

DIN SPEC 91457



ICS 13.020.99; 71.040.40; 71.060.10

Einsprüche bis 2022-09-22

**Photokatalyse –
Bestimmung der Produktbildung in der CO₂-Reduktion;
Text Deutsch und Englisch**

Photocatalysis –
Determination of product formation in CO₂ reduction;
Text in German and English

Photocatalyse –
Détermination de la formation des produits dans le cadre de la réduction du CO₂;
Texte en allemand et anglais

Anwendungswarnvermerk

Dieser Entwurf mit Erscheinungsdatum 2022-07-22 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Spezifikation 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 info@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 das DIN e. V., 10772 Berlin oder Am DIN-Platz, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

Die Empfänger dieses Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 27 Seiten

Dieses Dokument wurde durch die im Vorwort genannten Verfasser erarbeitet und verabschiedet.

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Versuchsaufbau	6
4.1 Allgemeines	6
4.2 Genereller Versuchsaufbau	6
4.3 Aufbau des Photoreaktors	7
5 Anforderungen	8
5.1 Verwendete Materialien	8
5.2 Lichtquelle	9
5.3 Detektor	9
5.4 Dosiersystem	9
5.5 Druckmesser	9
5.6 Probe und verwendete Reaktionsgase	10
5.6.1 Probe	10
5.6.2 Verwendete Reaktionsgase	10
6 Messung	10
6.1 Allgemeines	10
6.2 Messparameter	10
6.3 Probenvorbereitung	11
6.4 Bestimmung der Produktbildung	11
7 Berechnung der photokatalytisch gebildeten Stoffmengen	11
8 Dokumentation	12
Literaturhinweise	13

Bilder

Bild 1 — Allgemeiner Versuchsaufbau	7
Bild 2 — Reaktoraufbau	7
Bild 3 — Reaktionskammer	8

Vorwort

Diese DIN SPEC wurde nach dem PAS-Verfahren erarbeitet. Die Erarbeitung von DIN SPEC nach dem PAS-Verfahren erfolgt in DIN-SPEC-Konsortien und nicht zwingend unter Einbeziehung aller interessierten Kreise.

Die vorliegende DIN SPEC ging aus dem Projekt „CO2WIN Connect“ (Förderkennzeichen 033RC016) im Rahmen der vom Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF) geförderten Initiative „CO2WIN“ hervor.

GEFÖRDERT VOM



Bundesministerium
für Bildung
und Forschung

Die Erarbeitung und Verabschiedung des Dokuments erfolgten durch die nachfolgend genannten Initiator(en) und Verfasser:

— Leibniz-Institut für Katalyse e.V. (LIKAT Rostock)

Prof. Dr. Jennifer Strunk (Obfrau)

— Gottfried Wilhelm Leibniz Universität Hannover

Prof. Dr. Bahnemann

— DECHEMA-Forschungsinstitut

Dr. Jonathan Bloh

— Universität Bayreuth

Prof. Dr. Roland Marschall

— University of Twente

Dr. Bastian Mei

— Evonik Operations GmbH

Dr. Frank Menzel

— Universität Ulm

Prof. Dr. Dirk Ziegenbalg

Für dieses Thema bestehen derzeit keine Normen im Deutschen Normenwerk.

DIN SPEC sind nicht Teil des Deutschen Normenwerks.

Für diese DIN SPEC wurde ein Entwurf veröffentlicht.

Trotz großer Anstrengungen zur Sicherstellung der Korrektheit, Verlässlichkeit und Präzision technischer und nicht-technischer Beschreibungen kann das DIN-SPEC-Konsortium weder eine explizite noch eine implizite Gewährleistung für die Korrektheit des Dokuments übernehmen. Die Anwendung dieses Dokuments geschieht in dem Bewusstsein, dass das DIN-SPEC-Konsortium für Schäden oder Verluste jeglicher Art nicht haftbar gemacht werden kann. Die Anwendung der vorliegenden DIN SPEC entbindet den Nutzer nicht von der Verantwortung für eigenes Handeln und geschieht damit auf eigene Gefahr.

Die kostenfreie Bereitstellung dieses Dokuments als PDF-Version über den Beuth WebShop wurde im Vorfeld finanziert.

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Einleitung

Mittels photokatalytischer Spaltung oder Reduktion können Produkte wie Treibstoffe oder Basischemikalien aus CO₂ dargestellt werden. Aufgrund der Relevanz von CO₂ als Treibhausgas und dessen Verfügbarkeit ist dessen Verwendung als Ausgangsstoff eine vielversprechende Alternative zur Verwendung fossiler Ausgangsstoffe. Dieses Dokument soll eine Vergleichbarkeit der Messungen der verschiedenen Katalysatoren hinsichtlich ihrer Leistungsfähigkeit schaffen. Potentielle Fehlerquellen im Messaufbau und in der Durchführung sollen benannt und vermieden werden.

Das Besondere an diesem Dokument ist, dass es der erste DIN-Standard zur Photokatalyse ist, in dem Photokatalyse zur Synthese und nicht primär zum Abbau von Schadstoffen eingesetzt wird.

Der Bedarf an diesem Dokument wurde im Rahmen des Forschungs- und Entwicklungsvorhabens „CO₂ als nachhaltige Kohlenstoffquelle – Wege zur industriellen Nutzung (CO₂-WIN)“ im Rahmenprogramm „Forschung für Nachhaltigkeit – FONA³“ vom Bundesministerium für Bildung und Forschung identifiziert. Die davon geförderten Projekte PRODIGY (Prozessentwicklung in der Gas-Feststoff-Photokatalyse für die Reduktion von CO₂, 033RC024) und CO₂SimO (Photoelektrochemische CO₂-Reduktion bei Simultaner Oxidativer Wertstoffgewinnung, 033RC029) sowie CO₂Win Connect waren an der Erstellung dieses Dokuments maßgeblich beteiligt. Zudem baut dieses Dokument auf den Ergebnissen des vom Bundesministerium für Bildung und Forschung im Rahmen der Förderlinie CO₂Plus geförderten Projekts PROPHECY (Prozesskonzepte für die Photokatalytische CO₂-Reduktion verbunden mit Life-Cycle-Analyse, 033RC003) auf.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt Anforderungen für die Bestimmung der Produktbildung aus CO₂ mittels Photokatalyse fest. Dabei werden Festlegungen an das Reaktordesign, Reinigungsschritte, die verwendeten Proben und Chemikalien, die notwendigen Reaktionsparameter sowie die Reihenfolge der notwendigen Messungen getroffen. Dadurch soll der Einfluss von Verunreinigungen und systematischen Messfehlern reduziert werden, wodurch die an verschiedenen Systemen in der CO₂-Reduktion ermittelten Messdaten (Produktausbeute etc.) zwischen verschiedenen Laboren vergleichbar werden. Dieses Dokument ist nur für reine Gasphasensysteme unter Ausschluss von Sauerstoff anwendbar.

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).

DIN CEN/TS 16599 (DIN SPEC 7397), *Photokatalyse — Bestrahlungsbedingungen zum Prüfen photokatalytischer Eigenschaften von halbleitenden Werkstoffen und die Messung dieser Bedingungen*

3 Begriffe

In diesem Dokument werden keine Begriffe aufgeführt.

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

- DIN-TERMinologieportal: verfügbar unter <https://www.din.de/go/din-term>
- DKE-IEV: verfügbar unter <http://www.dke.de/DKE-IEV>

4 Versuchsaufbau

4.1 Allgemeines

Der für das photokatalytische CO₂-Reduktionsexperiment vorgeschlagene Reaktor ermöglicht die Bestimmung der Produktbildung unter Bedingungen hoher Reinheit und gewährleistet die Reproduzierbarkeit der Testung. Der Ausschluss externer, kohlenstoffhaltiger Kontaminationsquellen ist nötig, um eine scheinbare Aktivität der getesteten Materialien zu vermeiden.

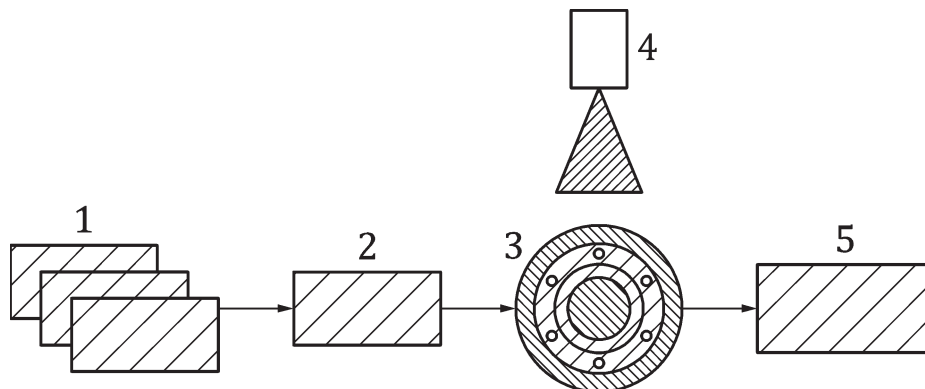
4.2 Genereller Versuchsaufbau

Der Versuchsaufbau besteht aus fünf Hauptteilen:

- 1) Photoreaktor, in dem die Bestrahlung des Photokatalysators in Gegenwart der ausgewählten Reaktantenmoleküle (z. B. CO₂ und H₂O) erfolgt;
- 2) Massendurchflussregler zur Zufuhr erforderlicher Gasreaktanten in die Reaktionskammer sowie geeignete Sensorik (Temperatur, Luftfeuchte, Druck, ...);
- 3) geeignetes Dosiersystem zur Zugabe von Coreaktanten in die Reaktionskammer (z. B. Zugabe von H₂O bei der photokatalytischen CO₂-Reduktion mittels eines temperierten Gasphasen-Sättigers);
- 4) Bestrahlungssystem zur Bestrahlung des Photokatalysators mit Photonen geeigneter Wellenlängen und Intensitäten; sowie

- 5) Gasphasen-Analytik zur quantitativen und qualitativen Identifizierung gebildeter Produkte. Relevante Nachweisgeräte können z. B. ein Gaschromatograph (GC) oder ein Massenspektrometer (MS) sein.

Bild 1 veranschaulicht den allgemeinen Versuchsaufbau.



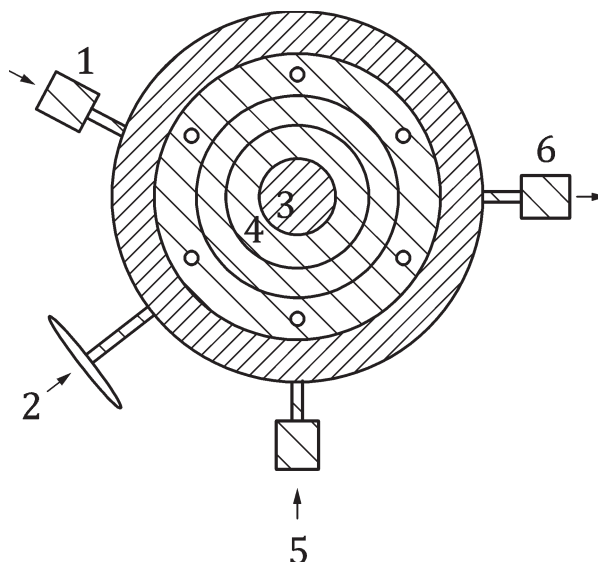
Legende

- | | |
|--|----------------------|
| 1 Massendurchflussregler mit geeigneter Sensorik | 4 Bestrahlungssystem |
| 2 Dosiersystem | 5 Analytik |
| 3 Photoreaktor | |

Bild 1 — Allgemeiner Versuchsaufbau

4.3 Aufbau des Photoreaktors

Wie in Bild 2 gezeigt, besteht der Reaktor aus einem Einlass für das Eduktgasgemisch (außerhalb des Reaktors gemischte Gase), gegebenenfalls einem Temperiermantel (doppelwandige Ausführung) mit Temperaturerfassung, einem Abgasauslass und einem Anschluss an ein geeignetes Detektionsgerät.



Legende

- | | |
|------------------|--------------------------|
| 1 Einlass | 4 Reaktorgrundfläche |
| 2 Druckmessgerät | 5 Vakuumpumpe (optional) |
| 3 Probe | 6 Auslass zur Analytik |

Bild 2 — Reaktoraufbau

Mindestens zwei Ventile werden verwendet, um den Gasströmungsweg durch die Reaktionskammer zu steuern. Diese Ventile müssen für den angestrebten Druckbereich geeignet sein.

Bei Verwendung einer Vakuumpumpe ist darauf zu achten, entweder einen ölfreien Typ zu verwenden oder sie mit einer Ölfalle zum Reaktionsraum hin zu betreiben.

Der Aufbau der Reaktionskammer ist in Bild 3 dargestellt.

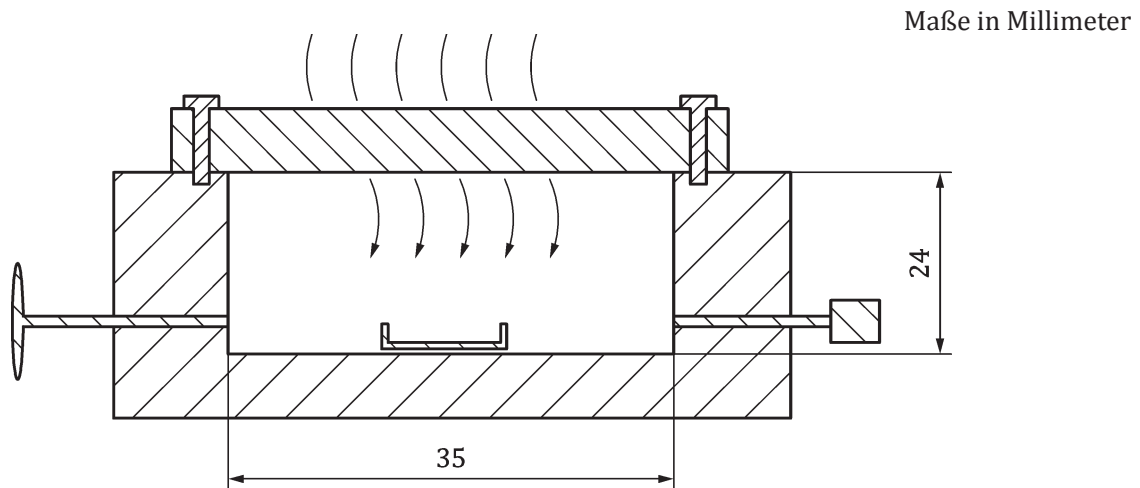


Bild 3 — Reaktionskammer

Die zylindrische Reaktionskammer muss einen Innendurchmesser von $(3,5 \pm 0,1)$ cm bei einer Höhe von $(2,4 \pm 0,1)$ cm (gemessen vom Kammerboden bis zur inneren Quarzfensteroberfläche) haben.

Der Durchmesser des Glasfensters muss mindestens den Innendurchmesser des Zylinders von $(3,5 \pm 0,1)$ cm betragen. Das Fenster muss im Emissionsbereich der Lichtquelle transparent sein.

Die Lichtquelle ist so zu positionieren, dass die Anforderungen nach 5.2 eingehalten werden.

Um die absolute Stoffmenge bestimmen zu können, muss das gesamte Volumen des Reaktors inklusive der Zuleitungen bis zu den Ventilen einmalig bestimmt werden.

ANMERKUNG Die Bestimmung kann gravimetrisch mittels Differenzmessung mit Wasser oder über geometrische Rechnungen erfolgen.

5 Anforderungen

5.1 Verwendete Materialien

Im gesamten Versuchsaufbau ist auf die Verwendung aus Metall, Keramik oder Glas gefertigter Komponenten zu achten. Dazu gehören alle gasführenden Rohre, Dichtsysteme (z. B. Dichtringe), Ventile, Verbinder, Anschlüsse und Adapter. Es sollten keine Dichtungsmaterialien auf Gummi- oder Fettbasis verwendet werden, da diese als Quellen für kohlenstoffhaltige Verunreinigungen wirken können und dadurch die Genauigkeit und Reproduzierbarkeit der Ergebnisse der untersuchten Materialien und Reaktionen beeinträchtigt werden kann. Die Verwendung von Schmiermitteln, Gummistopfen oder andersartiger kohlenstoffhaltiger Komponenten muss vermieden werden. Ausnahmen dürfen nur gemacht werden, wenn keine Möglichkeit besteht, Teile aus kohlenstofffreien Materialien zu verwenden.

ANMERKUNG Ein solcher Fall könnte das Vorhandensein eines Elastomerrings sein, der das Quarzfenster der Reaktionskammer mit seinem metallischen Deckel abdichtet. In diesem Fall sollte eine Konstruktion in Betracht gezogen werden, bei der der Elastomerring nicht durch das zugeführte Licht bestrahlt wird.

Vor Inbetriebnahme des Reaktors muss eine umfangreiche Lecksuche erfolgen, um sicherzustellen, dass keine Wechselwirkungen zwischen der äußeren Atmosphäre und dem Versuchsaufbau bestehen. Das Vorhandensein eines an der Reaktionskammer angebrachten Druckmessers und die Identifizierung von O₂ und N₂ mit geeigneter Analytik können hierzu hilfreiche Informationen liefern.

Um einen möglichen Anteil der freigesetzten kohlenstoffhaltigen Produkte durch den Versuchsaufbau zu quantifizieren, muss ein Blindversuch mit Inertgas ohne Anwesenheit eines Photokatalysators mit Bestrahlung durchgeführt werden. Der Anteil an Verunreinigungen sollte möglichst gering sein, um später schwachaktive Proben messen zu können.

5.2 Lichtquelle

Die Lichtquelle muss den Anforderungen von DIN CEN/TS 16599 (DIN SPEC 7397) entsprechen.

Die Bestrahlungsstärke muss dabei mittels eines Spektralradiometer oder ähnlichen Messsystemen gemessen werden. Die Lichtquelle muss den Probenkörper durch das Sichtfenster gleichmäßig bestrahlen.

ANMERKUNG Weitere Informationen zur Messung von Bestrahlungsdichten können DIN EN ISO 4892-1 entnommen werden.

Die Bestrahlungsstärke muss am Ort der Probe bestimmt und im Prüfbericht angegeben werden. Die Bestimmung der Intensität an einem Punkt in der Mitte der Probe ist ausreichend.

Jedes Mal, wenn die Position der Lichtquelle geändert wird, muss die Intensität erneut bestimmt werden.

Eine direkte Vergleichbarkeit zwischen verschiedenen Messungen ist nur dann gegeben, wenn sowohl Lichtspektrum als auch Bestrahlungsstärke gleich sind.

5.3 Detektor

Der Detektor muss eine Spurengasanalytik für kohlenstoffhaltige Produkte im ppm-Bereich gewährleisten können.

BEISPIEL Ein geeigneter Detektor ist ein Gaschromatograph mit einem Flammenionisationsdetektor für Kohlenwasserstoffe. Für die Detektion von Kohlenmonoxid könnte derselbe Detektor mit Methanisator verwendet werden. Eine andere Option wäre ein auf einem Helium-Plasma basierender Detektor.

Der Detektor muss mit geeigneten Kalibriergasen und den definierten zeitlichen Abständen entsprechend der Angaben des Herstellers kalibriert werden.

5.4 Dosiersystem

Das Dosiersystem muss aus Stahl, Glas oder Keramik gefertigt sein, um Verunreinigungen zu vermeiden und muss die Zugabe des zu oxidierenden Reaktionspartners ermöglichen.

BEISPIEL Wasser könnte über einen Sättiger aus Glas oder einen Sättiger aus Edelstahl mit Glaseinsatz zugegeben werden.

5.5 Druckmesser

Der Druckmesser muss eine Genauigkeit $\leq 0,01$ bar haben und einen Messbereich von 0,1 bar bis 1,5 bar abdecken.