelle muss den Probenkörper durch das Sichtfenster gleichmäßig bestrahlen. Dabei darf die Bestrahlungsstärke bei Probenflächen bis 100 cm^2 nicht mehr als $\pm 5 \%$ sowie bei Proben bis $2\,500 \text{ cm}^2$ nicht mehr als $\pm 10 \%$ vom Sollwert abweichen. Entsprechend ist die gleichmäßige Verteilung der Intensität an 5 bzw. 9 Messpunkten auf der bestrahlten Oberfläche nachzuweisen.

Bei Verwendung von Lampentypen, die Licht in einem Wellenlängenbereich auch außerhalb des Ziel-spektrums abstrahlen, z. B. Xenonlampen, Halogenlampen oder Leuchtstofflampen, ist der bevorzugte Wellenlängenbereich durch den Einsatz geeigneter Filter (Cut-on-, Cut-off-, Bandpassfilter) zu gewährleisten. Die Bestrahlungsstärke in den ausgefilterten Bereichen sollte dabei im Wellenlängenbereich kleiner 345 nm einen Wert von 2 % sowie im Wellenlängenbereich größer 385 nm einen Wert von 5 % der Gesamtintensität nicht überschreiten.

6.4 Analysator

Zur exakten Bestimmung der Stickstoffmonoxid-Konzentration kann ein Chemolumineszenz-Analysator nach ISO 7996 oder ein entsprechendes Gerät verwendet werden. Der Analysator muss mit geeigneten Kalibriergasen entsprechend den Angaben des Herstellers kalibriert werden. Möglicherweise auftretende Interferenzen des Chemolumineszenz-Analysators sind nach Vorgaben des Herstellers zu beachten oder zu vermeiden.