

Test Report

Measurement of photocatalytic air and self-cleaning properties of photocatalytically active tiles with different test methods

Quotation-No.: Ne-Vik-23062015

Contractor:

Viking Advanced Materials GmbH
Dr. Martin Schichtel
Science Park 2
66123 Saarbrücken
Tel.: +49 681 95 92 842
m.schichtel@va-materials.com

On behalf of:

Sarimax AG
Via alla Roggia 32
CH - 6962 Viganello

Execution:

Fraunhofer Institute for Surface Engineering and Thin Films IST
Mr. Frank Neumann
Head of Working Group Photocatalysis
Bienroder Weg 54 E
D-38108 Braunschweig
frank.neumann@ist.fraunhofer.de
Tel.: +49 531 2155 658

Braunschweig, 14 August 2015

1 Intention of the work

The aim of the measurements was to determine the photocatalytic air- and self-cleaning performance of coated glass mosaic tiles evaluated by standard ISO methods, e.g. degradation of methylene blue (ISO 10678) and removal of nitric oxide (ISO 22197-1).

ISO 10678 describes a standard test method for photocatalytic self-cleaning performance of flat and non-porous surfaces. Here methylene blue is degraded in an aqueous solution that is in contact with the photocatalytically active surface by UV radiation (320 nm to 400 nm), with the overall result being the decolourization of the solution. The amount of dye remaining in the solution is determined continuously during the UV-radiation period using UV/VIS-spectroscopy. A reference measurement is performed simultaneously with an identical sample in a second container with the photoactive surface protected by a cover from the incident light beam. The results are used to calculate the specific degradation rates and the respective photonic efficiencies characteristic of the surface tested.

The method described by ISO 22197-1 is intended to obtain the air purification performance of photocatalytic materials by exposing a test piece to model polluted air under illumination by ultraviolet (UV) light. Nitric oxide (NO) is chosen as a typical air pollutant that gives nonvolatile products on the photocatalyst. The test piece, placed in a flow-type photoreactor, is activated by UV illumination, and adsorbs and oxidizes gas-phase NO to form nitric acid (or nitrate) on its surface. A part of the NO is converted to nitrogen dioxide (NO₂) on the test piece. The air purification performance is determined from the amount of the net removal of nitrogen oxides (NO_x) (= NO removed – NO₂ formed).

2 Overview of samples tested

On behalf of Sarimax AG all samples were delivered to Fraunhofer IST by its contractor Viking Advanced materials GmbH in July 2015. The samples were fabricated in form of coated ceramic tiles of approximately 25x25x5 mm in dimension fixed on a mesh as a set of 30-40 (coated/uncoated). For testing the samples were detached from the mesh and carefully cleaned from any residuals. The samples were then tested as a set of two (coated/uncoated) for methylene blue and a set of eight (coated) for nitric oxide, respectively, according to the standard procedures.

Set Nr.	Sample name
1	Set1-MB
2	Set2-NO

The tests were performed in the period of July/August 2015. The investigated material was consumed.

3 Degradation of Methylene Blue – ISO 10678

Table of test conditions:

Test method	ISO 10678:2010 Determination of photocatalytic activity of surfaces in an aqueous medium by degradation of methylene blue
Executing laboratory	Fraunhofer Institute for Surface Engineering and Thin Films IST
Test period	12.08.2015
Examiner	Dagmar Kampmeier
Reactant	Methylene blue hydrate, Fluka (CAS: 122965-43-9); purity >97%
Pre-conditioning of samples	Methylene blue; 20 h; 20 $\mu\text{mol/l}$
UV-Lamp (pre-conditioning)	Philips Actinic BL TL-K 40W; peak @ 365 \pm 10 nm
Pre-activation	365 nm UV; 72 h; 1,9 mW/cm^2 ; continuously
UV-Detector type	PeakTech 5085, calibrated Si-Photodiode
Measurement conditions	
Temperature in laboratory	21 \pm 2 $^{\circ}\text{C}$
Type of cuvettes	Hellma OG Type 704.004 (optical pathway 60 mm)
Volume of test solution	120 ml
Concentration	10,0 $\mu\text{mol/l}$
Duration of measurement	180 min
UV-Lamp (measurement)	Sylvania Blacklight blue 15 W; peak @ 350 \pm 20 nm
Irradiation conditions	180 min; 1,02 mW/cm^2 ; continuously
UV-Detector type	Ophir Thermopile-sensor 3A-P-FS-12
UV-VIS-Spectrometer	Ocean Optics USB650 in combination with Ocean Optics HL-2000-FSH halogen light source
Variations from standard	none

Specific test results:

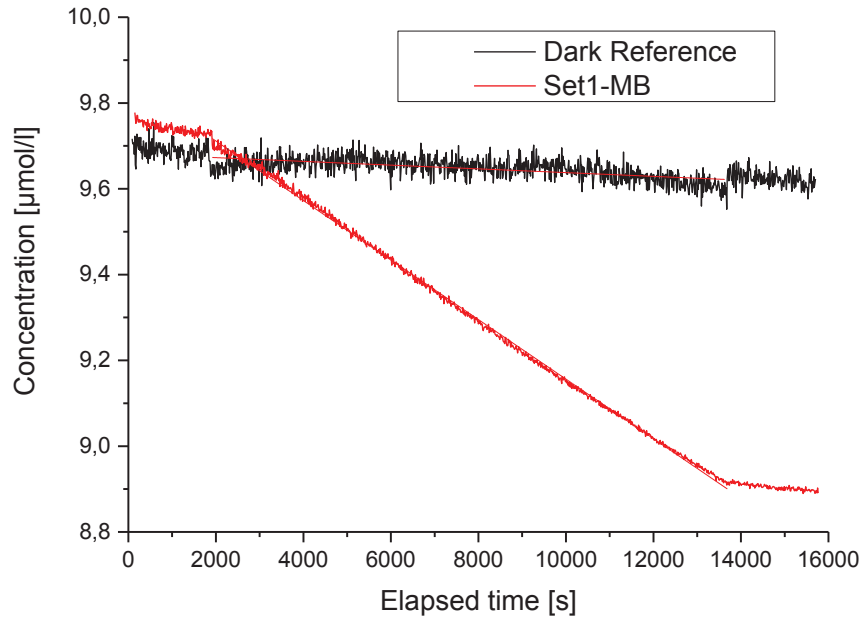


Image of samples after testing:



Table of test results:

Sample	Irradiated area A [m ²]	Photonic UV-radiation intensity E_p [µmol/m ² h]	Specific activity P_{MB} [µmol/m ² h]	Photonic efficiency ζ_{MB} [%]	Numeric error $\Delta\zeta_{MB}$ [%]
Set1-MB	1,25E-03	109841,82	22,47	0,0205	±0,0005

The calculated photonic efficiency ζ_{MB} of the samples tested is $0,0205 \pm 0,0005\%$.

4 Removal of Nitrogen Oxide – ISO 22197-1

Table of test conditions:

Test method	ISO 22197-1:2007 Test method for air-purification performance of semiconducting photocatalytic materials Part 1: Removal of nitric oxide
Executing laboratory	Fraunhofer Institute for Surface Engineering and Thin Films IST
Test period	30.07.2015
Examiner	MSc. Eduard Hieb
Reactants	Nitric oxide (NO), Linde AG, Art.-Nr.: 3800152, 50 ppmv; Synthetic air (SA), Linde AG, Art.-Nr.: 10207951, CH-free
UV-Lamp (pre-conditioning)	Philips Actinic BL TL-K 40W; peak @ 365±10 nm
Pre-activation	365 nm UV; 24 h; 1,9 mW/cm ² ; continuously
UV-Detector type	PeakTech 5085, calibrated Si-Photodiode
Pre-conditioning of samples	Deionized water; 2 h; drying with nitrogen 5.0
Measurement conditions	
Temperature in laboratory	24±2°C
Temperature in reactor	21±2°C
Humidity in reactor	50±1% RH
Test gas feed	1 ppmv nitric oxide in technical air; 3 l/min
UV-Lamp (measurement)	FSLED365.10_10, LED based surface radiator, 10 x 10 cm, Omicron-Laserage Laserprodukte GmbH, 365 nm, 1,00 mW/cm ²
UV-Detector type	Ophir 3A-P-FS-Thermopile (Nova II), Ophir Spiricon Europe GmbH
NO-Analyzer	AC32M Chemiluminescence-Detector, Environnement S.A.
Variations from standard	No elution test according to 8.3 ISO 22197-1:2007

Specific test results:

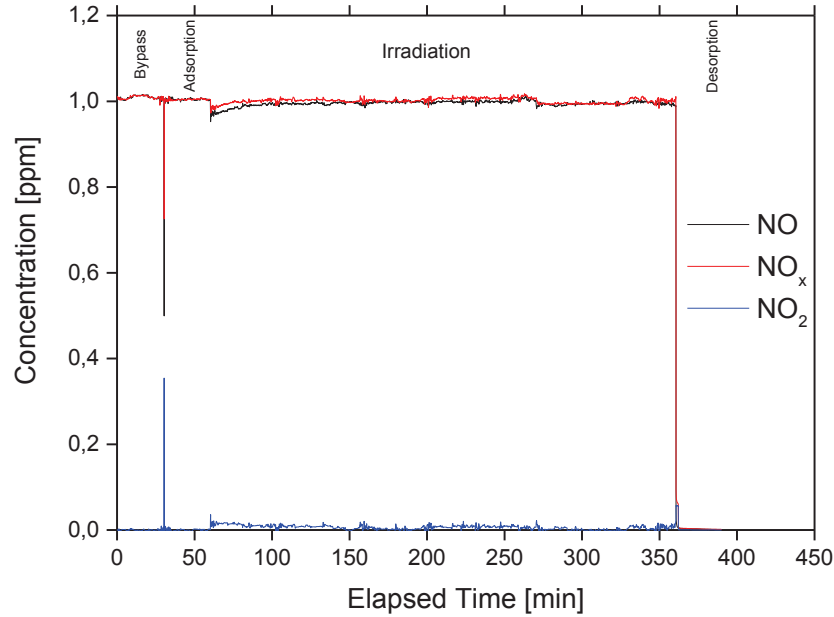


Table of test results [all data in μmol]:

Sample	NO _x adsorbed n_{ads}	NO removed n_{NO}	NO ₂ formed n_{NO2}	NO _x desorbed n_{des}	NO _x removed n_{NOx}
Set2-NO	0,03	0,56	0,23	0,02	0,34

The amount of NO_x removed n_{NOx} by the samples tested is 0,34 μmol .

5 Final remarks

This test report consist of 12 (6) pages and may only be distributed or reproduced in its full entirety. However, partial reproduction is only allowed by written permission of the Fraunhofer Institute for Surface Engineering and Thin Films IST. All test results relate only to the samples tested within this report.



Frank Neumann

Prüfbericht

Bestimmung der photokatalytischen Luft- und Selbstreinigungswirkung photokatalytisch funktionalisierter Fliesen mit unterschiedlichen Prüfmethoden

Angebots-Nr.: Ne-Vik-23062015

Auftraggeber:

Viking Advanced Materials GmbH
Dr. Martin Schichtel
Science Park 2
66123 Saarbrücken
Tel.: +49 681 95 92 842
m.schichtel@va-materials.com

Für Ihren Kunden:

Sarimax AG
Via alla Roggia 32
CH - 6962 Viganello

Ausführende Institution:

Fraunhofer-Institut für Schicht- und Oberflächentechnik IST
Dipl.-Ing. (FH) Frank Neumann
Leiter Arbeitsgruppe Photokatalyse
Bienroder Weg 54 E
D-38108 Braunschweig
frank.neumann@ist.fraunhofer.de
Tel.: +49 531 2155 658

Braunschweig, 14. August 2015

1 Ziel der Arbeiten

Das Ziel der Arbeiten war die Bestimmung der photokatalytischen Luft- und Selbstreinigungswirkung photokatalytisch funktionalisierter Fliesen gemäß der ISO-Normprüfverfahren "Abbau von Methylenblau" (ISO 10678) und "Entfernung von Stickstoffmonoxid" (ISO 22197-1).

ISO 10678 beschreibt eine Standardprüfmethode zur Bestimmung der photokatalytischen Selbstreinigungswirkung von flachen, nicht porösen Oberflächen. Methylenblau wird in wässriger Lösung mit der photokatalytisch aktiven Oberfläche eines Prüfkörpers in Kontakt gebracht und mit UV-Strahlung (320 nm bis 400 nm) bestrahlt. Dabei wird die Lösung entfärbt und der Farbstoffgehalt der Lösung während des Messverlaufs mehrfach mittels UV-Vis-Spektroskopie bestimmt. Parallel wird in einem zweiten Gefäß eine Referenzmessung an einer identischen Probe durchgeführt, dessen Oberfläche gegen die Bestrahlung abgeschirmt ist. Aus den Messungen werden die spezifische Abbaurate und die Photoneneffizienz der Oberfläche berechnet.

ISO 22197-1 beschreibt ein Verfahren zur Bestimmung des Luftreinigungsvermögens photokatalytischer Werkstoffe, bei dem der Prüfkörper unter Bestrahlung mit UV-Licht dauerhaft mit einem Modellschadstoff verschmutzter Luft in Kontakt steht. Als typischer Luftschadstoff wird hierbei Stickstoffmonoxid (NO) gewählt, das nicht-flüchtige Produkte auf dem Photokatalysator erzeugt. Der Prüfkörper wird in einem durchströmten Photoreaktor platziert und durch UV-Strahlung aktiviert, so dass er gasförmiges NO adsorbiert und oxidiert, wodurch sich Salpetersäure (oder Nitrat) an seiner Oberfläche bildet. Ein Teil des NO wird auf dem Prüfkörper in Stickstoffdioxid (NO₂) umgewandelt. Das Luftreinigungsvermögen wird anhand der Nettomenge der entfernten Stickoxide ermittelt (NO_x) (= entferntes NO – gebildetes NO₂).

2 Übersicht der geprüften Muster

Im Auftrag der Sarimax AG wurden die Prüfkörper dem Fraunhofer IST im Juli 2015 von der Viking Advanced Materials GmbH für die Prüfungen zur Verfügung gestellt. Die Muster wurden in Form kleiner Keramikfliesen der ungefähren Abmaße 25x25x5 mm geliefert und als Set von jeweils ca. 30-40 Stück (beschichtet/unbeschichtet) auf einem Vliesgitter fixiert. Zu Prüfzwecken wurden die Muster vom Vlies gelöst und vorsichtig von möglichen Verunreinigungen befreit. Die Muster wurden anschließend im Zweierset (beschichtet/unbeschichtet) für Methylenblau sowie als Satz von 8 Stück (beschichtet) für NO gemäß der Standardprüfmethode vermessen.

Set Nr.	Probenname
1	Set1-MB
2	Set2-NO

Die Prüfungen wurden im Zeitraum Juli/August 2015 durchgeführt. Alle Muster wurden verbraucht.

3 Abbau von Methylenblau – ISO 10678

Übersicht der Prüfbedingungen:

Testmethode	ISO 10678:2010 Bestimmung der photokatalytischen Aktivität durch Abbau von Methylenblau
Ausführendes Labor	Fraunhofer-Institut für Schicht- und Oberflächentechnik IST
Prüfzeitraum	12.08.2015
Prüfer	Dagmar Kampmeier
Prüfmittel	Methylenblau Hydrat, Fluka (CAS: 122965-43-9); Reinheit >97%
Vorkonditionierung der Proben	Methylenblau; 20 h; 20 $\mu\text{mol/l}$
UV-Lampe (Vorkonditionierung)	Philips Actinic BL TL-K 40W; Maximum @ 365 \pm 10 nm
Voraktivierung	365 nm UV; 72 h; 1,9 mW/cm ² ; kontinuierlich
UV-Detektor	PeakTech 5085, kalibrierte Si-Photodiode
Prüfbedingungen	
Temperatur im Labor	21 \pm 2°C
Küvettentyp	Hellma OG Type 704.004 (optische Länge 60 mm)
Volumen der Testlösung	120 ml
Konzentration der Lösung	10,0 $\mu\text{mol/l}$
Dauer der Messung	180 min
UV-Lampe (Messung)	Sylvania Blacklight blue 15 W; Maximum @ 350 \pm 20 nm
Bestrahlungsbedingungen	180 min; 1,02 mW/cm ² ; kontinuierlich
UV-Detektor	Ophir Thermopile-Sensor 3A-P-FS-12
UV-VIS-Spektrometer	Ocean Optics USB650 in Kombination mit Ocean Optics HL-2000-FSH Halogenlampe
Abweichungen vom Standard	keine

Spezifische Prüfergebnisse:

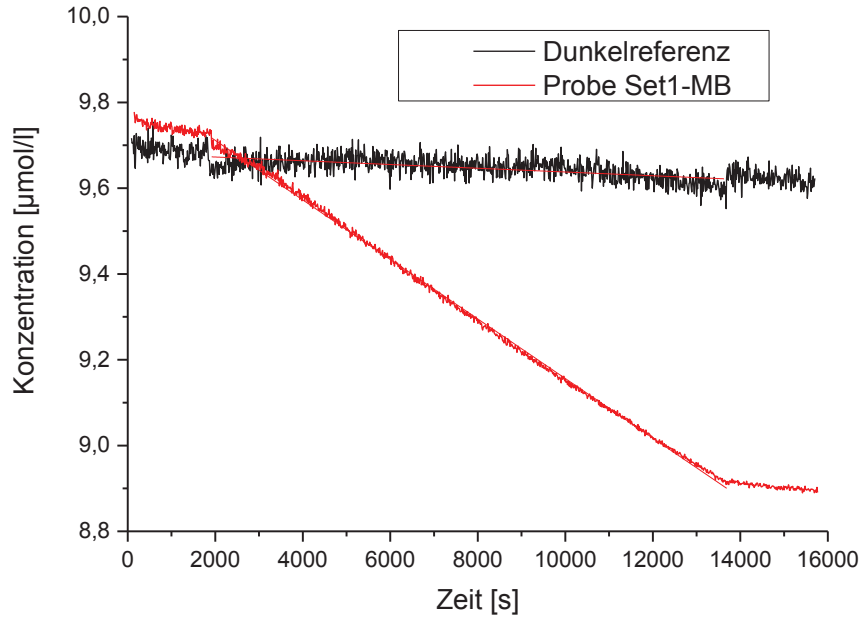


Photo der Proben nach der Prüfung:



Tabellarische Übersicht der Prüfergebnisse:

Probe	Bestrahlte Fläche A [m ²]	Photonenbestrahlungsstärke E_p [µmol/m ² h]	Spezifische Aktivität P_{MB} [µmol/m ² h]	Photoneneffizienz ζ_{MB} [%]	Numerischer Fehler $\Delta\zeta_{MB}$ [%]
Set1-MB	1,25E-03	109841,82	22,47	0,0205	±0,0005

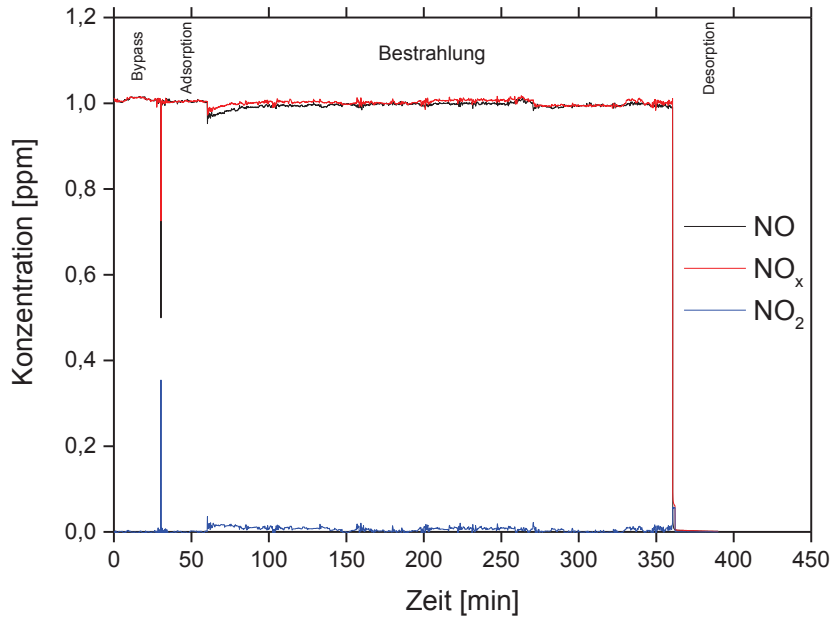
Die berechnete Photoneneffizienz ζ_{MB} der getesteten Muster ist $0,0205 \pm 0,0005\%$.

4 Entfernung von Stickstoffmonoxid – ISO 22197-1

Übersicht der Prüfbedingungen:

Testmethode	ISO 22197-1:2007 Prüfverfahren zur Bestimmung des Luftreinigungsvermögens von halbleitenden photokatalytischen Werkstoffen Teil 1: Entfernung von Stickstoffmonoxid
Ausführendes Labor	Fraunhofer-Institut für Schicht- und Oberflächentechnik IST
Prüfzeitraum	30.07.2015
Prüfer	MSc. Eduard Hieb
Prüfmittel	Stickstoffmonoxid (NO), Linde AG, Art.-Nr.: 3800152, 50 ppmv; Synthetische Luft (SA), Linde AG, Art.-Nr.: 10207951, CH-frei
UV-Lampe (Vorkonditionierung)	Philips Actinic BL TL-K 40W; Maximum @ 365±10 nm
Voraktivierung	365 nm UV; 24 h; 1,9 mW/cm ² ; kontinuierlich
UV-Detektor	PeakTech 5085, kalibrierte Si-Photodiode
Vorkonditionierung der Proben	Deionisiertes Wasser; 2 h; Trocknung mit Stickstoff 5.0
Prüfbedingungen	
Temperatur im Labor	24±2°C
Temperatur im Reaktor	21±2°C
Luftfeuchtigkeit im Reaktor	50±1% RH
Testgasfluss	1 ppmv Stickstoffmonoxid in Technischer Luft; 3 l/min
UV-Lampe (Messung)	FSLED365.10_10, LED-basierter Flächenstrahler, 10 x 10 cm, Omicron-Laserage Laserprodukte GmbH, 365 nm, 1,00 mW/cm ²
UV-Detektor	Ophir 3A-P-FS-Thermosäule (Nova II), Ophir Spiricon Europe GmbH
NO-Analysator	AC32M Chemilumineszenz-Detektor, Environnement S.A.
Abweichungen vom Standard	Keine Elutionsprüfung gem. 8.3 ISO 22197-1:2007

Spezifische Prüfergebnisse:



Tabellarische Übersicht der Prüfergebnisse [alle Angaben in μmol]:

Probe	NO _x adsorbiert n_{ads}	NO entfernt n_{NO}	NO ₂ gebildet n_{NO_2}	NO _x desorbiert n_{des}	NO _x entfernt n_{NO_x}
Set2-NO	0,03	0,56	0,23	0,02	0,34

Die Menge des durch den (die) Prüfkörper entfernten NO_x n_{NO_x} beträgt 0,34 μmol .

5 Abschließende Bemerkungen

Dieser Prüfbericht besteht aus 12 (6) Seiten und darf nur in Gänze wiedergegeben oder vervielfältigt werden. Eine auszugsweise Wiedergabe des Prüfberichts ist daher nur mit ausdrücklicher schriftlicher Genehmigung des Fraunhofer-Instituts für Schicht- und Oberflächentechnik IST gestattet. Alle Prüfergebnisse dieses Berichts beziehen sich ausschließlich auf die in diesem Bericht geprüften Muster.



Frank Neumann