

DIN EN 16980-1



ICS 13.040.20; 87.040; 87.060.20; 91.100.10

Entwurf

Einsprüche bis 2020-05-20
Vorgesehen als Ersatz für
DIN CEN/TS 16980-1
(DIN SPEC 4875-1):2017-03

**Photokatalyse –
Prüfverfahren mit kontinuierlichem Durchfluss –
Teil 1: Bestimmung des Abbaus von Stickstoffmonoxid (NO) aus der Luft
durch photokatalytische Werkstoffe;
Deutsche und Englische Fassung prEN 16980-1:2020**

Photocatalysis –

Continuous flow test methods –

Part 1: Determination of the degradation of nitric oxide (NO) in the air by photocatalytic materials;

German and English version prEN 16980-1:2020

Photocatalyse –

Méthodes d'essai en flux continu –

Partie 1: Mesure de la dégradation du monoxyde d'azote (NO) dans l'air par un matériau photocatalytique;

Version allemande et anglaise prEN 16980-1:2020

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2020-03-20 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 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 oder Saatwinkler Damm 42/43, 13627 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 59 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 16980-1:2020) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 386 „Photokatalyse“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR (Frankreich) gehalten wird.

Für die deutsche Mitarbeit ist der Arbeitsausschuss NA 062-02-93 AA „Photokatalyse“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP) verantwortlich.

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Änderungen

Gegenüber DIN CEN/TS 16980-1 (DIN SPEC 4875-1):2017-03 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Überführung des CEN/TS in eine europäische Norm;
- b) Dokument redaktionell überarbeitet.

Photokatalyse — Prüfverfahren mit kontinuierlichem Durchfluss — Teil 1: Bestimmung des Abbaus von Stickstoffmonoxid (NO) aus der Luft durch photokatalytische Werkstoffe

Photocatalyse — Méthodes d'essai en flux continu — Partie 1 : Mesure de la dégradation du monoxyde d'azote (NO) dans l'air par un matériau photocatalytique

Photocatalysis — Continuous flow test methods — Part 1: Determination of the degradation of nitric oxide (NO) in the air by photocatalytic materials

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokument-Stage: CEN-Umfrage
Dokument-Sprache: D

STD Version 2.9p

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe und Abkürzungen	5
3.1 Begriffe	5
3.2 Abkürzungen	6
4 Kurzbeschreibung	8
5 Interferenzen	8
6 Prüfeinrichtung	8
6.1 Allgemeines	8
6.2 System zur Gasgemischbereitung	8
6.3 Beleuchtung und Messsystem	10
6.3.1 Allgemeines	10
6.3.2 Beleuchtungssystem L	10
6.3.3 Reaktionskammer R	12
6.3.4 NO/NO ₂ -Analysator	14
7 Probenvorbereitung	14
7.1 Vorkehrungen	14
7.2 Probenmerkmale	15
7.3 Konditionierung	15
8 Messung der Konzentrationen	15
8.1 Allgemeines	15
8.2 Messung der Konzentration von Stickstoffoxiden zu Beginn vor dem Eintritt in den photochemischen Reaktor	16
8.3 Umsatz ohne Probe	16
8.4 Umsatz im Dunkeln und mit Probe	17
8.5 Umsatz unter Beleuchtung mit Probe	17
9 Berechnung der photokatalytischen Abbaugeschwindigkeit	18
9.1 Beobachtete photokatalytische Abbaugeschwindigkeit	18
9.2 Intrinsische Geschwindigkeit des photokatalytischen Umsatzes	19
10 Optionaler Teil	19
10.1 Umsatz unter Beleuchtung mit Probe bei verschiedenen Ventilator Drehzahlen	19
10.2 Berechnung der photokatalytischen Abbaugeschwindigkeit bei verschiedenen Ventilator Drehzahlen	20
10.2.1 Beobachtete Geschwindigkeit des photokatalytischen Abbaus bei verschiedenen Ventilator Drehzahlen	20
10.2.2 Intrinsische Geschwindigkeit des photokatalytischen Umsatzes	21
11 Annehmbare Bereiche der wesentlichen Prüfparameter	22
12 Prüfbericht	22
Anhang A (informativ) Typische Entwicklung der NO-, NO ₂ - und NO _x -Konzentrationen während einer photokatalytischen Prüfung bei der Nenndrehzahl des Ventilators	25

Anhang B (informativ) Typische Entwicklung der NO-, NO ₂ - und NO _x -Konzentrationen während einer photokatalytischen Prüfung bei Verwendung verschiedener Ventilatordrehzahlen	26
Anhang C (informativ) Beispiel für eine Prüfung zur Steuerung der Bedingungen des Stoffübergangs.....	27
Anhang D (informativ) Typische Ohmsche Reaktion des Ventilators.....	28
Literaturhinweise.....	29

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 16980-1:2020) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 386 „Photokatalyse“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird CEN/TS 16980-1:2016 ersetzen.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument beschreibt ein Verfahren zur Bewertung der Leistung von photokatalytischen anorganischen Werkstoffen, enthalten in Zementmörtel und/oder Kalken oder aus Keramik bestehenden Grundsubstanzen, Farben oder Werkstoffen, die als dünne Filme oder Beschichtungen auf einer Vielzahl von Trägerwerkstoffen für die photokatalytische Beseitigung von Stickstoffmonoxid in der Gasphase vorkommen. Dieses Verfahren eignet sich weder für die Bewertung von Proben, die mit einem Fluss senkrecht zur Oberfläche verwendet werden, noch für Proben, wie Polymer- und Papierfilter, Wabenstrukturen und dergleichen, bei denen der Fluss die Oberfläche durchdringt.

Die Leistung für die zu prüfende photokatalytische Probe wird durch die Messung der Abbaugeschwindigkeit von Stickstoffmonoxid (NO) mithilfe des hier beschriebenen Verfahrens bewertet. Die photokatalytische Minderungsgeschwindigkeit wird aus dem beobachteten Wert berechnet, indem die Auswirkungen des Stoffübergangs abgezogen werden. Die intrinsische photokatalytische Minderungsgeschwindigkeit ist eine intrinsische Eigenschaft des untersuchten Werkstoffs und macht es möglich, die photokatalytischen Aktivitäten verschiedener Produkte in einem absoluten Maßstab, bestimmt im physikalischen und technischen Sinn, zu unterscheiden.

Für die in diesem Dokument beschriebenen Messungen und Berechnungen, wird die Konzentration von Stickoxiden (NO_x) als die stöchiometrische Summe von Stickstoffmonoxid (NO) und Stickstoffdioxid (NO_2) definiert.

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).

CEN/TS 16599:2014, *Photokatalyse — Bestrahlungsbedingungen zum Prüfen photokatalytischer Eigenschaften von halbleitenden Werkstoffen und die Messung dieser Bedingungen*

EN ISO 9169, *Luftbeschaffenheit — Definition und Ermittlung von Verfahrenskenngrößen einer automatischen Messeinrichtung (ISO 9169)*

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

3 Begriffe und Abkürzungen

3.1 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>

3.1.1

Konzentration der Stickoxide

NO_x

stöchiometrische Summe von Stickstoffmonoxid (NO) und Stickstoffdioxid (NO_2)

Anmerkung 1 zum Begriff: Bei Reinheitsgrad 999 Stickstoff oder Luft: Die Reinheit des Gases sollte mindestens 99,9 % betragen.

3.1.2

Photokatalysator

Katalysator, geeignet bei Absorption von Licht chemische Umwandlungen der Reaktionspartner zu bewirken

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Anregungszustand des Photokatalysators interagiert wiederholt mit den Reaktionspartnern, bildet Zwischenprodukte und regeneriert sich nach jedem Zyklus solcher Wechselwirkungen selbst.

3.1.3

photokatalytische Werkstoffe

Werkstoffe, in denen oder auf denen der Photokatalysator durch Beschichten, Imprägnieren, Mischen usw. zugefügt wurde

3.2 Abkürzungen

CSTR	kontinuierlich durchströmter Rührkesselreaktor (en: Continuous Stirred-Tank Reactor)
C^{IN}	Konzentration am Reaktoreingang
$C^{\text{OUT,DARK}}$	Konzentration von NO und NO_2 am Reaktorausgang unter stabilen Bedingungen in der Dunkelheit (ohne Beleuchtung)
$C^{\text{OUT,light}}$	Konzentration am Reaktorausgang unter stabilen Bedingungen mit Beleuchtung (Lampe an)
$C_{\text{NO}}^{\text{IN}}$	Konzentration von NO am Reaktoreingang
$C_{\text{NO}_2}^{\text{IN}}$	Konzentration von NO_2 am Reaktoreingang
$C_{\text{NO}}^{\text{OUT,DARK}}$	Konzentration von NO am Reaktorausgang unter stabilen Bedingungen in der Dunkelheit (ohne Beleuchtung) ohne Probe
$C_{\text{NO}_2}^{\text{OUT,DARK}}$	Konzentration von NO_2 am Reaktorausgang unter stabilen Bedingungen in der Dunkelheit (ohne Beleuchtung) ohne Probe
$C_{\text{NO,S}}^{\text{OUT,DARK}}$	Konzentration von NO am Reaktorausgang unter stabilen Bedingungen in der Dunkelheit (ohne Beleuchtung) mit Probe
$C_{\text{NO}_2,S}^{\text{OUT,DARK}}$	Konzentration von NO_2 am Reaktorausgang unter stabilen Bedingungen in der Dunkelheit (ohne Beleuchtung) mit Probe
$C_{\text{NO}}^{\text{OUT,LIGHT}}$	Konzentration von NO am Reaktorausgang unter stabilen Bedingungen mit Beleuchtung (Lampe an) ohne Probe
$C_{\text{NO},0}^{\text{OUT,LIGHT}}$	Konzentration von NO am Reaktorausgang unter Beleuchtung der Probe, gemessen bei Drehzahl des Ventilators bei Nennspannung V_0
$C_{\text{NO}_2,0}^{\text{OUT,LIGHT}}$	Konzentration von NO_2 am Reaktorausgang unter Beleuchtung der Probe, gemessen bei Drehzahl des Ventilators bei Nennspannung V_0

F	Durchfluss (en: Flow)
$F_{v,i}$	Strömung am Ventilator bei einer angelegten Spannung i ($i = 0..n$)
I	Bestrahlungsstärke (en: irradiance)
LED	Leuchtdioden (en: light emitting diodes)
MM	molekulare Masse
P	Druck in der Atmosphäre (en: pressure in atmosphere)
PTFE	Polytetrafluorethylen
R	ideale Gaskonstante
RH	relative Feuchte des Gases bei 25 °C im Inneren des Reaktors (en: gas relative humidity at 25 °C inside the reactor)
η_{NO}^{dark}	Umsatz von NO in der Dunkelheit
$\eta_{NO_2}^{dark}$	Umsatz zu NO ₂ in der Dunkelheit
$\eta_{NO,lamp}^{PHOTO}$	Umsatz von NO unter Beleuchtung ohne Probe
$\eta_{NO,i}^{total}$	Umsatz von NO, gemessen bei jeder Strömung am Ventilator $F_{v,i}$
$\eta_{NO_2,i}^{total}$	Umsatz von NO ₂ , gemessen bei jeder Strömung am Ventilator $F_{v,i}$
$r_{NO,i}^{photo}$	NO-Minderungsgeschwindigkeit bei jeder Strömung am Ventilator $F_{v,i}$
$r_{NO_2,i}^{photo}$	photokatalytische NO ₂ -Bildungsgeschwindigkeit bei jeder Strömung am Ventilator $F_{v,i}$
$r_{NO_x,i}^{photo}$	NO _x -Minderungsgeschwindigkeit entsprechend der NO-Minderungsgeschwindigkeit abzüglich der photokatalytischen Bildungsgeschwindigkeit des NO ₂
$r_{NO}^{photoCAT}$	photokatalytische NO-Abbaugeschwindigkeit intrinsisch an der Oberfläche des Werkstoffs, nach dem Entfernen der Beschränkungen des Stoffübergangs
$r_{NO_x}^{photoCAT}$	photokatalytische NO _x -Abbaugeschwindigkeit intrinsisch an der Oberfläche des Werkstoffs, nach dem Entfernen der Beschränkungen des Stoffübergangs
UV-A	ultraviolett mit einer Wellenlänge (λ) zwischen 315 nm und 400 nm (IUPAC)
V_0	Nennbetriebsspannung des Ventilators (in Volt)
V_{min}	vom Hersteller eingestellte Mindestbetriebsspannung des Ventilators (in Volt)
S	Probe (en: Sample)
T	Temperatur in Kelvin
t_{stab}	Zeit, um die Stabilität der NO-Konzentration zu erreichen
UV	ultraviolett
V_r	Nettovolumen des Reaktors

4 Kurzbeschreibung

Das Verfahren umfasst die Messung der photokatalytischen Beseitigung von Stickstoffmonoxid (NO) durch photokatalytische Werkstoffe wie in Abschnitt 1 festgelegt, unter Verwendung eines kontinuierlich durchströmten Rührkesselreaktors (CSTR), der einen Durchfluss tangential zu der Probe aufweist. Informationen zur Theorie sind in der Fachliteratur (Minero et al. 2013) zu finden. Die Rest-Konzentrationen von NO und NO_x am CSTR-Ausgang werden von einem Chemilumineszenz-Analysator (ISO 7996) gemessen.

Die Prüfung der photokatalytischen Aktivität wird mittels Luft mit chromatographischer Qualität durchgeführt, die auch durch Mischung von reinen Gasen erhalten wird, der NO in einer solchen Menge hinzugefügt wird, dass ein hoher Grad von Luftverschmutzung simuliert wird. Die Konzentration von NO wird auf $(0,50 \pm 0,05)$ ppmv gesetzt.

5 Interferenzen

Die Interferenzen in der Messung werden in den technischen Spezifikationen des Chemilumineszenz-Analysators dokumentiert. Da es sich bei der Messung um alle möglichen Arten handelt, die durch Reduktion zu NO umgewandelt werden können, wird die NO₂-Konzentration hier wie folgt definiert: $[NO_2] = [NO_x] - [NO]$. Für Interferenzen beim Chemilumineszenz-Nachweis siehe Winer et al. (1974).

6 Prüfeinrichtung

6.1 Allgemeines

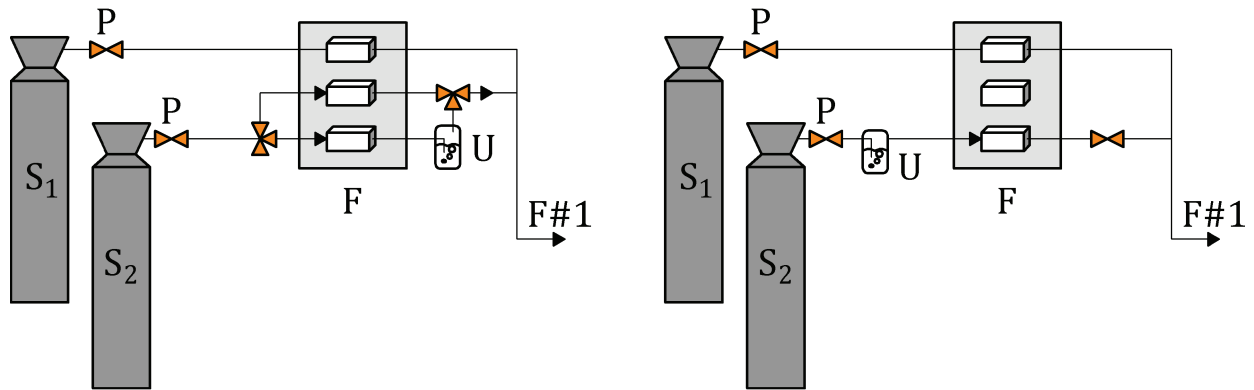
Die Prüfeinrichtung muss aus den folgenden Hauptkomponenten bestehen.

6.2 System zur Gasgemischbereitung

Das für die Herstellung der Reaktionsmischung verwendete System ist in Bild 1 dargestellt.

Die kalibrierten und rückverfolgbaren Massendurchflussregler müssen einen maximalen Durchfluss sicherstellen, der für eine korrekte Prüfungsdurchführung nötig ist. Um die notwendige Genauigkeit sicherzustellen, darf der Durchfluss 90 % der eingestellten Vollskala nicht überschreiten.

Zum Beispiel dürfen, um das Gasgemisch zu erhalten, nur Gase mit chromatographischer Qualität oder höherer Reinheit verwendet werden. Statt Gasflaschen mit Trockenluft, können zwei getrennte Gasflaschen mit reinem N₂ und O₂ am Eingang von Massendurchflussreglern verwendet und so eingestellt werden, dass eine Mischung aus 20,8 % O₂ und 79,2 % N₂ erzeugt wird. Die NO-Konzentration nach Durchfluss #1 wird auf $(0,50 \pm 0,05)$ ppmv gesetzt.



a) Die relative Feuchte wird durch Regulierung des Flusses nach U, welches stromabwärts von F ist, eingestellt

b) Die relative Feuchte wird durch die Regelung des Drucks vor U und F eingestellt

Legende

- S₁ Quelle von Stickstoffmonoxid NO in N₂ verdünnt
- S₂ Gasflasche mit Luft (chromatographische Qualität) oder alternativ einzelne Gasflaschen für N₂ und O₂ (chromatographische Reinheit)
- F Durchflussregler mit Massendurchflussreglern (2 oder 3)
- P Druckregler mit Niederdruck-Manometern
- U Luftbefeuchter, gehalten bei kontrollierter Temperatur
- F#1 Durchfluss beim Eintritt in den Reaktor

Bild 1 — System zur Gasmischbereitung

Die Befeuchtung des Gasmisches kann mit zwei verschiedenen Konfigurationen erfolgen:

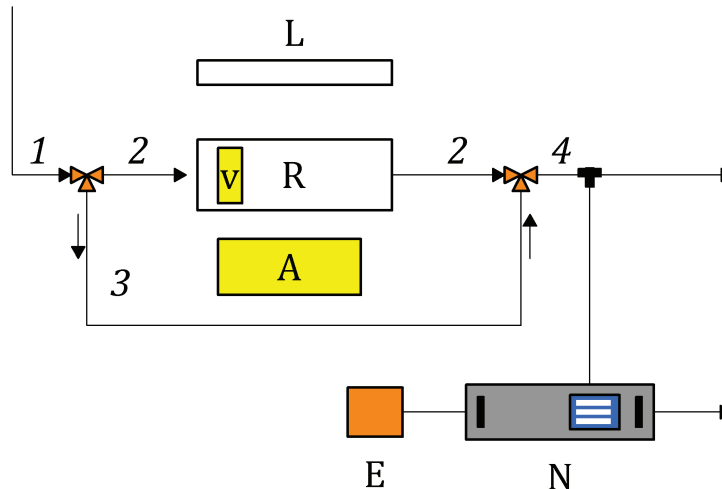
- a) unter Verwendung von zwei Massendurchflussreglern durch Regelung des Flusses nach U, wie in Bild 1 links;
- b) unter Verwendung eines Massendurchflussreglers zur Regelung des Drucks in U, wie in Bild 1 rechts.

Das System zur Gasmischbereitung muss eine relative Luftfeuchte von $(40 \pm 5) \%$ innerhalb des CSTR-Reaktors sicherstellen. Die relative Luftfeuchte muss entweder im Inneren des Reaktors R (Bild 2) oder unmittelbar an seinem Ausgang des Durchstroms 2 von Bild 2 mittels eines Hygro-Thermometers gemessen werden.

6.3 Beleuchtung und Messsystem

6.3.1 Allgemeines

Die Anordnung der Lichtquellen und des Messsystems ist in Bild 2 dargestellt.



Legende

R	Reaktionskammer, kontinuierlich durchströmter Rührkesselreaktor (CSTR)
V	Ventilator
A	Stromversorgung des Ventilators V
N	NO/NO ₂ -Chemilumineszenz-Analysator
E	Verarbeitungs-/Protokolleinheit
L	Beleuchtungssystem
1, 2, 3, 4	Durchflusswege mit Ventilen und Leitungen

Bild 2 — Beleuchtung, Reaktions- und Messsystem

Alle Teile der Prüfeinrichtung einschließlich der Anschlüsse und Leitungen, die in Kontakt mit der Mischung aus Stickoxiden kommen, müssen aus chemisch inerten Werkstoffen sein. Für Rohre und Anschlüsse wird PTFE empfohlen. Die Rohre der Durchflusswege 1, 2, 3, 4 und die damit verbundenen Anschlüsse müssen einen Außendurchmesser von 6 mm (1/4") und einen Innenraum von mindestens 4 mm aufweisen, um Überdrücke zu vermeiden, die die Gaskonzentration im Reaktor beeinflussen können.

Die Temperatur muss mithilfe eines Hygro-Thermometers während der Prüfung im Reaktor oder unmittelbar an seinem Ausgang am Durchfluss 2 gemessen und aufgezeichnet werden. Die Gastemperatur innerhalb der Reaktionskammer muss $(25 \pm 5) ^\circ\text{C}$ betragen.

6.3.2 Beleuchtungssystem L

Die Beleuchtungsquelle muss aus Lampen bestehen, die geeignet sind, den Photokatalysator anzuregen (Quarz-Quecksilber-Dampf lampen, UV-A-Fluoreszenz lampen, Xenon lampen, LEDs, Lampen, die aus einem Metaldampf-Element kombiniert mit weißglühenden Wolfram-Elementen bestehen, usw.), wie in der Technischen Spezifikation CEN/TS 16599 beschrieben.

Das Beleuchtungssystem muss die Oberfläche der Probe mit einer durchschnittlichen Bestrahlungsstärke gleich $(10,0 \pm 5 \%) \text{ W/m}^2$ in dem Wellenlängenbereich, der überwiegend von dem Photokatalysator adsorbiert wird, bestrahlen.

Die Geometrie des Beleuchtungssystems muss so beschaffen sein, dass eine gleichmäßige Beleuchtung der Probenoberfläche sichergestellt ist. Die Beleuchtung wird als gleichförmig betrachtet, wenn 5 unabhängige Messungen auf der Oberfläche (eine an zentraler Position und die anderen vier an Positionen senkrecht zueinander und in der Nähe des Randes der Probe) eine prozentuale Abweichung von weniger als 10 % im Vergleich zum durchschnittlichen Wert ergeben. Die Überprüfung der Gleichmäßigkeit der Beleuchtung und der durchschnittlichen Bestrahlungsstärke muss jedes Mal wiederholt werden, wenn das System Geometrieänderungen unterworfen wurde (die Position der Lampe oder irgendwelcher Filter oder Reflektoren, Probenpositionen, usw. wurden verändert).

Die Bestrahlungsstärke muss gemessen werden, indem ein radiometrischer Sensor innerhalb der Reaktionskammer an der gleichen Position, wie die Probe platziert wird, um die wirkliche Stärke der Bestrahlung an seiner Oberfläche zu erhalten. Ein zweiter Messsensor zur Kontrolle der Stabilität der Quelle kann außerhalb der Reaktionskammer positioniert werden, sofern er mit einem radiometrischen Referenz-Sensor, platziert im Inneren des Reaktors, kalibriert wurde. Die Bestrahlungsstärke kann kontinuierlich während der Prüfung oder alternativ, unmittelbar vor Beginn der Prüfung und unmittelbar nach deren Abschluss gemessen werden. Die Werte der Bestrahlungsstärke dürfen nur gemessen werden, wenn die Lampe aufgewärmt ist und sich die Strahlungsintensität stabilisiert hat (üblicherweise 10 min nach dem Einschalten). Der gemessene Wert der Bestrahlungsstärke muss als Durchschnittswert im Prüfbericht angegeben werden.

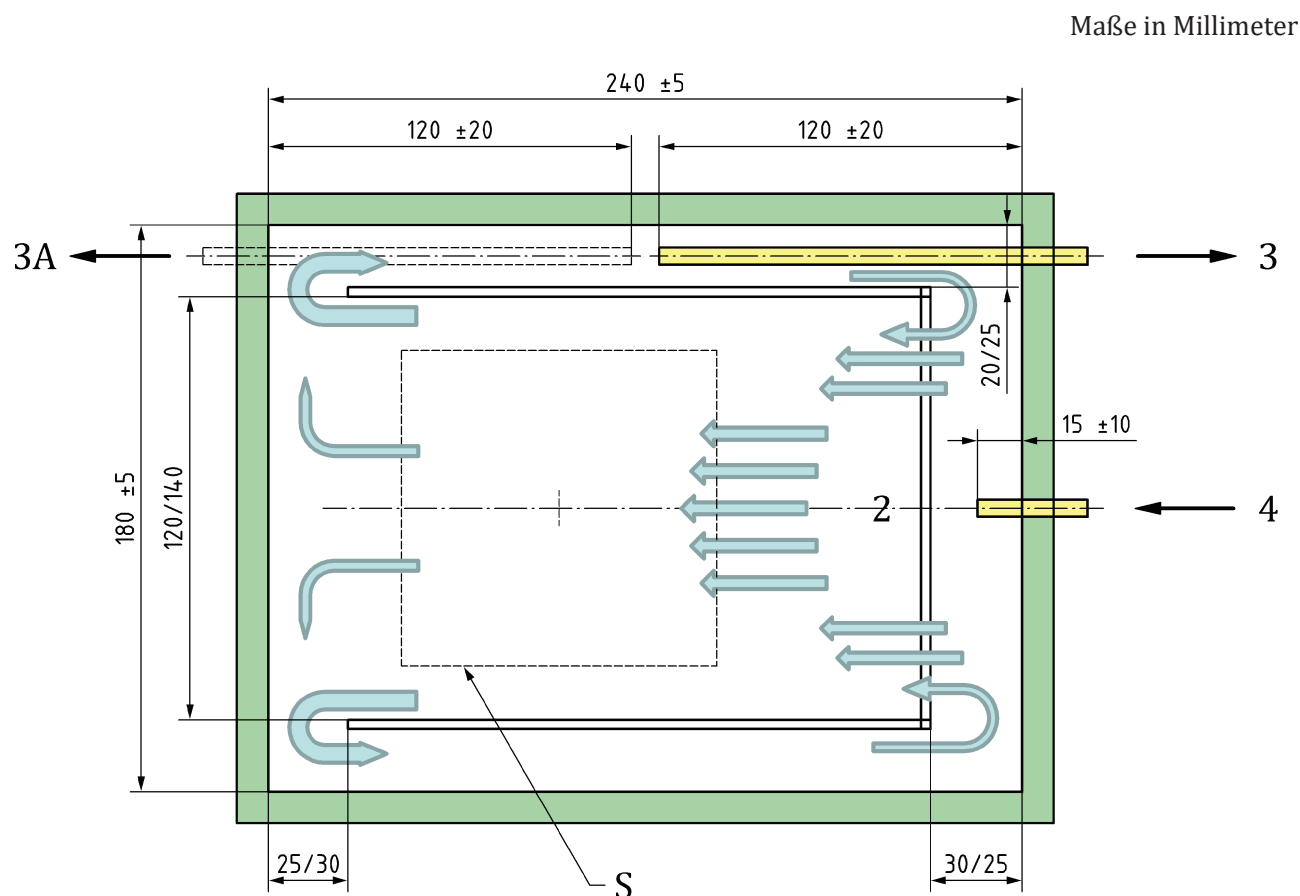
Das für die Messung verwendete Radiometer muss vorher mithilfe eines Spektralradiometers, welches wiederum zuvor mittels Standardquellen kalibriert wurde, kalibriert werden.

Um eine Zersetzung durch direkte Photolyse von NO zu vermeiden, muss die integrierte Bestrahlungsstärke bei $\lambda < 340$ nm unter $0,5 \text{ W/m}^2$ liegen. Die unmittelbare NO-Photolyserate muss durch die Prüfung mit dem leeren Reaktor ermittelt werden, indem die Standard-NO-Konzentration ($0,5 \text{ ppmv}$) eingeleitet und nach 8.3 a) die Konzentration am Reaktorausgang gemessen wird. Zum Beispiel muss im Fall eines Photokatalysators aus reinem TiO_2 das Beleuchtungssystem, das aus einer Quecksilber-Mitteldrucklampe besteht, so sein, dass sichergestellt ist, dass die Oberfläche der Probe eine UV-Bestrahlungsstärke ($\lambda < 400$ nm) erhält, die hauptsächlich aus der Quecksilber-Linie bei 365 nm und einer integrierten Bestrahlungsstärke bei $\lambda < 340$ nm von weniger als $0,5 \text{ W/m}^2$ besteht.

Das Spektrum der verwendeten Lampe muss erfasst und im Prüfbericht angegeben werden, weil das Analyseergebnis wesentlich vom verwendeten Lampentyp abhängt.

6.3.3 Reaktionskammer R

Eine schematische Darstellung der Reaktionskammer ist in Bild 3 zu sehen.



Legende

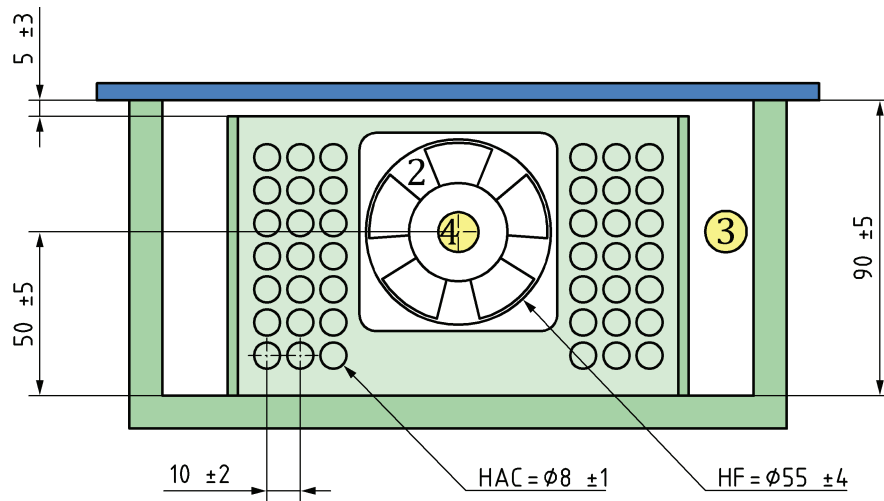
- 1, S Probe
- 2 Ventilator
- 3 Abfluss
- 3A Gasausgang (alternativ)
- 4 Zufluss

Bild 3 — Draufsicht auf die CSTR-Reaktionskammer, mit detaillierten Maßangaben und Angabe der Durchflüsse für eine gründliche Durchmischung und den Ort der Probenahmestelle

Weitere detaillierte Maßangaben der Reaktionskammer mit zugehörigen Positionen der Probe werden nachstehend auch in Bild 4 und Bild 5 gezeigt.

Die Reaktionskammer muss aus NO-inerten Werkstoffen, d. h. Glas, Polymethylmethacrylat oder anderen inerten Kunststoffen bestehen. Die Kammer muss gasdicht sein. Oberhalb muss die Kammer über ein flaches Fenster verfügen, das für das Licht aus dem Beleuchtungssystem transparent ist und das Licht vertikal auf die Probe fallen lässt. Dieses flache Fenster, das transparent für die verwendeten Wellenlängen ist (z. B. bestehend aus Borosilicatglas für $\lambda \geq 340$ nm), muss 3 mm bis 4 mm dick sein, um eine ausreichende Festigkeit sicherzustellen, und auch entfernbar, um die Probenpositionierung zu ermöglichen.

Maße in Millimeter

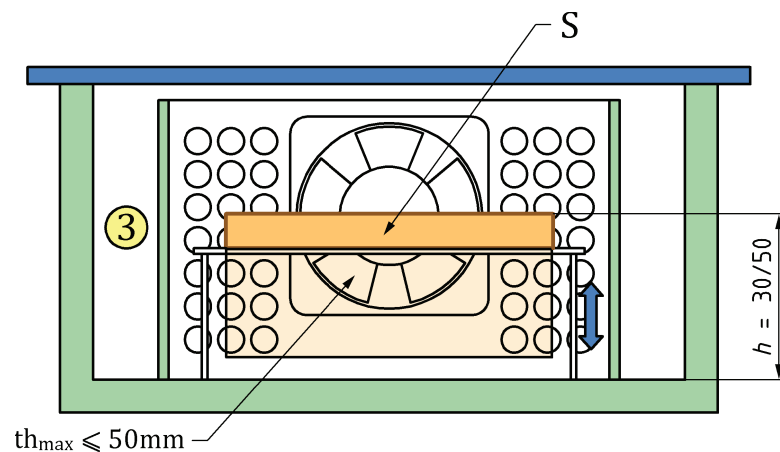


Legende

- HAC Löcher für die Luftzirkulation
- HF Loch für einen Ventilator mit $\varnothing = 60$ mm
- 1 oberes Fenster
- 2 Ventilator 60 mm nominal
- 3 Gasausgang
- 4 Gaseingang

Bild 4 — Seitenansicht (Rückseite der Ventilatorseite) des CSTR-Reaktors

Maße in Millimeter



Legende

- 3 Gasausgang
- h Abstand zur Probenoberfläche
- S Probe
- th_{max} Probe auf dem Träger, beliebige Dicke, max. 50 mm

Bild 5 — Seitenansicht (Ventilator-Vorderseite) des CSTR-Reaktors mit Angaben zur Position der Probe

Die Reaktionskammer muss mit den Maßen in Bild 3 bis Bild 5 übereinstimmen. Unter Berücksichtigung der Volumen, die innere Barrieren, der Ventilator, die Probe und der Probenträger einnehmen, beträgt das Nettogesamtvolumen $2,8 \text{ dm}^3$ bis $3,5 \text{ dm}^3$. Dieses Volumen ist unkritisch. Der Gasstrom wird während der gesamten Prüfung konstant gehalten und muss gleich $1,6 \text{ dm}^3 \text{ min}^{-1}$ sein. Er muss mindestens 20 % höher sein als der Probedurchfluss des NO/NO₂-Analysators. Die höchste zulässige Abweichung des Durchflusses beträgt 10 %.

Der Ventilator stellt eine perfekte Durchmischung innerhalb der Reaktionskammer sicher. Der Ventilator liegt im Inneren des Reaktors auf einem Träger mit einem Loch mit demselben Durchmesser wie die Ventilatoröffnung und axial angeordnet zur Ventilatorachse. Der Träger weist seitliche Öffnungen auf, die in der Kammer eine vollständige Mischung der Luft sicherstellen. Der Ventilator muss bei der Nennversorgungsspannung V_0 Nenndurchflüsse von $70 \text{ m}^3 \text{ h}^{-1}$ liefern.

Geeignet für diesen Zweck sind Ventilatoren mit Außenmaßen von $60 \text{ mm} \times 60 \text{ mm}$ und einer Dicke von 25 mm bis 35 mm . Die Strömung am Ventilator muss durch Variieren der Versorgungsspannung, die von einer geeigneten Stromversorgung mit kontinuierlicher variabler Ausgangsspannung ausgeht, verändert werden (siehe Bild 2, A).

6.3.4 NO/NO₂-Analysator

Der Analysator muss nach den in ISO 7996 beschriebenen Verfahren oder nach EN ISO 9169 kalibriert werden. Die Kalibrierung der Messgeräte kann unter Verwendung von Mischungen von NO und/oder NO₂ in einer bekannten und jeweils zertifizierten Konzentration von Stickstoff oder Luft mit einer Reinheit von 999 erfolgen. Für den während der Kalibrierung angenommen Messbereich, müssen mindestens 4 Standard-Gasgemische mit verschiedenen NO-Gehalten in N₂ (oder in einem anderen Inertgas) mit Konzentrationen von etwa 0,2 ppmv, 0,4 ppmv, 0,6 ppmv, 0,8 ppmv analysiert werden, die von den zugehörigen Kalibrierzertifikaten, mit unterstützt werden.

Alternativ können die Konzentrationen zur Überprüfung der Kalibrierung des Analysators beginnend mit einer einzigen Gasflasche mit zertifizierter NO-Konzentration und mit der Hilfe eines kalibrierten Durchflussreglers mit Kalibrierzertifikaten für Massendurchflussregler erzeugt werden.

Anpassungen und Kalibrierungen der Messeinrichtung müssen immer unter konstanten Bedingungen durchgeführt werden.

Durch Vergleich der gemessenen NO-Konzentrationswerte mit den entsprechenden Werten aus den Zertifikaten, ist es möglich, für jedes Konzentrationsniveau den entsprechenden Kalibrierzustand des Analysators, der in Tabellenform dargestellt werden kann, als Kalibrierkurve oder als Reaktionsfaktor zu erhalten.

Wenn die Kalibrierung ein lineares Ergebnis liefert, da die Stickoxidkonzentrationen innerhalb des Kalibrierbereiches schwanken, dann kann eine Einzelmessung während der Regelung der Kalibrierbedingung des Messgerätes vorgenommen werden. Die Häufigkeit derartiger Regelungsvorgänge hängt vom gewünschten Genauigkeitsgrad in Übereinstimmung mit der für jeden NO_x-Analysator typischen Zeitabweichung des Messgerätesignals ab.

7 Probenvorbereitung

7.1 Vorkehrungen

Die Proben müssen schließlich nach den Hinweisen des Lieferanten vorkonditioniert werden.

7.2 Probenmerkmale

Die zu analysierenden Proben müssen eine Oberfläche von $(64 \pm 6) \text{ cm}^2$ haben. Für größere Proben wird eine Schablone verwendet. Der Wert der Oberfläche muss sorgfältig bewertet werden, da er ein für die Normalisierung des Prüfungsergebnisses erforderlicher Parameter ist.

Die Probe muss auf einem Träger aus Borosilikatglas, Polytetrafluorethylen (PTFE) oder einem keramischen Werkstoff, der nicht photokatalytisch aktiv ist, positioniert werden, wobei darauf zu achten ist, dass ihre Oberfläche so nahe wie möglich auf Höhe der Ventilatordrehachse und mittig zum freien Raum zwischen Ventilator und Reaktorwand in der Querrichtung (siehe Bild 5) liegt. Bezüglich Grenzabmaßen kann die Probenoberfläche in einem Abstand von 30 mm bis 50 mm vom inneren Boden liegen, das heißt 60 mm bis 40 mm von der inneren Oberfläche des oberen transparenten Fensters des Reaktors. Dies bedeutet, dass die Probe eine nutzbare Dicke von höchstens 50 mm haben darf. Feste Proben von 50 mm Dicke können ohne Träger in der Reaktionskammer positioniert werden.

Die geometrische Oberfläche, die dem Gasstrom ausgesetzt ist, kann quadratisch, rechteckig oder kreisförmig sein, vorausgesetzt, dass die Bedingungen einer gleichmäßigen Beleuchtung erfüllt werden (siehe 6.3.2). Die Breite der Probe in axialer Richtung sollte 120 mm nicht übersteigen. Typischerweise hat eine zylindrische Probe eine Oberfläche von $(64 \pm 6) \text{ cm}^2 (\pm 10 \%)$.

Die erforderliche Oberfläche kann durch Kombination von verschiedenen Proben erreicht werden, vorausgesetzt, dass sie in einer Ebene liegen und die sich ergebende Oberfläche mit den vorstehend angegebenen Festlegungen übereinstimmt.

Die Oberflächen der geprüften Probe müssen im Unterschied zu jenen, die dem einfallenden Lichtstrahl im rechten Winkel ausgesetzt sind, gegenüber Gasen, die Stickstoffmonoxid enthalten, mittels einer Beschichtung aus handelsüblichen Silikonen, Paraffinen, inerten Polymerfolien oder Verbundwerkstoffen isoliert sein. Die Prüfung darf nur durchgeführt werden, nachdem diese Schutzfolien vollständig getrocknet sind. Alle Beschichtungen müssen den Bestrahlungsbedingungen mindestens 6 h standhalten, sollten keine potenziell störenden Substanzen freisetzen und keine photokatalytische Aktivität aufweisen. Der verwendete Produkttyp muss im Abschlussbericht angegeben werden.

7.3 Konditionierung

Die Proben können vor der Prüfung nach den Leitlinien des Herstellers konditioniert werden.

8 Messung der Konzentrationen

8.1 Allgemeines

Alle Konzentrationen können entweder in ppmv oder $\mu\text{g m}^{-3}$ angegeben werden.

Unter der Annahme eines idealen Verhaltens der betreffenden Gase, ist die Umrechnung von ppmv zu $\mu\text{g m}^{-3}$ durch die folgende Gleichung gegeben:

$$C(\mu\text{g m}^{-3}) = 10^3 \frac{\text{ppmv} \times MM \times P}{R \times T} = \text{ppmv} \times k \quad (1)$$

Dabei ist

- MM die molekulare Masse des Gases ($MM^{\text{NO}} = 30,006 \text{ g mol}^{-1}$, $MM^{\text{NO}_2} = 46,005 \text{ g mol}^{-1}$);
 R, P bzw. T die ideale Gaskonstante ($0,082 \text{ dm}^3 \text{ atm mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$), der in atm angegebene Druck bzw. die Temperatur in K;

der Faktor k ist $k_{\text{NO}} = 1\,226$ für NO und $k_{\text{NO}_2} = 1\,879$ für NO₂ bei $T = 298,15 \text{ K}$ und $P = 1 \text{ atm}$.

Unter Bezugnahme auf Bild A.1, das die Schwankung der Konzentrationen während eines üblichen Experiments zeigt, müssen die folgenden Werte in der angegebenen Reihenfolge gemessen werden.

- C^{IN} : Konzentration von NO und NO₂ am Reaktoreingang;
- $C^{\text{OUT,DARK}}$: Konzentration von NO und NO₂ am Reaktorausgang unter stabilen Bedingungen in der Dunkelheit (keine Beleuchtung);
- $C^{\text{OUT,LIGHT}}$: Konzentration von NO und NO₂ am Reaktorausgang unter stabilen Bedingungen während der Beleuchtung (Lampe an).

8.2 Messung der Konzentration von Stickstoffoxiden zu Beginn vor dem Eintritt in den photochemischen Reaktor

Das Prüfgas, das mithilfe des Mischers F mit konstanter und kontrollierter Geschwindigkeit zugeführt wird (üblicherweise 1,6 dm³ min⁻¹), wird über eine Umleitung (über den Durchflussweg 1 – 3 – 4) am Reaktor vorbei direkt dem Analysator zugeleitet. Die NO/NO₂-Konzentration ($C_{\text{NO}}^{\text{IN}}$, $C_{\text{NO}_2}^{\text{IN}}$) muss gemessen werden, wenn die Konzentration für mindestens 10 min (Abweichung < 5 %) konstant geblieben ist. Der gemessene Wert der Konzentration muss im Prüfbericht aufgezeichnet werden. Üblicherweise muss $C_{\text{NO}_2}^{\text{IN}}$ weniger als 5 % von $C_{\text{NO}}^{\text{IN}}$ sein und stabil bleiben, andernfalls muss die NO-Gasflasche ausgetauscht werden.

8.3 Umsatz ohne Probe

Diese Messung darf nur einmal durchgeführt werden, um zu überprüfen, ob das Beleuchtungssystem geeignet ist und um die chemischen Trägheitseigenschaften der Bauelemente des Reaktors zu überprüfen. Diese Messung muss ohne die Probe, jedoch mit dem Träger der Probe durchgeführt werden:

- a) mit der Lampe „AUS“ (d. h. „AN“, jedoch ordnungsgemäß abgeschirmt) und dem Ventilator, der mit der Drehzahl bei der Nennspannung läuft, strömt das Prüfgas konstant und mit kontrolliertem Durchfluss (1,6 dm³ min⁻¹) aus dem Mischer F, wird zur Reaktionskammer (über den Durchflussweg 1 – 2 – 4) geleitet, und die NO/NO₂-Konzentration verlässt den Reaktor unter ständiger Überwachung. Unter diesen Bedingungen werden $C_{\text{NO}}^{\text{OUT,DARK}}$ und $C_{\text{NO}_2}^{\text{OUT,DARK}}$ ohne Probe gemessen;
- b) die Messung wird mit der Lampe „AN“ (und nicht abgeschirmt) ohne Unterbrechung des Gasstroms in Richtung Reaktor und zur Belüftung fortgesetzt. Die Prüfung kann als abgeschlossen betrachtet werden, wenn die NO/NO₂-Konzentrationen für mindestens 10 min (Abweichung < 5 %) stabil sind und auf jeden Fall nach 3 h, falls sich die Konzentrationen noch immer ändern. Falls sich jedoch nach 3 h die Konzentrationen immer noch ändern, wird dieses Verhalten im Prüfbericht angegeben.

Der Wert $C_{\text{NO}}^{\text{OUT,LIGHT}}$ entspricht dem gemessenen Wert am Ende der Prüfung.

Das Prüfergebnis wird als Umsatz $\eta_{\text{NO,lamp}}^{\text{PHOTO}}$ angegeben und wie folgt berechnet:

$$\eta_{\text{NO,lamp}}^{\text{PHOTO}} = \frac{C_{\text{NO}}^{\text{OUT,DARK}} - C_{\text{NO}}^{\text{OUT,LIGHT}}}{C_{\text{NO}}^{\text{OUT,LIGHT}}} \quad (2)$$

Die Umsatzwerte ohne die Probe sind annehmbar, wenn $\eta_{\text{NO,lamp}}^{\text{PHOTO}} < 0,02$ (2 %) ist. Andernfalls ist das System wegen einer defekten Beleuchtungsanlage oder ungeeigneten Werkstoffarten nicht für die Messung, auf die in diesem Dokument Bezug genommen wird, geeignet.