

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 23761-2009

# 光催化空气净化材料性能 测试方法

Test method of photocatalytic materials for air purification

2010-01-01 实施

# 前言

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC 63/SC 1)归口。

本标准负责起草单位:福州大学光催化研究所、中国化工学会新材料委员会光催化材料及应用分会。

本标准参加起草单位:中国科学院理化技术研究所、攀枝花纳尔美环境科技有限公司、宁波康瑞洁纳米环保科技有限公司、深圳安强科技发展有限公司、约克广州空调冷冻设备有限公司、天津宇野环境科学有限公司。

本标准主要起草人:付贤智、只金芳、刘平、邵宇、戴文新、咸才军、何明兴。

本标准为首次发布。

# 光催化空气净化材料性能 测试方法

#### 1 范围

本标准规定了空气净化用光催化材料的定义、原理、材料、测试装置、分析步骤、结果计算和试验报告。

本标准适用于在气相环境中使用的具有空气净化能力材料的光催化性能的测试。本标准不适用于液相中使用的光催化净化材料。

### 2 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

2.1

光催化剂 photocatalyst

在一定的光源激发下,能够产生光催化作用的材料。

2.2

光催化空气净化材料 photocatalytic materials for air purification 利用光催化性能净化空气的材料。

2.3

光催化去除量 removal amount by photocatalysis

光照条件下,一定面积的光催化材料去除污染物的量,用 mg/(h·m²)或 mg/(min·cm²)表示。

2.4

光催化去除率 removal ratio by photocatalysis

光照条件下,污染物的去除量与其初始量之比,数值以百分数表示。

2.5

光催化空气净化材料性能稳定性 performance stability of photocatalytic materials for air purification

光催化材料在高浓度污染物的气氛中经长时间光照处理后,测得的光催化降解量与第一次试验时 测得的光催化降解量的比值,数值以百分数表示。

#### 3 原理

本测试方法是将光催化材料样品置于含有污染物的空气中,以获得其在光作用下净化空气的性能。其中,以乙醛作为反应污染物。测试时,反应气一次通过反应器,此时反应器中的样品在光照作用下氧化分解乙醛,得到光照后反应器出口处乙醛的浓度,将此值与光照前的乙醛出口浓度比较得出乙醛的光催化降解率。提高反应物浓度,重复测试样品的乙醛光催化降解量,与第一次测试结果进行比较得出光催化性能的稳定性大小。最后以乙醛的光催化降解率和稳定性评价光催化材料样品的空气净化性能。

# 4 材料

- 4.1 标准乙醛气:由乙醛和氮气(纯度为 99.99%)混合而成,乙醛浓度为 50 mL/m3~200 mL/m3;
- 4.2 氧气:纯度为99.99%。

#### 5 测试装置

测试装置系统由反应系统和分析系统组成。

#### 5.1 反应系统组成

样品的光催化性能测试是在连续流动反应装置中进行,反应装置由反应气供应、光源、光催化反应器组成。由于反应物浓度很低,因此构成装置的材料必须满足低吸附性和抗紫外线的要求。测试装置原理图见图 1 所示。

# 5.1.1 反应气供应

反应气由标准乙醛气和氧气混合制得。一定温度下,已知浓度的乙醛反应气以恒定流量连续通人反应器中。反应气的流量和乙醛浓度由气体质量控制器分别控制氧气和标准乙醛气实现,两种气体经混合器混合后进入反应器,其流量应控制在设计流量值的5%范围波动。一般的,反应气的总流量控制在100 mL/min,乙醛的浓度控制在50 mL/m³以下。

单位为毫米

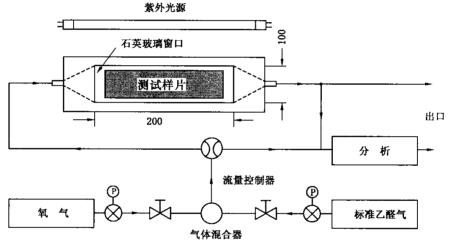


图 1 测试装置结构原理图

#### 5.1.2 光催化反应器

光催化反应器是一全密闭的方型反应器,其内部装有 200 mm×100 mm 大小、可调节高度的支撑块,测试样片放置在支撑块上。支撑块上方有一与其平行的光路窗口,反应器外部的紫外光通过此窗口照射到样片表面。通过调节支撑块的高度使得样片表面与窗口之间的距离大于 5.0 mm。反应气只能在样片表面和窗口之间通过。光路窗口材料可选用石英玻璃或硼玻璃。

#### 5.1.3 光源

光源有两种,依据光催化材料测试要求而定。当测试光催化材料的紫外光催化性能时,使用紫外光源。紫外光源由主波长为 365 nm、功率为 8 W 的四只管状紫外灯提供;当测试光催化材料的室内光催化性能时,使用主波长为 400 nm~760 nm、功率为 8 W 的四只管状荧光灯。四只灯平行固定在光路窗口的上方,每只灯管的间距为 2 cm~3 cm。光在样品表面各点照度的测量用适合波长范围的光照度计测量。测试时,标识出样品表面的两条对角线,测试每条对角线上相等间隔的 5 个点的光照强度,每点光照强度的平均值应为 1 mW/cm² ± 0.1 mW/cm²,同时保证灯与样品最小距离不小于 5 mm。

照度计要求: $\lambda=320~\rm nm\sim400~\rm nm$ ,  $\lambda_P=365~\rm nm$ , 精度 5%, 测定范围: $0.1~\mu W/\rm cm^2\sim199~mW/cm^2$ 。 注: 当样品表面的光照强度低于要求时,适当调整灯管与样品表面的距离。当无法满足要求时,应更换灯管。

# 5.2 分析系统

利用带有氢火焰离子检测器(FID)的气相色谱仪(所用氢气纯度 99. 99%)在线分析反应器出口处

的各物质浓度。分析时也可通过气体注射器进行离线分析色谱工作条件为:直径为 3 mm 的 Porapak Q型(或 Porapak R型)填充柱,柱温 100 ℃,进样口温度 150 ℃,FID 和 TCD 检测器温度分别为 150 ℃ 和 120 ℃。载气为 99.999%高纯氮气(也可为高纯氦气),流速 30 mL/min~70 mL/min。利用 FID 和 TCD 分别检测乙醛和 CO, 浓度。

#### 5.3 测试样品

测试样品通常为长 200 mm ± 2 mm, 宽 100 mm ± 2 mm 的片状材料,样片的厚度尽量不大于 10 mm。

测试样品也可以是粒状材料,测试时,样品堆实在样品盘上,其堆放尺寸与片状材料相同,但厚度尽可能薄,并测得样品的堆体积。

注: 若样品侧面吸附性很强, 应该在测试前用惰性材料密封。

#### 6 分析步骤

6.1 安全提示:紫外灯光照时应避免紫外光与人体直接接触。

#### 6.2 样品预处理

评价前,样品预先干燥处理,干燥条件一般为 120 ℃恒温 2 h 以上,也可以其他方式干燥,前提是不破坏光催化材料本身的外观。而后置于紫外灯下光照 16 h 以上,确保其吸附的有机物质被分解。光照强度不小于 1 mW/cm²,并保证照射均匀。样品预处理尽量在测试前进行,处理好应立即评价。如果不能立即评价,样品必须保持在干净的、无污染性气体的气密性容器中。

### 6.3 测试准备

# 6.3.1 调节反应物浓度

分别调节乙醛标准气和氧气的流量,控制反应气中乙醛浓度约为 5.0 mL/m³,反应气流量为 100 mL/min。利用色谱仪分析反应进气中的乙醛浓度( $\varphi_{An}$ ),直至连续三次测试值的偏差(E)小于 2%。此时取三次平均值( $\varphi_{An}$ )为进气中的乙醛浓度( $\varphi_{An}$ )。

#### 6.3.2 调节温度

在进行 6.3.1 之中或之后调节室内温度到(25 ℃±3 ℃)。在温度稳定后才可进行后续工作。

#### 6.3.3 安装测试样品

将预处理过的样品平放在光反应器中的支撑块上,标识出样品表面的两条对角线,测试每条对角线上相等间隔的 5 个点的光照强度,调节支撑块的高度,使得样品表面每点光照强度的平均值应为 1 mW/cm² ± 0.1 mW/cm²,同时保证样片上表面与石英玻璃窗口的距离为不小于 5.0 mm,样品不同位置高度差应小于 1.0 mm。而后合上石英玻璃窗口,反应器必须保证密封。

# 6.4 暗吸附过程

#### 6.4.1 去除反应器及样品中的 CO₂

将反应气(也可为其他不含  $CO_2$  的气体,即气体中  $CO_2$  含量小于  $1.0~mL/m^3$ )通人反应器中,定期测量出口处的  $CO_2$  浓度,直至出口处  $CO_2$  浓度( $\varphi_{CD_{pre}}$ )稳定且小于  $1.0~mL/m^3$ 。此时光催化材料的活性可用  $CO_2$  生成量表示。若  $CO_2$  含量在一段时间内(不超过 90~min)无法去除至小于  $1.0~mL/m^3$ ,此材料的光催化性能无法用  $CO_2$  的生成量表示,而只能用乙醛的去除量或去除率表示。此时说明该样品材料吸附  $CO_2$  的能力很强。

#### 6.4.2 暗吸附过程

在 6.3.1 的过程中,每隔 15 min 测试出口处的乙醛浓度,当出口的乙醛浓度等于进气中的乙醛浓度,此时间可为此光催化材料的暗吸附时间。若 30 min 后乙醛的出口浓度低于进气浓度的 90%,则继续在暗条件下通人反应气,以出口浓度达到进气浓度的 90%所需时间为暗吸附时间。此乙醛出口浓度为光照前的乙醛初始浓度( $\varphi_{APO}$ )。若通人反应气 90 min 后,乙醛的出口浓度仍低于进气浓度的 90%,停止通气。此时样片吸附乙醛性能太强,此方法不适合测其光催化活性。

#### 6.5 光催化去除量测试

#### 6.5.1 浓度测试

对于符合此方法测试的样品,暗吸附结束后,继续稳定地通入反应气,打开紫外灯。每隔 15 min 测试出口气中乙醛和 CO<sub>2</sub> 的浓度。反应至少进行 3 h,直至乙醛浓度稳定。取反应最后 1 h 的平均值 (3 个以上的平均)为乙醛的出口浓度(φ<sub>ap</sub>)。此值用于计算去除量和去除率。

# 6.5.2 停止光照过程

停止光照,继续通气 30~min。在此期间测量出口气中的乙醛浓度,取平均值,确保乙醛浓度等于进气中的乙醛浓度( $5.0~mL/m^3$ )。对于满足 6.4.1~pin  $CO_2~ed$  生成量衡量光催化性能的样品,同时测出口气中的  $CO_2~浓度(\varphi_{CDpost})$ ,该值与光照前的  $CO_2~xe$   $(\varphi_{CDpost})$ ,大小差异应小于  $1.0~mL/m^3$ 。

#### 6.6 稳定性测试

按 6 的步骤在高浓度污染物气氛中反应,此时反应气中的乙醛浓度为正常反应时的 5 倍,反应时间 24 h 后,将乙醛浓度重新调整为 5 mL/m³,继续反应 3 h,以反应最后 1 h 的乙醛浓度平均值作为出口浓度。

注:测试过的样品重新进行测试时,需按 6.2 重新进行预处理。

## 6.7 低光催化去除率的样品测试

按照上述条件测得样品的光催化去除乙醛率较低时(去除率小于 5.0%),可通过降低反应气的流量而提高去除率。反应气流量的改变通常按倍数减少。例如,可由原先的 100 mL/min 降至50 mL/min。若得出去除率还是较低时,可将反应气流量继续减半至 25 mL/min。而后同样按 7 计算结果。

#### 7 结果计算

7.1 三次测试值偏差以E计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$E = \frac{\sum_{n=1}^{3} |\varphi_{An} - \varphi_{An}|}{3 \times \varphi_{An}} \times 100 \qquad \dots (1)$$

式中:

 $\varphi_{An}$  — 第 n 次乙醛浓度测试值的数值,单位为豪升每立方米( $mL/m^3$ );

 $\varphi_{Aa}$  ——三次测试算术平均值的数值,单位为毫升每立方米 $(mL/m^3)$ 。

7.2 乙醛光催化去除量以 Q<sub>A</sub> 计,数值以 mg/(h·m²)表示,按式(2)计算:

$$Q_{A} = \frac{(\varphi_{AF0} - \varphi_{AP}) \times \rho_{A} \times F \times 60}{S \times 1000}$$

式中:

 $arphi_{AP0}$ ——反应气中乙醛初始浓度的数值(光照前乙醛的出口浓度),单位为毫升每立方米( $mL/m^3$ );

 $\varphi_{AP}$  光照下乙醛出口浓度的数值,单位为毫升每立方米( $mL/m^3$ );

 $\rho_A$ ——乙醛气体密度的数值,单位为克每升(g/L)[可用 M/22.4 表示(M 为乙醛分子量)];

F——标准状态下反应气流量的数值,单位为升每分(L/min);

S——样品有效面积的数值(等于边框所限面积的数值),单位为平方米 $(m^2)$ 。

7.3 乙醛光催化去除率以 P, 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$P_{\rm r} = \frac{(\varphi_{\rm APO} - \varphi_{\rm AP})}{\varphi_{\rm APO}} \times 100 \qquad \qquad \cdots \qquad (3)$$

式中:

 $\varphi_{APO}$ ——反应气中乙醛初始浓度的数值(光照前乙醛的出口浓度),单位为毫升每立方米( $mL/m^3$ );  $\varphi_{AP}$ ——光照下乙醛出口浓度的数值,单位为毫升每立方米( $mL/m^3$ )。

7.4 稳定性以 D 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$D = \frac{Q_{As}}{Q_A} \times 100 \qquad \qquad \cdots \qquad (4)$$

式中:

 $Q_{A}$ —按 6.6 稳定性试验后测得的乙醛光催化去除量的数值,单位为毫克每小时平方米  $\lceil mg/(h \cdot m^2) \rceil$ ;

 $Q_A$ ——乙醛光催化去除量的数值,单位为豪克每小时平方米 $\lceil mg/(h \cdot m^2) \rceil$ 。

7.5 CO<sub>2</sub> 的生成量以 Q<sub>e</sub> 计,数值以 mg/(h·m²)表示,按式(5)计算:

$$Q_{c} = \frac{(\varphi_{CP} - \varphi_{CD}) \times \rho_{C} \times F \times 60}{S \times 1000}$$
 (5)

式中:

 $\varphi_{CP}$ ——光照下  $CO_2$  出口浓度的数值,单位为毫升每立方米( $mL/m^3$ );

 $\varphi_{CD}$ ——无光照下  $CO_2$  出口浓度的数值,单位为毫升每立方米( $mL/m^3$ );

 $\rho_{\rm c}$  —  $CO_2$  气体密度的数值,单位为克每升(g/L),[可用 M/22.4 表示(M 为  $CO_2$  分子量)];

F——标准状况下反应气流量的数值,单位为升每分(L/min);

S——样品有效面积的数值(等于边框所限面积的数值),单位为平方米(m²)。

无光照下  $CO_2$  的浓度  $(\varphi_{CD})$  是光照前和停止光照后两种情况下  $CO_2$  浓度的平均值,此时两种  $CO_2$  浓度  $(\varphi_{CDpre} \ n)$  大小差异应小于  $1.0 \ mL/m^3$ 。其结果按式 (6) 计算:

式中,

φ<sub>CDore</sub>——光照前 CO<sub>2</sub> 出口浓度的数值,单位为毫升每立方米(mL/m³);

 $\varphi_{CDpost}$ ——停止光照后  $CO_2$  出口浓度的数值,单位为毫升每立方米( $mL/m^3$ )。

7.6 乙醛的矿化率以 M, 计,数值以%表示,按式(7)计算:

$$M_{\rm r} = \frac{Q_{\rm c} \times 60}{Q_{\rm a} \times 44} \times 100 \qquad \qquad (7)$$

式中,

 $Q_A$ ——乙醛光催化去除量的数值,单位为毫克每小时平方米[mg/( $h \cdot m^2$ )];

 $Q_c$ —二氧化碳( $CO_2$ )的生成量的数值,单位为豪克每小时平方米 $[mg/(h \cdot m^2)]$ 。

- 7.7 对于粒状样品,乙醛光催化去除量  $Q_A$ 、稳定性 D、二氧化碳生成量  $Q_C$  和乙醛矿化率分别按 7.7.1 中公式(8)、7.7.2 中公式(9)、7.7.3 中公式(10)和 7.7.4 中公式(11)计算,而光催化去除率依然按 7.3 中公式(3)计算。
- 7.7.1 乙醛光催化去除量以 Q<sub>A</sub> 计,数值以 mg/(h·m³)表示,按式(8)计算:

$$Q_{\rm A} = \frac{(\varphi_{\rm APO} - \varphi_{\rm AP}) \times \rho_{\rm A} \times F \times 60}{V \times 1000} \qquad \dots$$
 (8)

式中:

 $arphi_{\mathsf{APO}}$ ——反应气中乙醛初始浓度的数值(光照前乙醛的出口浓度),单位为毫升每立方米( $\mathsf{mL/m^3}$ );

 $\varphi_{AP}$ ——光照下乙醛出口浓度的数值,单位为毫升每立方米(mL/m³);

 $\rho_A$ ——乙醛气体密度的数值,单位为克每升(g/L)[可用 M/22.4 表示(M 为乙醛分子量)];

F——标准状态下反应气流量的数值,单位为升每分(L/min);

V——样品堆体积的数值,单位为立方米(m³)。

7.7.2 稳定性以 D 计,数值以%表示,按式(9)计算:

### GB/T 23761-2009

式中:

- $Q_{As}$ ——按 5. 5 稳定性试验后测得的乙醛光催化去除量的数值,单位为毫克每小时立方米  $[mg/(h \cdot m^3)];$
- QA——乙醛光催化去除量的数值,单位为毫克每小时立方米[mg/(h·m³)]。
- 7.7.3 CO<sub>2</sub> 的生成量以 Q<sub>c</sub> 计,数值以 mg/(h·m³)表示,按式(10)计算;

$$Q_{\rm C} = \frac{(\varphi_{\rm CP} - \varphi_{\rm CD}) \times \rho_{\rm C} \times F \times 60}{V \times 1000}$$
 (10)

式中:

 $\varphi_{CP}$  ——光照下  $CO_2$  出口浓度的数值,单位为毫升每立方米( $mL/m^3$ );

φcp — 无光照下 CO<sub>2</sub> 出口浓度的数值,单位为毫升每立方米(mL/m³),其结果按式(6)计算;

 $\rho_{c}$ —— $CO_{2}$  气体密度的数值,单位为克每升(g/L),[可用 M/22.4 表示(M 为  $CO_{2}$  分子量)];

F——标准状况下反应气流量的数值,单位为升每分(L/min);

V----样品堆体积的数值,单位为立方米(m³)。

7.7.4 乙醛的矿化率以  $M_r$  计,数值以%表示,按式(11)计算:

式中:

Q<sub>A</sub>——乙醛光催化去除量的数值,单位为毫克每小时立方米[mg/(h・m³)];

 $Q_c$ ——二氧化碳( $CO_2$ )的生成量的数值,单位为毫克每小时立方米[ $mg/(h \cdot m^3)$ ]。

#### 8 试验报告

试验报告包括以下内容,其中 d)和 e)必须包含在每个报告中。

- a) 试验日期、温度等;
- b) 试验样品说明(规格、材料、形状等);
- c) 试验装置说明;
- d) 试验条件(反应气流量、反应污染物浓度、光源种类、辐照强度、气相色谱型号等);
- e) 试验样品的光催化去除量、光催化去除率和稳定性;
- f) 对于适合 6.4.1 的样品,注明 CO<sub>2</sub> 的生成量及乙醛矿化率;
- g) 备注(包括试验过程中的特殊现象及变化等)。