

DIN ISO 1431-3



ICS 83.060

Einsprüche bis 2021-06-30
Vorgesehen als Ersatz für
DIN ISO 1431-3:2011-05

Entwurf

**Elastomere oder thermoplastische Elastomere –
Widerstand gegen Ozonrissbildung –
Teil 3: Referenz- und alternative Verfahren zur Bestimmung der
Ozonkonzentration in Laborprüfkammern (ISO 1431-3:2017);
Text Deutsch und Englisch**

Rubber, vulcanized or thermoplastic –
Resistance to ozone cracking –
Part 3: Reference and alternative methods for determining the ozone concentration in
laboratory test chambers (ISO 1431-3:2017);
Text in German and English

Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique –
Résistance au craquelage par l’ozone –
Partie 3: Méthode de référence et autres méthodes pour la détermination de la
concentration d’ozone dans les enceintes d’essai de laboratoire (ISO 1431-3:2017);
Texte en allemand et anglais

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2021-04-30 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 56 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)
DIN-Normenausschuss Elastomer-Technik (NET)

Inhalt

	Seite
Nationales Vorwort	4
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise	5
Vorwort	6
Einleitung	7
1 Anwendungsbereich	8
2 Normative Verweisungen	8
3 Begriffe	8
4 Kurzbeschreibung	8
5 Geräte	8
6 Kalibrierung	9
7 Verfahren	9
8 Darstellung der Ergebnisse	9
9 Prüfbericht	10
Anhang A (informativ) Auswirkung des atmosphärischen Luftdrucks auf die Ozonrissbildung von Elastomeren	11
Anhang B (normativ) Instrumentelle Verfahren (alternativ)	12
B.1 Elektrochemisches Verfahren	12
B.1.1 Kurzbeschreibung	12
B.1.2 Gerät	12
B.1.3 Reagenzien	13
B.1.4 Kalibrierung der Zelle	13
B.2 Chemolumineszenz	13
Anhang C (normativ) Nasschemische Verfahren	16
C.1 Allgemeine Theorie	16
C.2 Verfahren I	16
C.2.1 Herstellung der Reagenzien	16
C.2.2 Geräte	17
C.2.3 Durchführung	18
C.2.4 Angabe der Ergebnisse	19
C.3 Verfahren II	19
C.3.1 Herstellung der Reagenzien	19
C.3.2 Geräte	20
C.3.3 Durchführung	20
C.3.4 Angabe der Ergebnisse	20
C.4 Verfahren III	21
C.4.1 Herstellung der Reagenzien	21
C.4.2 Geräte	21
C.4.3 Durchführung	22
C.4.4 Angabe der Ergebnisse	22
Literaturhinweise	29

Bilder

Bild B.1 — Analysator	14
Bild B.2 — Einfacher Analysatorschaltkreis	15
Bild C.1 — Ozon-Absorptionsapparat	23
Bild C.2 — Elektrometrische Endpunktdetektionsschaltung	24
Bild C.3 — Aufbau der Apparatur für Verfahren II	25
Bild C.4 — Ozon-Absorptionsgefäß für Verfahren II	26

Bild C.5 — Absorptionsgerät für Verfahren III	27
Bild C.6 — Beispiel für passende Elektrolyse- und Detektorschaltungen	28

Nationales Vorwort

Dieses Dokument enthält die deutsche Übersetzung der Internationalen Norm ISO 1431-3:2017, die vom Technischen Komitee ISO/TC 45 „Rubber and rubber products“ erarbeitet wurde, dessen Sekretariat von DSM (Malaysia) gehalten wird.

Dieses Dokument wurde vom Arbeitsausschuss NA 062-04-34 AA „Prüfung der physikalischen Eigenschaften von Kautschuk und Elastomeren“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP) erarbeitet.

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.

DIN ISO 1431 besteht unter dem allgemeinen Titel *Elastomere oder thermoplastische Elastomere — Widerstand gegen Ozonrissbildung* aus den folgenden Teilen:

— Teil 1: Statische und dynamische Dehnungsprüfung

— Teil 3: Referenz- und alternative Verfahren zur Bestimmung der Ozonkonzentration in Laborprüfkammern

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 1431-1 siehe DIN ISO 1431-1

ISO 13964 siehe DIN ISO 13964

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 ISO 1431-3:2011-05 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Abschnitt „Begriffe“ hinzugefügt;
- b) normative Verweisungen aktualisiert;
- c) ein Berechnungsfehler in der Gleichung in B.1.4 wurde korrigiert;
- d) der Wert der Gaskonstante wurde in den Gleichungen in C.2.4 und C.3.4 korrigiert;
- e) Anhang A wurde von normativ in informativ geändert, und in Abschnitt 8 wurde ein Zitat hinzugefügt;
- f) redaktionelle Überarbeitung der Norm.

Nationaler Anhang NA
(informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 1431-1, *Elastomere oder thermoplastische Elastomere — Widerstand gegen Ozonrissbildung — Teil 1: Statische und dynamische Dehnungsprüfung*

DIN ISO 13964, *Luftbeschaffenheit — Bestimmung von Ozon in der Außenluft — UV-photometrisches Verfahren*

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Eine Erläuterung zum freiwilligen Charakter von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welt handelsorganisation (WTO) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT) berücksichtigt, enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 45, *Rubber and rubber products*, Unterkomitee SC 2, *Testing and analysis* erarbeitet.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 1431-3:2000) und stellt eine geringfügige Änderung dar.

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

- ein Berechnungsfehler in der Gleichung in B.1.4 wurde korrigiert;
- der Wert der Gaskonstante wurde in den Gleichungen in C.2.4 und C.3.4 korrigiert;
- Anhang A wurde von normativ in informativ geändert, und in Abschnitt 8 wurde ein Zitat hinzugefügt.

Eine Auflistung aller Teile der Normenreihe ISO 1431 ist auf der ISO-Internetseite abrufbar.

Einleitung

Es gibt eine Reihe von Verfahren zur Analyse der gasförmigen Ozon/Luftgemische, die zur Prüfung der Ozon Beständigkeit von Elastomeren eingesetzt werden. Darunter sind nasschemische Verfahren, elektrochemische Zellen, UV-Absorption und Chemolumineszenz mit Ethylen.

Im Prinzip sind die nasschemischen, die elektrochemischen und die UV-Absorptionsverfahren alle absolute Verfahren, aber in der Praxis liefern sie nicht immer die gleichen Ergebnisse.

Nasschemische Verfahren, die üblicherweise auf der Absorption von Ozon in einer Kaliumiodidlösung und der Titration des freigesetzten Iods mit Natriumthiosulphat basieren, werden traditionell in der Gummiindustrie eingesetzt und wurden in nationalen Normen festgelegt. Sie sind nicht für einen kontinuierlichen Einsatz oder Überwachung geeignet und somit weniger sinnvoll für den praktischen Gebrauch als instrumentelle Verfahren. Die Messergebnisse haben sich als empfindlich gegen kleine Veränderungen der Messbedingungen sowie der Konzentration und der Reinheit der Reagenzien erwiesen und es gab viele Kontroversen über die Stöchiometrie der Reaktion.

Elektrochemische Verfahren wurden häufig in der Gummiindustrie eingesetzt und als geeignet zur kontinuierlichen Messung und Überwachung von Ozon befunden. Chemolumineszenzverfahren wurden auch eingesetzt.

Seit einiger Zeit werden zunehmend UV-Absorptionsanalysatoren, die die gleichen Mess- und Überwachungsmöglichkeiten bieten, eingesetzt. Wichtiger noch ist, dass diese Technik von allen wichtigen Umweltbehörden als der Standard angenommen wurde und von ihnen als absolut betrachtet wird.

Konsequenterweise ist dieser Standard (UV-Absorption) als Referenzverfahren übernommen worden, gegen den alle anderen Verfahren kalibriert werden müssen. Wie bei jeder anderen instrumentellen Technik ist die Genauigkeit jedes UV-Instruments abhängig von der Kalibrierung und Wartung der Komponenten und somit sollten auch UV-Analysatoren gegen anerkannte Standardgeräte geprüft werden. In einigen Ländern laufen Untersuchungen, um ein primäres Standardgerät vorzuschlagen.

Obwohl dieses Dokument Ozonanalyse behandelt, wird auch auf den Einfluss des atmosphärischen Drucks auf die Rissbildungsgeschwindigkeit von Elastomeren bei konstanter Ozonkonzentration, wie üblicherweise ausgedrückt als Volumenanteil, hingewiesen. Wie durch in Nordamerika durchgeführte Ringversuche [3] festgestellt wurde, kann der Unterschied in der Ozonbeständigkeit, der zwischen in erheblich unterschiedlichen Höhen betriebenen Laboratorien auftreten kann, durch Angabe der Ozonkonzentration als Partialdruck des Ozons korrigiert werden (siehe Anhang C).

Es wird auf die hohe Toxizität von Ozon hingewiesen. Es sollten immer Vorkehrungen zur Minimierung der Einwirkung auf Mitarbeiter getroffen werden. Falls nicht strengere nationale Regelungen in dem Land des Anwenders gelten, wird empfohlen, 10 Teile Ozon je Hundert Millionen Teile Umgebungsluft als die absolut maximale Konzentration zu betrachten, wobei die maximale Durchschnittskonzentration deutlich niedriger sein sollte.

Falls nicht ein vollständig geschlossenes System eingesetzt wird, wird ein Ventilator zur Entfernung der ozonhaltigen Luft empfohlen.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument beschreibt drei Verfahren zur Bestimmung der Ozonkonzentration in Laborprüfkammern.

Verfahren A — UV-Absorption: Dies ist ein Referenzverfahren und wird zur Kalibrierung der alternativen Verfahren B und C benutzt.

Verfahren B — Instrumentelle Techniken:

- B1: elektrochemisch;
- B2: Chemolumineszenz.

Verfahren C — Nasschemische Verfahren:

- Verfahren I;
- Verfahren II;
- Verfahren III.

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).

ISO 1431-1, *Rubber, vulcanized or thermoplastic — Resistance to ozone cracking — Part 1: Static and dynamic strain testing*

ISO 13964, *Air quality — Determination of ozone in ambient air — Ultraviolet photometric method*

3 Begriffe

In diesem Dokument werden keine Begriffe aufgeführt.

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

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

4 Kurzbeschreibung

Ein Ozon/Luftgemisch wird aus einer Ozonprüfkammer entnommen und die Ozonkonzentration durch das UV-Absorptionsreferenzverfahren oder durch die gegen das UV-Absorptionsverfahren kalibrierten, alternativen Verfahren, wie instrumentelle oder chemische Analyse, bestimmt.

5 Geräte

Geräte zur Bestimmung der Ozonkonzentration müssen von einem der folgenden Typen sein:

- UV-Absorption;

- elektrochemisch;
- Chemolumineszenz;
- nasschemisch.

Das Referenzverfahren ist die UV-Absorption und jedes Gerät muss entsprechend Abschnitt 6 gegen das UV-Absorptionsverfahren kalibriert sein.

Das Gerät für das UV-Absorptionsverfahren muss ISO 13964 entsprechen, abgesehen davon, dass es in der Lage sein muss, die Ozonkonzentrationen wie in ISO 1431-1 gefordert zu messen.

Beschreibungen der alternativen Verfahren sind in Anhang B (Instrumentelle Verfahren) und Anhang C (Nasschemische Verfahren) angegeben.

6 Kalibrierung

Die Kalibrierung der Geräte zur Messung der Ozonkonzentration muss in Übereinstimmung mit dem in ISO 13964 beschriebenen Verfahren erfolgen.

7 Verfahren

Das UV-Verfahren muss entsprechend ISO 13964 durchgeführt werden.

Andere Instrumente müssen entsprechend der Bedienungsanweisungen des Herstellers eingesetzt werden, wobei besondere Sorgfalt auf die Grundeinstellung, den Nullpunktabgleich sowie die Wartung und Überprüfung des Instruments, wie in Anhang B beschrieben, gelegt werden muss.

Die nasschemischen Verfahren müssen entsprechend Anhang C durchgeführt werden.

8 Darstellung der Ergebnisse

Im Allgemeinen wird die Ozonkonzentration φ_{O_3} in Teilen Ozon je Hundert Millionen Teilen Luft (Volumen) angegeben (pphm).

Allerdings darf die Ozonkonzentration auch in mg/m^3 oder in mPa angegeben werden. Der Ausdruck mg/m^3 zeigt die Anzahl der Ozonmoleküle je Volumen an, die für die Stärke des Ozonangriffs verantwortlich ist, abhängig sowohl von Druck als auch Temperatur (siehe Anhang A).

Zur Umrechnung gilt folgende Gleichung:

$$\varphi_{O_3} [\text{mg/m}^3] = 5,78 \times 10^{-3} \times \frac{p}{T} \times \varphi_{O_3} [\text{pphm}]$$

Dabei ist

p der atmosphärische Druck, in hPa;

T die Temperatur, in K.

Zur Angabe als Partialdruck des Ozons:

$$p_{O_3} [\text{mPa}] = 10^{-3} p \varphi_{O_3} [\text{pphm}]$$

Dabei ist

p der atmosphärische Druck, in hPa.

Für 1 013 hPa und 273 K, 1 pphm = 1,01 mPa.

9 Prüfbericht

Der Prüfbericht muss folgende Informationen enthalten:

- a) eine Verweisung auf dieses Dokument; d. h. ISO 1431-3;
- b) das verwendete Verfahren, d. h. Art des eingesetzten Gerätes oder des nasschemischen Verfahrens;
- c) die zeitliche Folge der Messungen, falls nicht kontinuierlich;
- d) die Ozonkonzentration oder der Bereich der gemessenen Konzentrationen, ausgedrückt in pphm oder mg/m^3 , oder mPa (Millipascal) O_3 -Partialdruck, korrigiert, falls erforderlich, mit einem Kalibrierfaktor;
- e) das Prüfdatum.

Anhang A (informativ)

Auswirkung des atmosphärischen Luftdrucks auf die Ozonrissbildung von Elastomeren

Die Geschwindigkeit der Ozonreaktion mit Elastomeren, z. B. die Rissbildungsgeschwindigkeit, ist eine Funktion der Kollisionshäufigkeit von Ozonmolekülen mit der Elastomeroberfläche und ist daher bei sonst gleichen Parametern abhängig von der Anzahl der vorhandenen Ozonmoleküle.

Das Zustandsgleichung idealer Gase und das Gesetz von Dalton ermöglichen die Angabe des Partialdrucks des Ozons p_{O_3} als eine Funktion der Anzahl der Ozonmoleküle n_{O_3} in dem Volumen V des Ozon/Luft-Gemisches; gemessen bei der Temperatur T .

$$p_{O_3} = n_{O_3} \frac{RT}{V}$$

Dabei ist

p_{O_3} der Partialdruck des Ozons, in mPa;

T die Temperatur, in K;

V das Volumen des Ozon/Luft-Gemisches, in m³;

R die Gaskonstante ($R = 8,314 \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$).

ANMERKUNG Bei Standardbedingungen der Temperatur (273 K) und Druck (1 atm., 760 Torr oder 1 013 hPa), 1 pphm = 1,01 mPa.

Es kann gezeigt werden, dass für den gleichen Ozongehalt je Volumen der ozonisierten Luft, gemessen bei der gleichen Temperatur, aber einem anderen Umgebungsdruck der Partialdruck des Ozons und die Anzahl der Ozonmoleküle im gleichen Verhältnis variieren wie der Umgebungsdruck.

Die Ergebnisse eines in Nordamerika durchgeführten Ringversuchsprogramms [3] beweisen den Effekt des Umgebungsdrucks auf die Risswachstumsgeschwindigkeit aufgrund von Ozon bei konstantem Ozongehalt je Volumen des Ozons.

Daher ist die Angabe der Ozonkonzentration in Laborprüfkammern auf der Basis Volumen je Volumen ungeeignet, falls Unterschiede im atmosphärischen Druck zu erwarten sind.

Die Auswirkungen dieser Variationen könnten korrigiert werden durch das Arbeiten mit einem konstanten Prüfkammerdruck oder durch Veränderung des volumetrischen Ozongehalts im umgekehrten Verhältnis zum atmosphärischen Druck. Der Effekt kann auch vermieden werden, indem die Ozonkonzentration als Partialdruck des Ozons in der ozonisierten Luft angegeben wird.

Anhang B (normativ)

Instrumentelle Verfahren (alternativ)

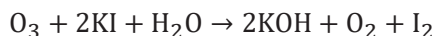
B.1 Elektrochemisches Verfahren

B.1.1 Kurzbeschreibung

Das Probengas wird mit einer festgelegten Durchflussrate durch eine coulometrische Zelle mit einer gepufferten Kaliumiodidlösung und einer Platinkathode sowie einer Silber- (bevorzugt) oder Quecksilberanode durchgeleitet.

Ozon reagiert mit dem Kaliumiodid und setzt Iodionen frei, die an der Kathode ionisiert und an der Anode durch Bildung von Silberiodid beziehungsweise Quecksilberiodid entfernt werden. Zwei Ladungseinheiten werden je Ozonmolekül erhalten und der sich ergebende Strom ist proportional zur Ozonkonzentration. Die Ursprungsspannung der Zelle wird durch eine Gegenspannung kompensiert, und es werden Korrekturen für die Umgebungstemperatur und den Druck angewandt (siehe Literaturhinweis [1]).

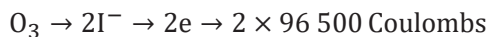
Die Reaktionsformel ist:



An der Kathode: $\text{I}_2 + 2\text{e} \rightarrow 2\text{I}^-$

An der Anode: $2\text{I}^- - 2\text{e} + 2\text{Hg} \rightarrow \text{Hg}_2\text{I}_2$

Nach Faradays Gesetz:



B.1.2 Gerät

Das Gerät muss aus der coulometrischen Zelle wie in Bild B.1 dargestellt bestehen, Standardmodelle sind kommerziell erhältlich.

Die Kathode hat die Form eines Platinkorbs, durch welchen die ozonisierte Luft durchgeleitet wird. Die Anode kann eine der folgenden Formen haben, wobei (b) der bevorzugte Zellentyp ist:

- a) ein Topf mit Quecksilber;
- b) eine Silbernetzspirale.

Das aus der Lösung durch das Ozon freigesetzte Iod wird an der Kathode ionisiert und von der durch die Luftdurchleitung verursachten Flüssigkeitszirkulation in Pfeilrichtung zur Anode transportiert. An der Anode wird unlösliches Quecksilberiodid oder Silberiodid gebildet unter Freisetzung der Ionenladung, die exakt äquivalent zur mit dem Luftstrom eingebrachten Ozonmenge ist.

Die Zelle muss mit einer wie in Bild B.2 dargestellten Analysatorschaltung verbunden sein.

Eine stabilisierte Gleichspannungsquelle wird entgegen dem scheinbaren Standardpotential, das auftritt, wenn die Zelle von ozonfreier Luft durchströmt wird, geschaltet. Dieses Standardpotential ist vom Anodenmaterial abhängig.

B.1.3 Reagenzien

Die gepufferte Kaliumiodidlösung wird wie folgt zubereitet:

Die folgenden Reagenzien werden in Analysereagenzien-Qualität abgewogen und in 1 l chlorid- und sulfat-freiem destillierten Wasser aufgelöst:

Kaliumiodid (KI)	1,50 g
Natriummonohydrogen-phosphat (Na_2HPO_4)	1,50 g
Kaliumdihydrogenphosphat (KH_2PO_4)	1,40 g

Dies sollte eine bei pH 6,5 bis pH 6,8 gepufferte Lösung ergeben.

B.1.4 Kalibrierung der Zelle

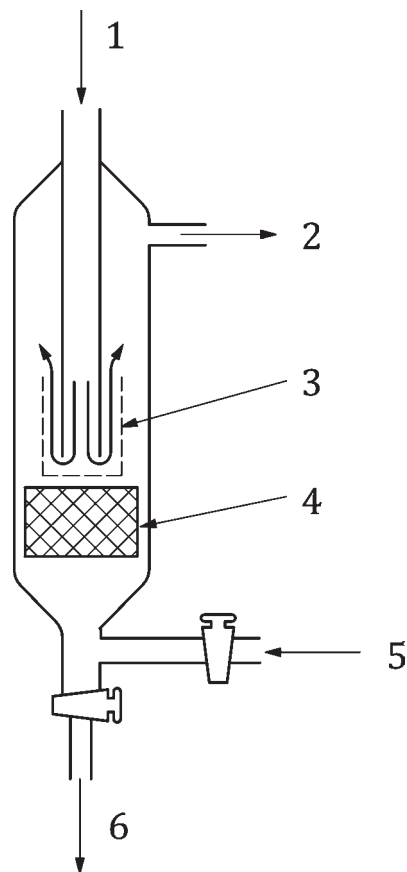
Bei einem angenommenen Gasdurchflussrate von $150 \text{ cm}^3/\text{min}$ bei Normal-Temperatur und -Druck und einem Ozongehalt von 100 pphm wird die Stromstärke betragen:

$$\frac{100 \times 10^{-8} \times 150 \times 2 \times 96,500 \times 10^6}{22,400 \times 60} = 21,54 \mu\text{A}$$

Daher kann in dem typischen Stromkreis wie in Bild B.2 dargestellt, der Analysator direkt durch die Beziehung Zellenstrom zu Ozonkonzentration kalibriert werden.

B.2 Chemolumineszenz

In Chemolumineszenz-Instrumenten wird ozonisierte Luft durch eine Kammer geleitet, wo sie mit einem Strom von Ethylen in Kontakt kommt. Die beiden Gase durchlaufen eine Chemolumineszenzreaktion mit der Emission von Photonen bei etwa 430 nm. Diese Emission von Energie wird durch einen Photomultiplier (Photovervielfacher) gemessen und zu einem elektrischen Signal proportional zur Ozonkonzentration konvertiert.

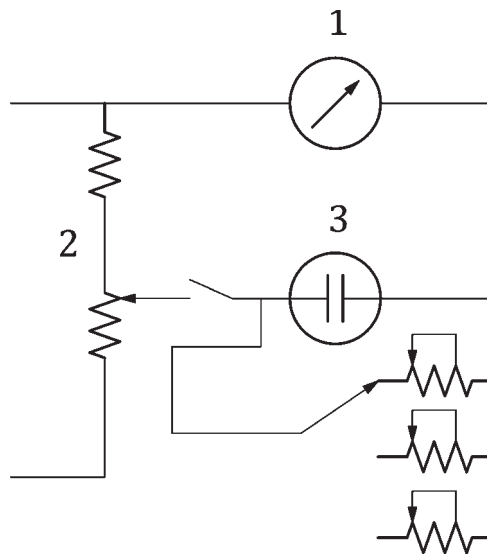


Legende

- 1 Luft/O₃
- 2 Luft
- 3 Kathode

- 4 Anode
- 5 Lösung-Zulauf
- 6 Ablauf

Bild B.1 — Analysator



Legende

- 1 Mikro-Amperemeter
- 2 stabile Gleichstromspannungsquelle
- 3 Zelle

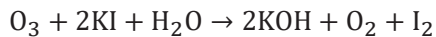
Bild B.2 — Einfacher Analysatorschaltkreis

Anhang C (normativ)

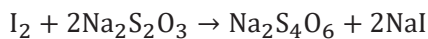
Nasschemische Verfahren

C.1 Allgemeine Theorie

C.1.1 Die Absorption von Ozon in einer neutral gepufferten wässrigen KI-Lösung liefert durch Oxidation freies Iod:



Die Zugabe von Natriumthiosulfatlösung zu der KI-Lösung vor der Absorption verursacht eine sofortige Reaktion zwischen dem freien Iod und dem Thiosulfat:



Daher entspricht ein $\text{O}_3 = 2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

C.1.2 Diese Verfahren sind unterteilt in drei alternative Verfahren I, II und III, die alle benutzt werden dürfen.

C.1.2.1 Verfahren I ist das weit verbreitete Verfahren der Absorption von O_3 in einer gepufferten KI-Lösung mit überschüssigem $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ für eine bestimmte Zeit, gefolgt von der üblichen Titration des überschüssigen $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ mit einer standardisierten Iodlösung bis zu einem elektrometrisch bestimmten Endpunkt.

C.1.2.2 Verfahren II ist eine Abwandlung von Verfahren I und verwendet ein Aufzeichnungsgerät zur Beobachtung der Spannung an den Elektroden des elektrometrischen Endpunktbestimmungsgeräts. Eine kleinere Menge (mehr Spüllösung) $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ wird zur KI-Lösung zugegeben und der Absorptionsprozess wird fortgesetzt, bis das $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ völlig verbraucht ist. An diesem Punkt steigt die Spannung abrupt an. Aus der Spannungsaufzeichnung kann die Zeit bis zum Abschluss der Reaktion einfach bestimmt werden und sie wird zur Berechnung der Ozonkonzentration benutzt.

C.1.2.3 Verfahren III ist eine weitere Variante mit Verwendung eines Konstantstromelektrolyseapparats zusammen mit einem elektrometrischen Endpunktdetektor.

C.2 Verfahren I

C.2.1 Herstellung der Reagenzien

C.2.1.1 Gepufferte Kaliumiodidlösung

Eine Lösung von KI in einer 0,1-mol/l-Phosphatpufferlösung wird benutzt. Sie wird hergestellt durch Lösen in 1 l destilliertem Wasser:

- 17,8 g kristallines Di-Natriumhydrogenphosphatdihydrat ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) oder die entsprechende Menge eines anderen Hydrats von Di-Natriumhydrogenphosphat;
- 13,6 g Kaliumdihydrogenphosphat (KH_2PO_4);
- $30 \text{ g} \pm 2 \text{ g}$ Kaliumiodid (KI).

Diese Lösung muss einen pH-Wert von 6,8 haben. Vor dem Einsatz wird sie auf freies Iod geprüft. Hierzu werden 10 ml der Lösung genommen und es wird geprüft, ob bei Zugabe von einigen Tropfen 2 mol/l HCl zusammen mit 0,5 ml Stärkepasta keine Farbänderung auftritt. Die zubereitete Lösung wird in einer braunen Schliffstopfenflasche an einem dunklen, kühlen Ort gelagert.

C.2.1.2 Natriumthiosulfatlösung $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$.

Diese Lösung kann einfach unter Verwendung einer kommerziell erhältlichen Standardlösung¹ hergestellt werden. Diese Lösung wird dunkel und kühl gelagert. Unter diesen Bedingungen wird der Titer für 6 Monate stabil bleiben.

C.2.1.3 Natriumthiosulfatlösung $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,002 \text{ mol/l}$.

Diese Lösung wird am Tag der Analyse frisch von der 0,1-mol/l-Lösung durch entsprechende Verdünnung mit destilliertem Wasser hergestellt. Zum Beispiel werden 5 ml der 0,1-mol/l-Lösung in einen 250-ml-Kolben pipettiert und mit frisch destilliertem Wasser bis zur Marke aufgefüllt.

C.2.1.4 Iodlösung $c(\text{I}_2) = 0,05 \text{ mol/l}$.

Diese Lösung kann einfach unter Verwendung einer kommerziell erhältlichen Standardlösung¹ hergestellt werden. Diese Lösung wird dunkel und kühl gelagert. Unter diesen Bedingungen wird der Titer für 6 Monate stabil bleiben.

C.2.1.5 Iodlösung $c(\text{I}_2) = 0,001 \text{ mol/l}$.

Herstellung analog zu C.2.1.3 mit der Iodlösung nach C.2.1.4.

C.2.2 Geräte

C.2.2.1 Geräte zur Herstellung der Reagenzien

C.2.2.1.1 250 ml und 1 000 ml Messkolben.

C.2.2.1.2 5 ml Pipette.

C.2.2.1.3 Waage, auf 5 mg genau.

C.2.2.2 Ozonabsorptionsapparate

Material in Kontakt mit ozonisierter Luft darf Ozon nicht merklich absorbieren. Die Glasgeräte müssen vor Gebrauch einige Stunden dem Ozon ausgesetzt sein. Verbindungsrohre müssen so kurz wie möglich sein und müssen einen Durchmesser von mindestens 4 mm haben. Unvermeidliche Verbindungsrohre müssen die kleinstmögliche Kontaktfläche zum Ozon haben.

C.2.2.2.1 Zwei 100 ml Gaswaschflaschen aus Glas, verbunden wie in Bild C.1 dargestellt.

VORSICHT — Keine Flaschen mit Glasfritten verwenden, da sie Einfluss auf die Messung haben.

1 Titrisol® von Merck ist ein Beispiel für ein geeignetes, im Handel erhältliches Produkt. Diese Informationen dienen der Benutzerfreundlichkeit dieses Dokuments und stellen keine Befürwortung dieses Produkts durch ISO dar.