

ICS 91.100.99

CCS Q 10

# 团体标准

ICPAB/T 001—2025

## 光催化二氧化碳还原过程的测试方法

Test methods for photocatalytic carbon dioxide reduction

2025-11-21 发布

2026-01-01 实施

北京市室内及车内环境净化协会

发布



## 前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由北京市室内及车内环境净化协会提出并归口。

本文件负责起草单位：清华大学。

本文件参加起草单位：清华大学、中国空间技术研究院（中国航天科技集团公司五院）。

本文件起草人员：朱永法、徐静宜、姚伟、张策。

全国团体标准信息平台



# 光催化二氧化碳还原的测定方法

## 1 范围

本文件规定了光催化二氧化碳还原反应测试过程、分析方法及测试报告内容。

本文件适用于光催化材料还原二氧化碳生成一氧化碳、甲烷、乙烷、乙烯、甲酸等产物性能的测试。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 26179 光源的光谱辐射度测量

GB/T 26915 太阳能光催化分解水制氢体系的能量转化效率与量子产率计算

GB/T 28124 惰性气体中微量氢、氧、甲烷、一氧化碳的测定 气相色谱法

JC/T 185 光学石英玻璃

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**光催化二氧化碳还原反应** photocatalytic carbon dioxide reduction reaction

利用光催化剂将二氧化碳转化为碳氢化合物（如甲烷等）、碳氢氧化合物（如甲酸等）或一氧化碳的化学反应过程，需光能驱动，并伴随牺牲剂（如水）提供质子。核心步骤包括光吸收、载流子分离与迁移、二氧化碳吸附活化及还原反应。

### 3.2

**二氧化碳还原光催化剂** carbon dioxide reduction photocatalyst

用于驱动光催化二氧化碳还原反应的半导体材料（如二氧化钛等），通过吸收光能激发电子-空穴对，使二氧化碳发生转化。

### 3.3

**二氧化碳还原反应牺牲剂** sacrificial agent for carbon dioxide reduction reaction

在二氧化碳光催化反应中消耗空穴的化学物质（如水、三乙醇胺等），防止光生电子-空穴复合，提升二氧化碳还原效率。

## 3.4

**二氧化碳还原反应光敏剂 photosensitizer for carbon dioxide reduction reaction**

在二氧化碳光催化反应中吸收特定波长光能并传递能量至催化剂的有机小分子（如三联吡啶氯化钌等）。

## 3.5

**二氧化碳还原反应溶剂 solvent for carbon dioxide reduction reaction**

发生二氧化碳光催化反应的液体介质（如水、乙腈、水/乙腈混合液等）。

## 3.6

**光催化表观量子效率 apparent quantum efficiency (AQE) of photocatalysis**

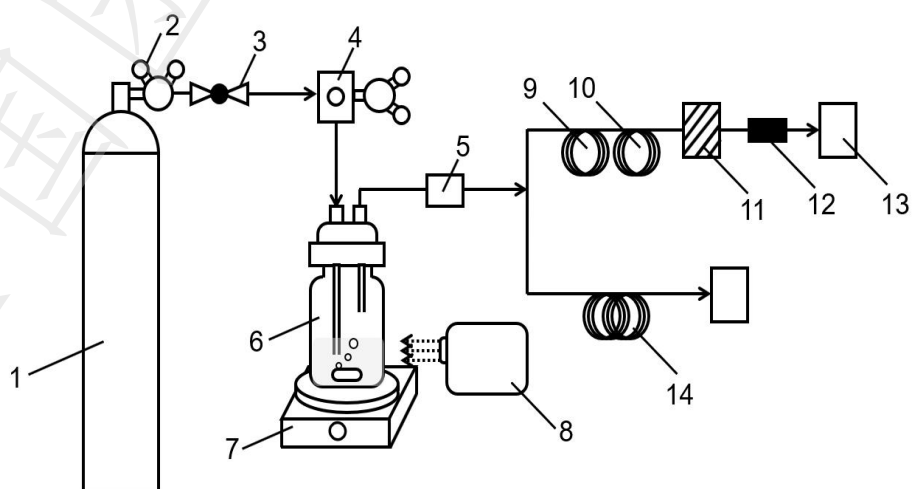
衡量光催化反应中光子利用效率的参数，计算公式为： $AQE = (\text{参与反应的电子数}) / (\text{入射光子数}) \times 100\%$ 。

**4 方法原理**

将光催化材料置于流动式反应器中，通入高纯度二氧化碳气体，利用光辐照激发催化剂产生电子-空穴对。光生电子将二氧化碳还原为碳氢化合物（如甲烷等）、碳氢氧化合物（如甲酸等）或一氧化碳，光生空穴氧化牺牲剂生成氧化产物（如氧气等）。以还原产物的净转化量评估催化性能：气体产物用气相色谱检测，液相产物用高效液相色谱或离子色谱检测。催化剂性能指标包括产物生成速率、产物选择性和光催化表观量子效率。

**5 测试装置****5.1 测试装置示意图及材料要求**

建议测试装置如图1所示，其中构成反应器的材料（如光学石英玻璃符合JC/T 185的规定）应满足高透光性。



标引序号说明:

- 1——二氧化碳气瓶;
- 2——压力表;
- 3——气阀;
- 4——质量流量计;
- 5——取样器;
- 6——反应器;
- 7——磁力搅拌器;
- 8——光源;
- 9——Porapak-N填充柱及等效色谱柱;
- 10——MS-13X填充柱及等效色谱柱;
- 11——热导池检测器;
- 12——转化炉;
- 13——氢火焰离子化检测器;
- 14——氧化铝毛细管柱及等效色谱柱。

图 1 测试装置

## 5.2 光催化反应器

建议使用全封闭的圆柱形反应器，材质为光学石英玻璃（见JC/T 185）。建议反应器底部直径为4cm，受光照部分截面积为8cm<sup>2</sup>，反应器尺寸可根据实际情况调整，完成反应即可。反应气体通过不锈钢针引入反应液中中部，通过液面上方的另一个不锈钢针引出反应后气体。

## 5.3 反应光源

实验光源推荐选用模拟地表太阳辐射的AM1.5标准光谱（能量密度为100mW/cm<sup>2</sup>）的氙灯光源，采用平行光入射系统，并通过滤光片实现不同波段单色光的输出。单色光的具体波长范围可根据光催化剂的光吸收特性进行选择。

## 6 测试方法

**警示：**本测试方法中使用的氙灯光源对人眼有伤害，操作者须小心谨慎，不要裸眼直视光源。

### 6.1 光催化二氧化碳还原性能的测定

6.1.1 实验室温度控制在(23±2)℃。将光催化剂、光敏剂、牺牲剂、反应溶剂装入反应器中，总液体含量控制在(20±2)mL，光催化剂、光敏剂和牺牲剂的用量根据选取催化剂的最佳反应活性浓度进行选择。

6.1.2 将反应器接入反应装置中，确保反应器封闭，开启磁力搅拌。

6.1.3 在黑暗条件下，向反应器持续通入二氧化碳30min，控制流速(5±0.5)mL/min。

6.1.4 持续通气并打开光源，定期取气体和液体样品，分析气相和液相中二氧化碳还原产物的浓度。持续反应时间3h。气相产物的浓度测试参考GB/T 28124。测试过程中，甲酸产物物质的量随时间变化见图2。

6.1.5 停止通气，取出反应液，离心分离出固体光催化剂，重复上述光催化二氧化碳还原测试步骤，测试光催化剂的循环稳定性。稳定性测试示例结果见图3。

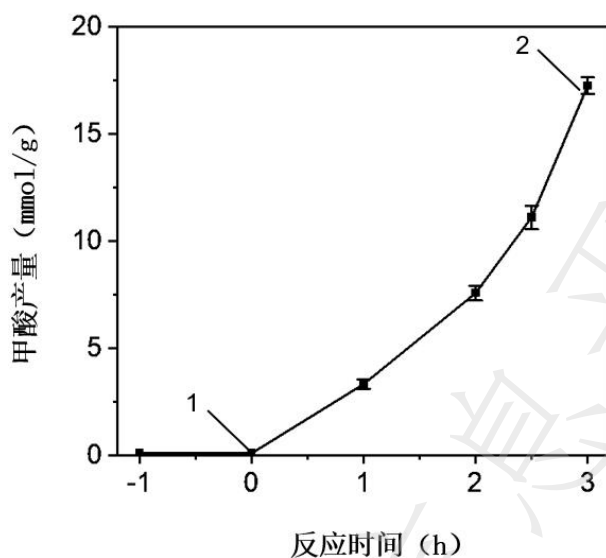


图2 测试过程中甲酸物质的量随时间变化

标引序号说明:

1——打开光源;

2——关闭光源。

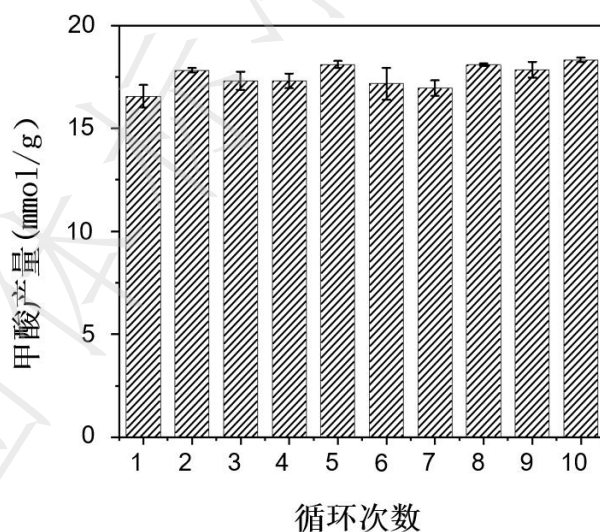


图3 光催化剂循环稳定性测试

## 6.2 控制变量验证产物的碳来源（建议）

在反应物生成速率小于  $1\mu\text{mol/h}$  时，建议验证碳来源以确保测定的可靠性。可采用控制变量验证产物的碳来源：将反应气体改换为氮气、氩气等非二氧化碳气体，重复光催化二氧化碳还原测试步骤。若无产物检测出，则初步验证还原产物的碳来源为二氧化碳。

## 6.3 同位素标记验证产物的碳来源（建议）

在反应物生成速率小于  $1\mu\text{mol/h}$  时，建议验证碳来源以确保测定的可靠性。可采用同位素标记验证产物的碳来源：将反应气体改换为  $^{13}\text{C}$  同位素标记的二氧化碳气体，重复光催化二氧化碳还原测试

步骤。使用气相色谱-质谱联用仪分析气相产物，选用的色谱柱（如HP-Molesieve毛细管柱）必须将二氧化碳与还原产物（如一氧化碳）完全分离，再分析单组分的质谱。使用核磁共振波谱仪分析液相产物。若检出产物为 $^{13}\text{C}$ 标记分子，则充分验证还原产物的碳来源为二氧化碳。

#### 6.4 表观量子效率的测定

用不同通过波长的滤光片将光源调整为单色光，重复光催化二氧化碳还原测试步骤。参考GB/T 26915以及GB/T 26179，选点测量光强，计算不同波长下的表观量子效率。

### 7 试验数据处理

#### 7.1 气相产物生成量的计算

气相产物生成量按照公式（1）计算：

$$n = \left(\frac{f}{V_m}\right) \int \phi \, dt \dots\dots\dots(1)$$

式中：

- $n$ ——气相产物生成量，单位为微摩尔（ $\mu\text{mol}$ ）；
- $f$ ——标准状态下二氧化碳反应气的流量，单位为升每分钟（L/min）；
- $V_m$ ——标准状态下气体的摩尔体积，计算时取值为22.4，单位为升每摩尔（L/mol）；
- $\phi$ ——反应器出口处取得的气体样品中气相还原产物的浓度，单位为毫升每立方米（ $\text{mL}/\text{m}^3$ ）。

#### 7.2 液相产物生成量的计算

液相产物生成量按照公式（2）计算：

$$n = \frac{\rho \phi}{M} \times V \dots\dots\dots(2)$$

式中：

- $n$ ——液相产物生成量，单位为毫摩尔（mmol）；
- $\rho$ ——液相还原产物的密度，单位为克每毫升（g/mL）；
- $\phi$ ——反应结束后取得的液体样品中液相还原产物的浓度，单位为微升每毫升（ $\mu\text{L}/\text{mL}$ ）；
- $M$ ——液相还原产物的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；
- $V$ ——反应液的总体积，单位为毫升（mL）。

#### 7.3 表观量子效率的计算

单波长下的表观量子效率按照公式（3）计算：

$$\eta = N_a \times \frac{ch}{15t\lambda} \times \sum_i n_i e_i \dots\dots\dots(3)$$

式中：

- $\eta$ ——指定波长下的表观量子效率；
- $N_a$ ——阿佛加德罗常数，计算时取值为 $6.022 \times 10^{23}$ ；
- $c$ ——空气中光速（近似为真空光速），计算时取值为 $2.998 \times 10^8$ ，单位为米每秒（m/s）；
- $h$ ——普朗克常数，计算时取值为 $6.626 \times 10^{-34}$ ，单位为焦耳秒（J·s）；
- $I$ ——单色光光强，单位为瓦特每平方米（ $\text{W}/\text{m}^2$ ）；
- $S$ ——光照反应面积，单位为平方米（ $\text{m}^2$ ）；
- $t$ ——光照反应时间，单位秒（s）；

$\lambda$ ——单色光中心波长，单位为米（m）；

$n_i$ ——指定还原产物*i*的产量，单位为摩尔（mol）；

$e_i$ ——通过二氧化碳还原反应，生成一个产物*i*分子所需要的电子数量。

## 8 测试报告

测试报告包括以下内容：

- a) 测试机构的名称和地址；
  - b) 对被测催化剂的描述（名称、尺寸、形状等）；
  - c) 测定条件（光敏剂种类及用量、牺牲剂种类及用量、溶剂种类及用量、光照强度等）；
  - d) 测定设备（反应器规格等）；
  - e) 还原产物的生成速率；
  - f) 还原产物的碳来源鉴定（对照实验、同位素标记实验）；
  - g) 不同波长下的表观量子效率；
  - h) 本文件编号。
-