

# 光触媒材料の流通式試験方法 (JIS R1701-1~5, ISO22197-1) — 試験方法のポイント —

産業技術総合研究所 環境管理技術研究部門  
竹内浩士・佐野泰三・筒井咲子

このファイルは、2010年2月12日に開催された「空気浄化性能評価試験方法(JIS R 1701)に関する研修会」のテキストを再編集した物です。

# 目次

1. 性能評価の考え方
2. 試験方法の概要
3. チェックポイント
4. 苦労話

# 性能評価の考え方

## 1. 材料試験である

- ・光触媒材料として最大の性能を確認する。
- ・稼働条件(光量、汚染物質供給等)を性能制限要因としない。

→「ベストエフォート型」のサービスと捉える。

## 2. 環境再現試験である

- ・使用環境に近い条件で試験する。

## 3. 「光」触媒の試験である

- ・吸着剤や添加剤などの効果を排除する。
- ・暗条件と明条件で試験する。

主として業界団体  
による整備

製品表示

試験事業者  
の品質管理  
JNLA/MRA登録  
ISO/IEC 17025

認証ラベル

評価基準

国際的にも統  
一されることが  
望ましい

JIS R 17xx  
ISO 22197,  
etc.

試験方法

○試験方法の標準化は、評価基準、認証ラベル、製品表示の出発点

# 試験方法の概要

ISO22197-1, R 1701-1 , R1701-2, R1701-3

1. 前処理
2. 除去試験 ← ここから説明
3. レポート

※パラメータや手順の詳細は、  
JIS,ISOでご確認ください。

# 復習：光触媒反応はどう進むか

## 光触媒反応過程

1. 拡散、接触
2. 吸着
3. 光吸収、活性種生成
4. 反応、分解
5. 脱離または蓄積

## 影響を与える試験パラメータ

- 流速、リアクター
- 濃度、温度、湿度
- 紫外線強度、スペクトル
- 想定外の物質の混入
- (硝酸やCO<sub>2</sub>の測定)

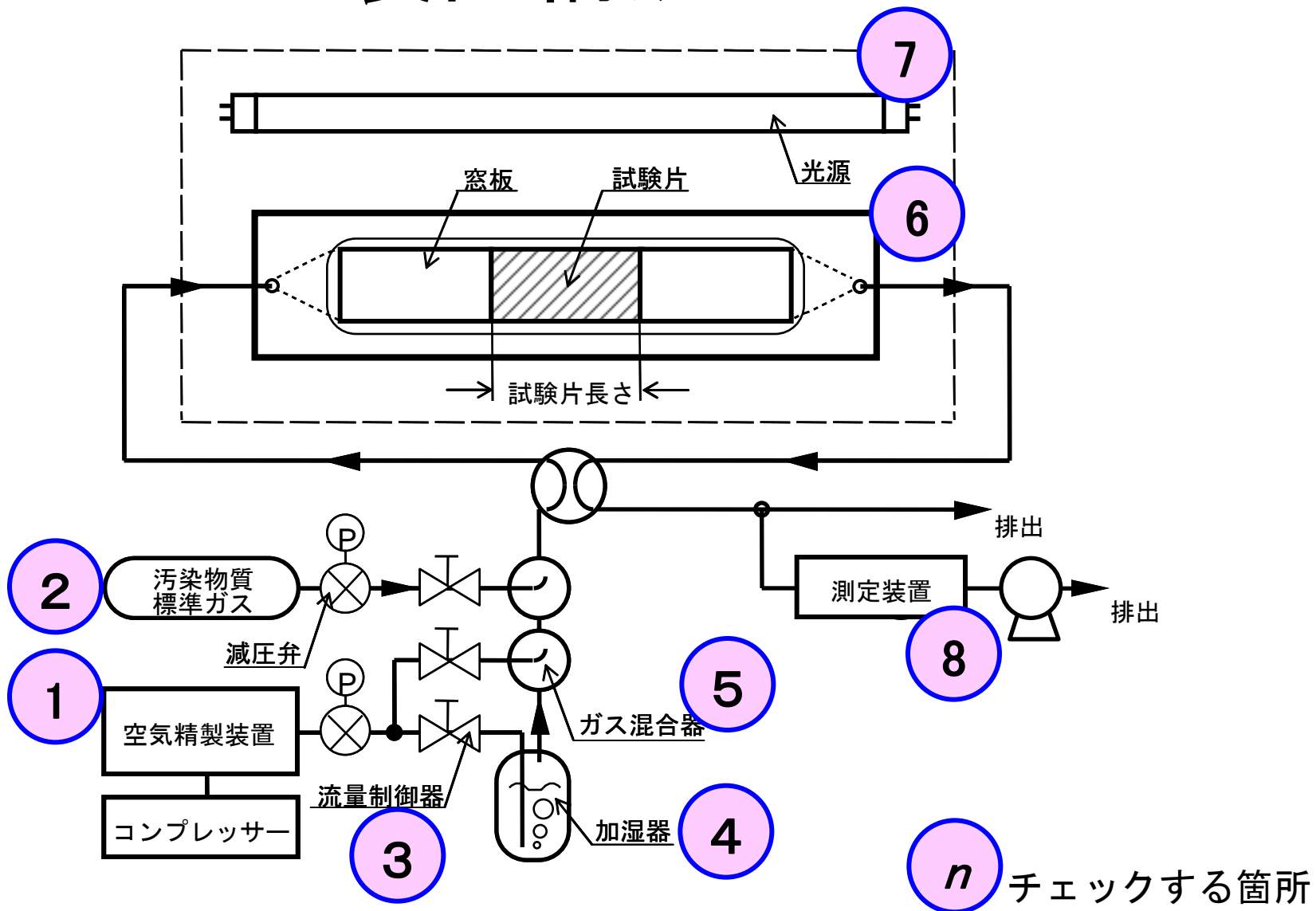
↓  
規定が必要

## 再現性の高い試験のために、

1. 正しく前処理したサンプルを、
2. 規定の形状のガス流路を有する反応器に設置し、
3. 規定の流速、濃度、温度、湿度で模擬汚染空気を流通させ、
4. 暗条件で吸着飽和に達するまで待った後、
5. 規定の光量で紫外線を照射し、
6. 汚染物質の除去量を測定する。

※パラメータや手順の詳細は、JIS,ISOでご確認ください。

# 装置構成





# ①空気

NO<sub>x</sub>やVOCが入っているのは困ります。  
次のいずれかを用いる。



空気精製装置：安くはないが、設置後は楽。

空気ボンベ：交換が大変。



メタン、CO<sub>2</sub>は残っていても問題なし。

## ②汚染物質標準ガス

通常は標準ガスボンベ(窒素希釈)を利用

NO<sub>x</sub> : 50~200 ppm  
 アセトアルデヒド : 100~250 ppm  
 ホルムアルデヒド : 20~30 ppm

*長期保存不可!*

*ホルムアルデヒド水のバブリングも可。*

*ホルマリンなどメタノールを含む試薬は不可*

トルエン : 50~100 ppm



### ③流量制御器



- ✓ マスフローメーターが便利。
- ✓ ニードル式のプロトメータでも十分。



ただし、適切な流量範囲の機器を用いること。  
また、過信しないこと。

20ml/min の調整に、  
Max 1 L/min のマスフローメータを使う



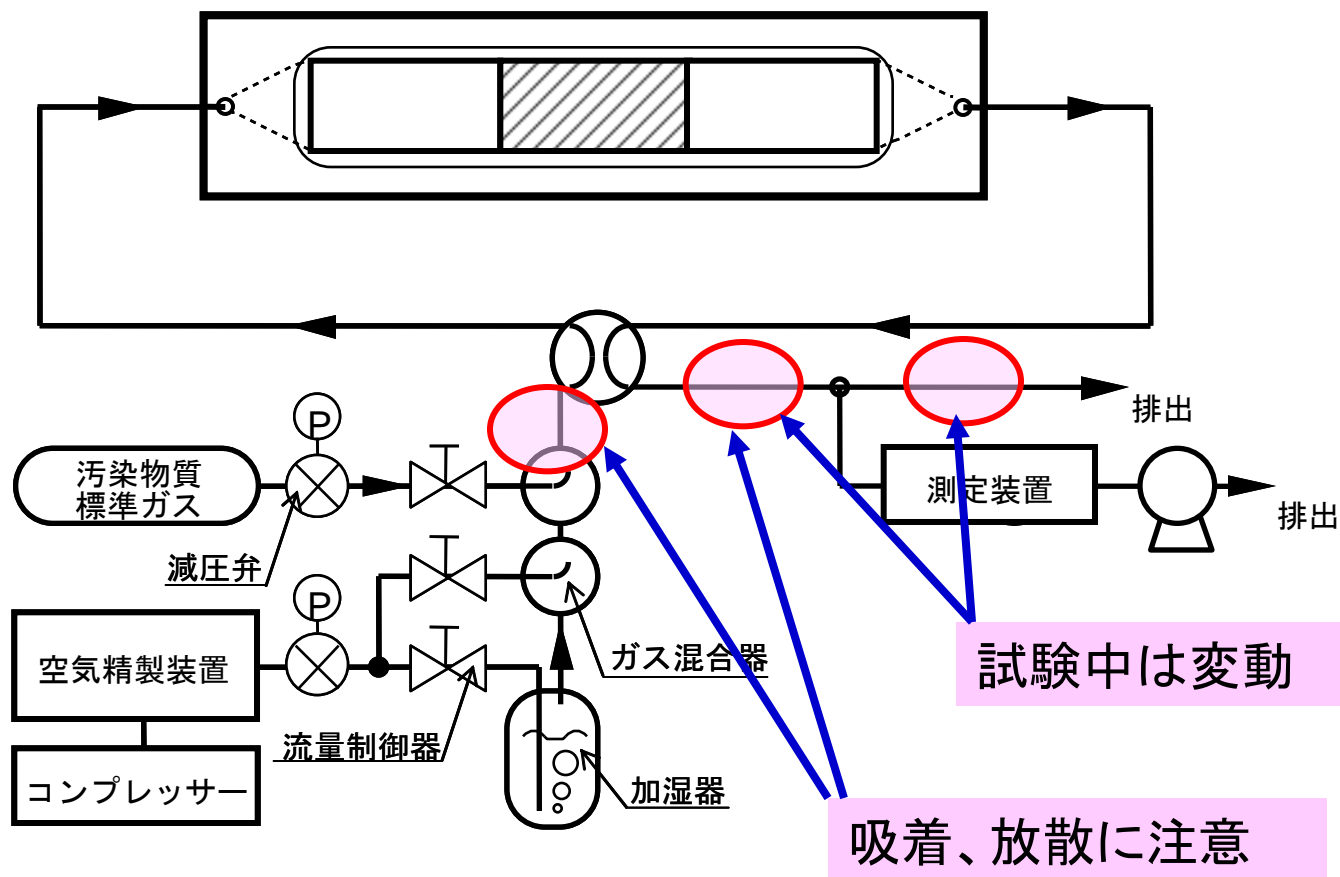
## ④加湿器

- 温度の安定した場所に置く。
- 飛沫がラインに入らないように注意する。
- トラップを設置する。
- 加湿ボトルとトラップを恒温槽に入れると良い。
- きれいな水を用いる。材質にも注意。

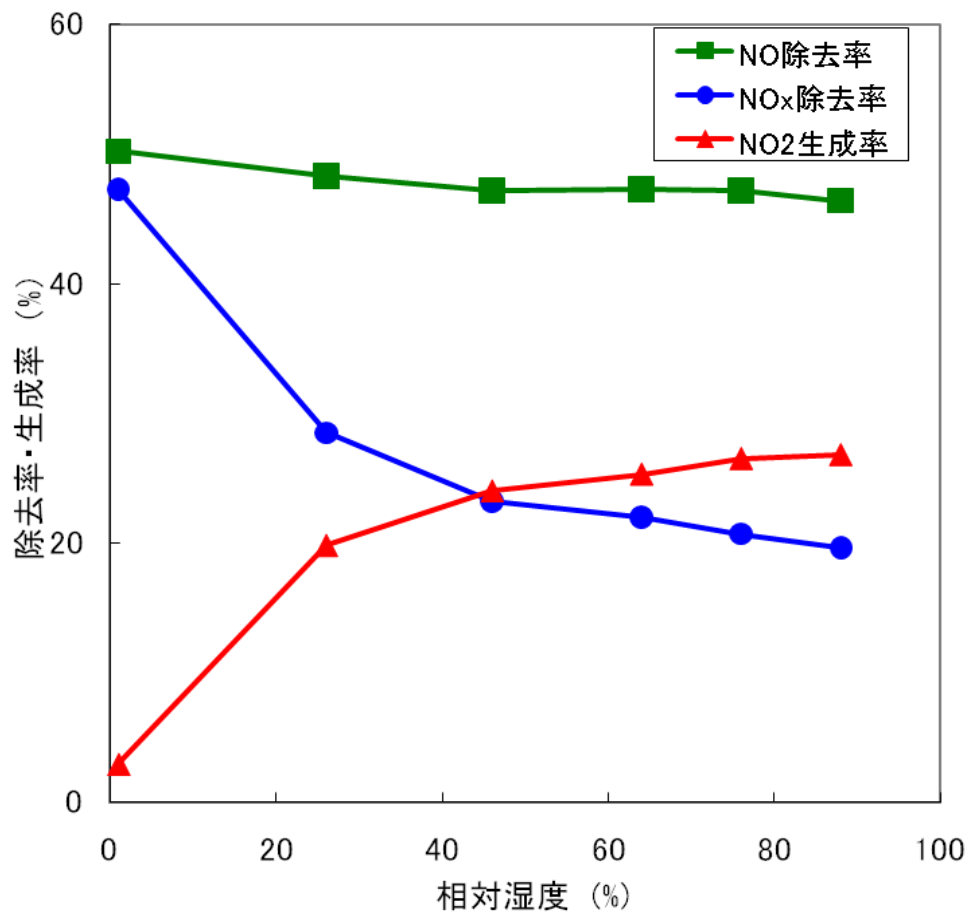


# 湿度を測る場所

試験を通して計測できると安心ですので、湿度計をラインに組み込むことを推奨します。

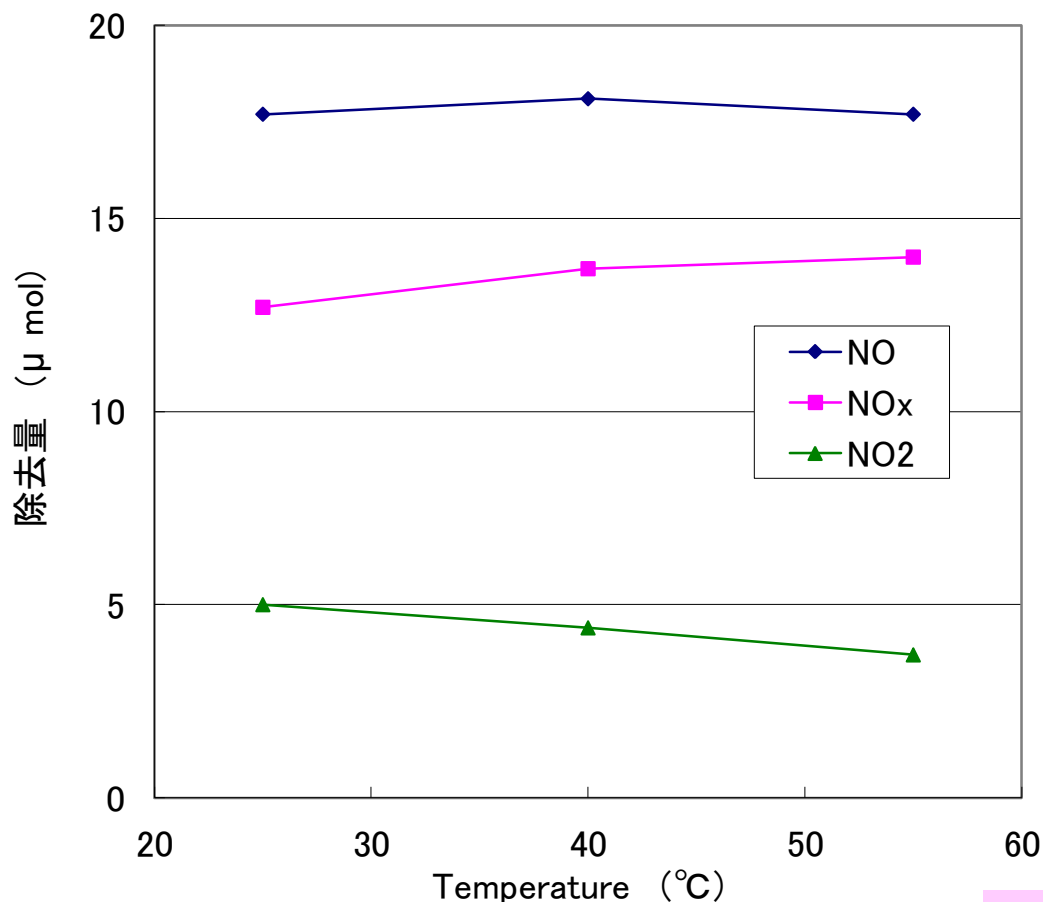


# 湿度の影響



46%から64%の間であれば、相対誤差は5%以内となる。

# 温度の影響



※水蒸気圧を一定、反応器の温度を変えて除去率を測定

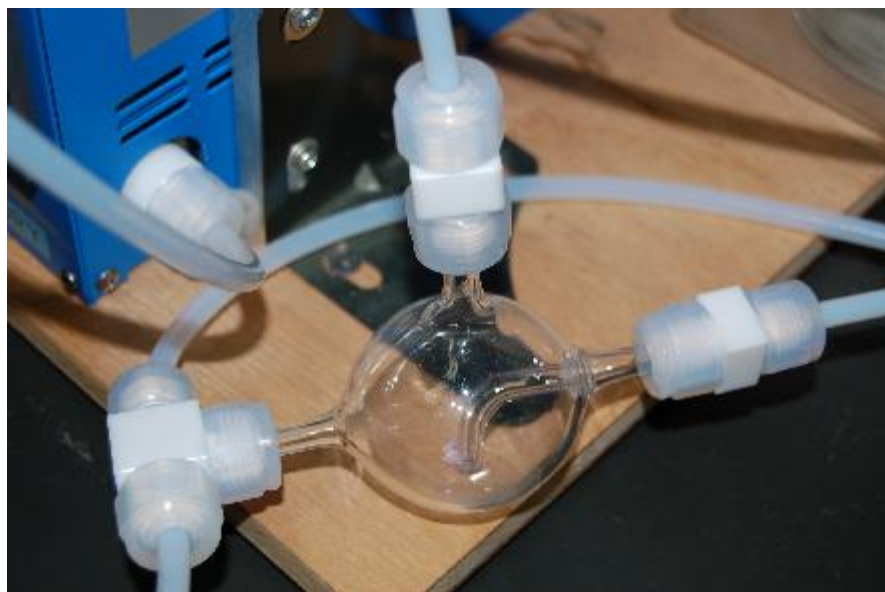
温度が±5°Cなら、相対誤差は2.5%以内

※温度よりも水蒸気圧の影響が大きい

## ⑤ガス混合器

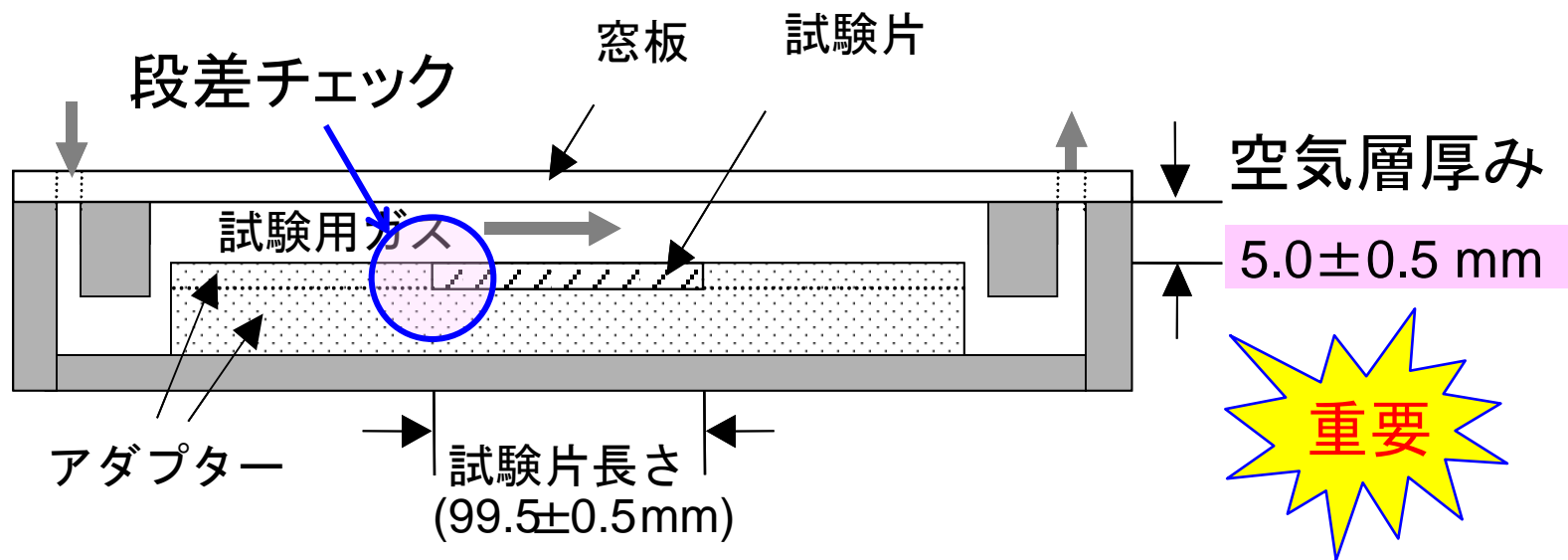
いろいろ試しましたが、差はありませんでした。

※リアクターの入りで混ざるため

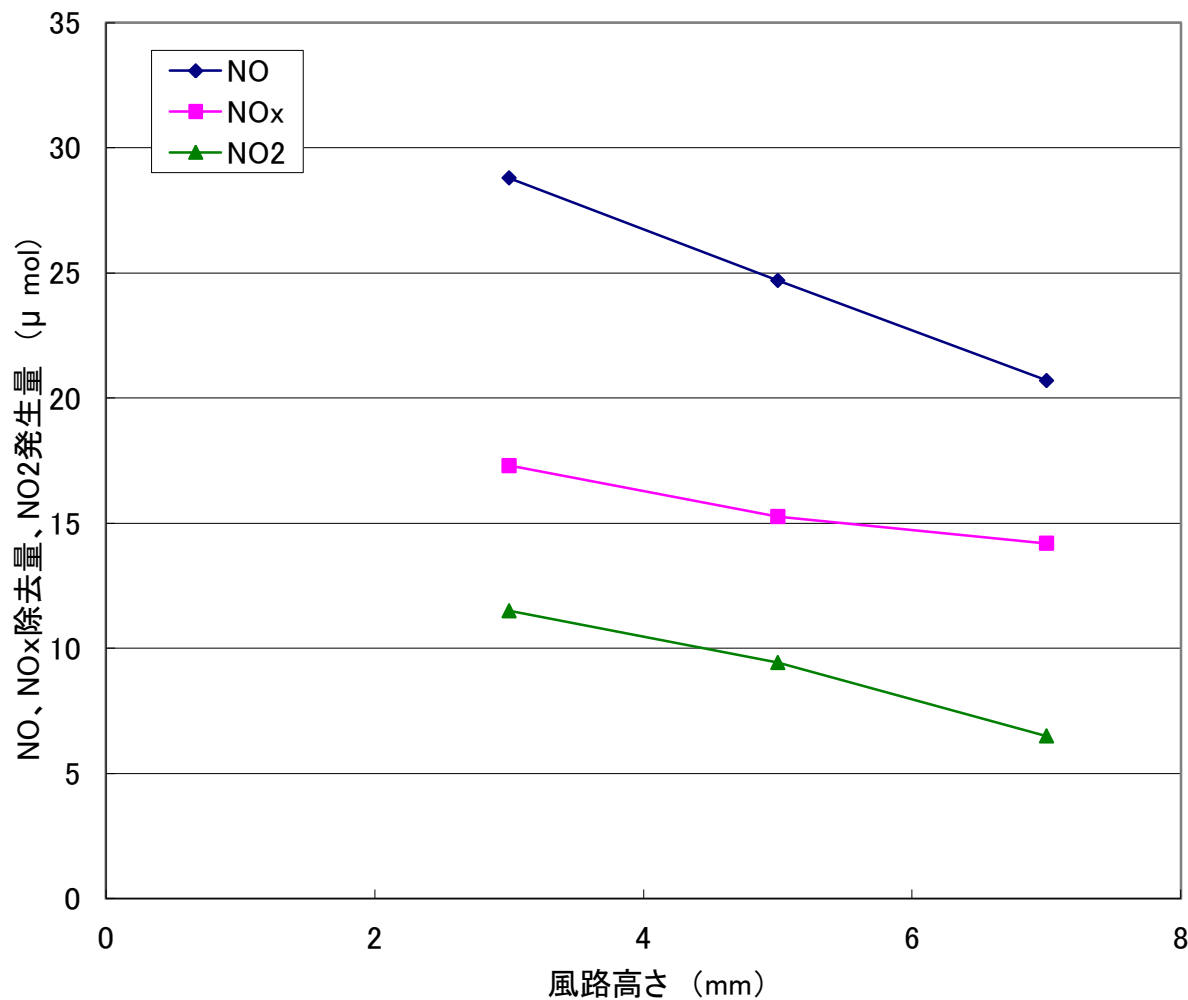




# ⑥リアクター

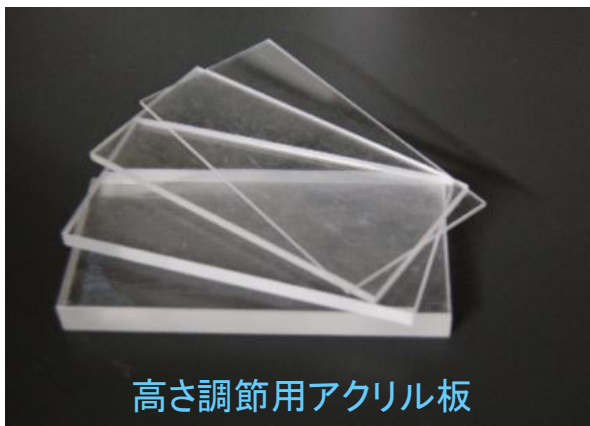


# 風路高さの影響

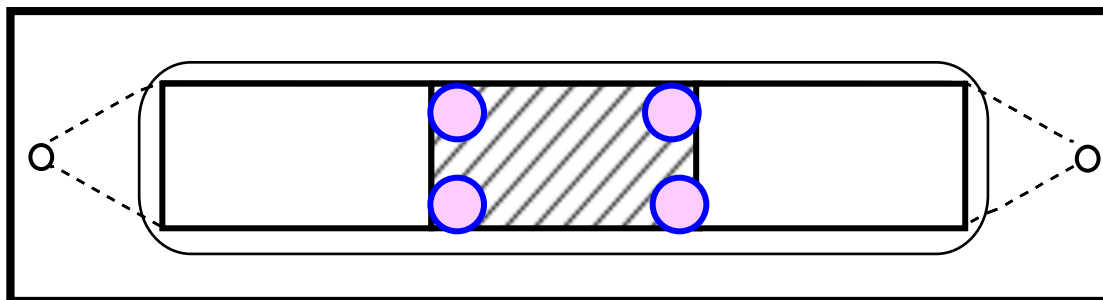


風路高さが1mmずれると、NO<sub>x</sub>除去率は5%変化する。

## ~調節のために~

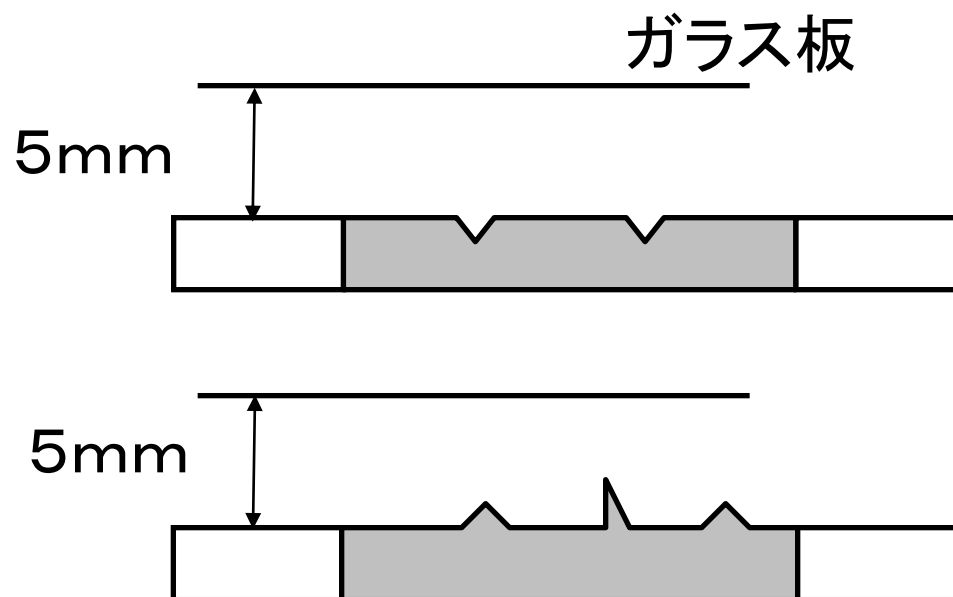


4隅をチェック。  
パッキンの厚みも考慮。



# 試験片が凹凸

支配的な面の高さで合わせる。



ただし、凹凸の高さは3mmまで。

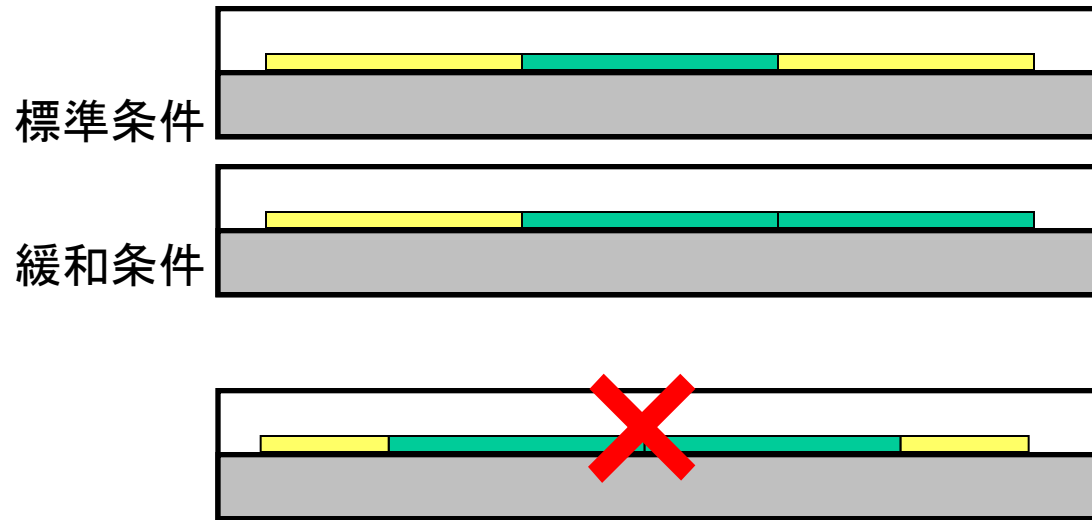
# 緩和条件

## アセトアルデヒドの場合

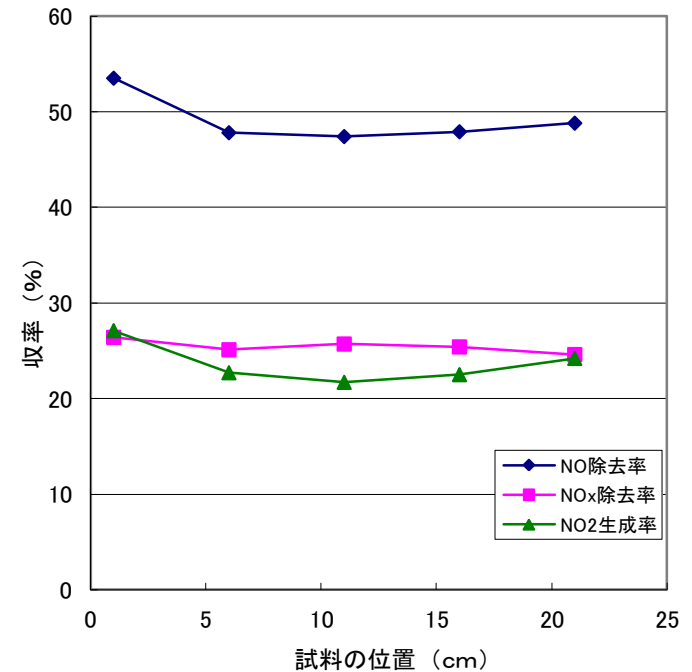
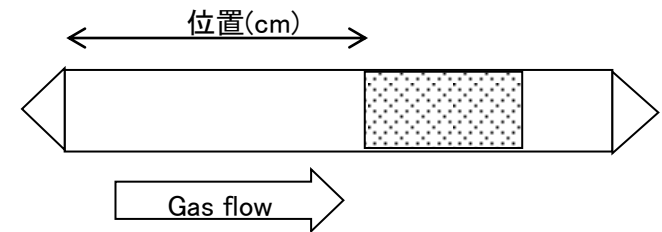
変更できる試験条件	変更後の値
試験用ガス流量	0.5L/min
試験片の枚数	2枚

平板状の試験片の測定において、得られた除去率が**5%未満**で、除去量を正確に測定できない場合は、試験片の枚数および試験用ガス流量の両方を表1の通りに変更して測定することができる。報告する除去量は、式から得られる値の**1/2**とする。

# 緩和条件適用時の試料の設置

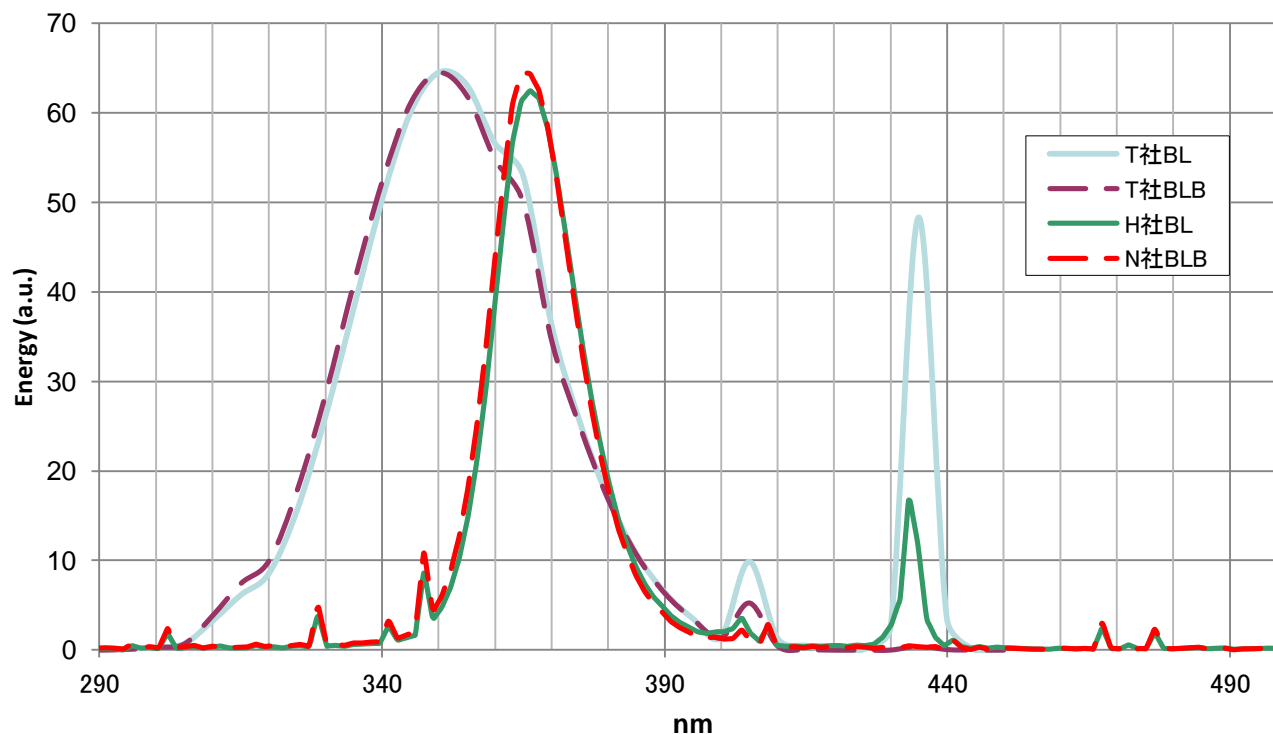


除去量が小さく、サンプルを2枚設置するときには、中央+後方とする。



# ⑦光源

空気浄化では、BLもBLBも使える。



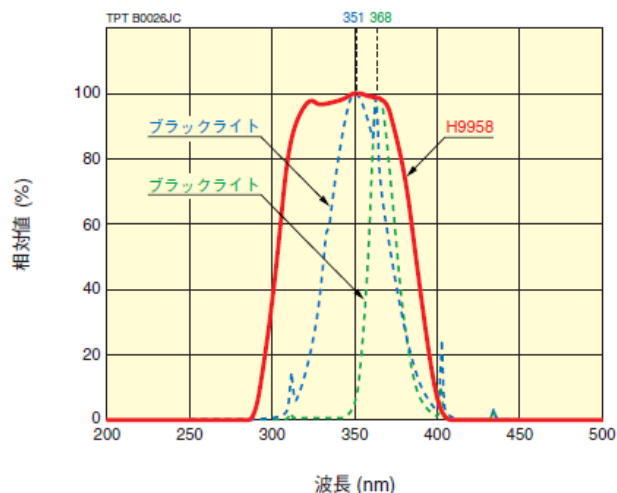
メーカーによってスペクトルが異なるので、  
正しくランプのメーカー、型番を記録する。

# 紫外線放射照度計



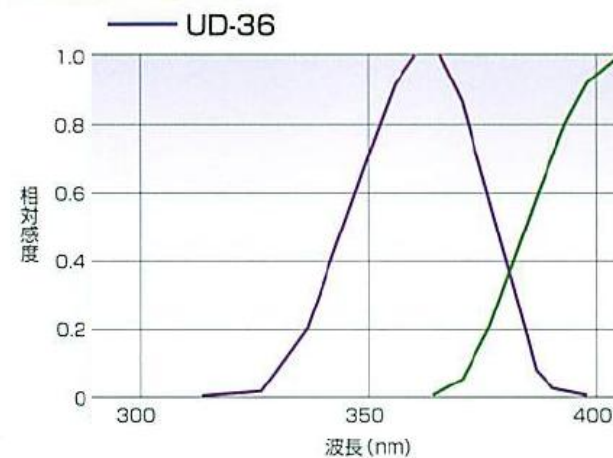
- 感度特性のわかっているものを使用する。

図1：検出部の相对分光応答特性\*1 (代表値)  
(H9958: 310 nm ~ 380 nm)



\*1 波長500 nm以上にも若干の応答があります。

■ 分光感度特性



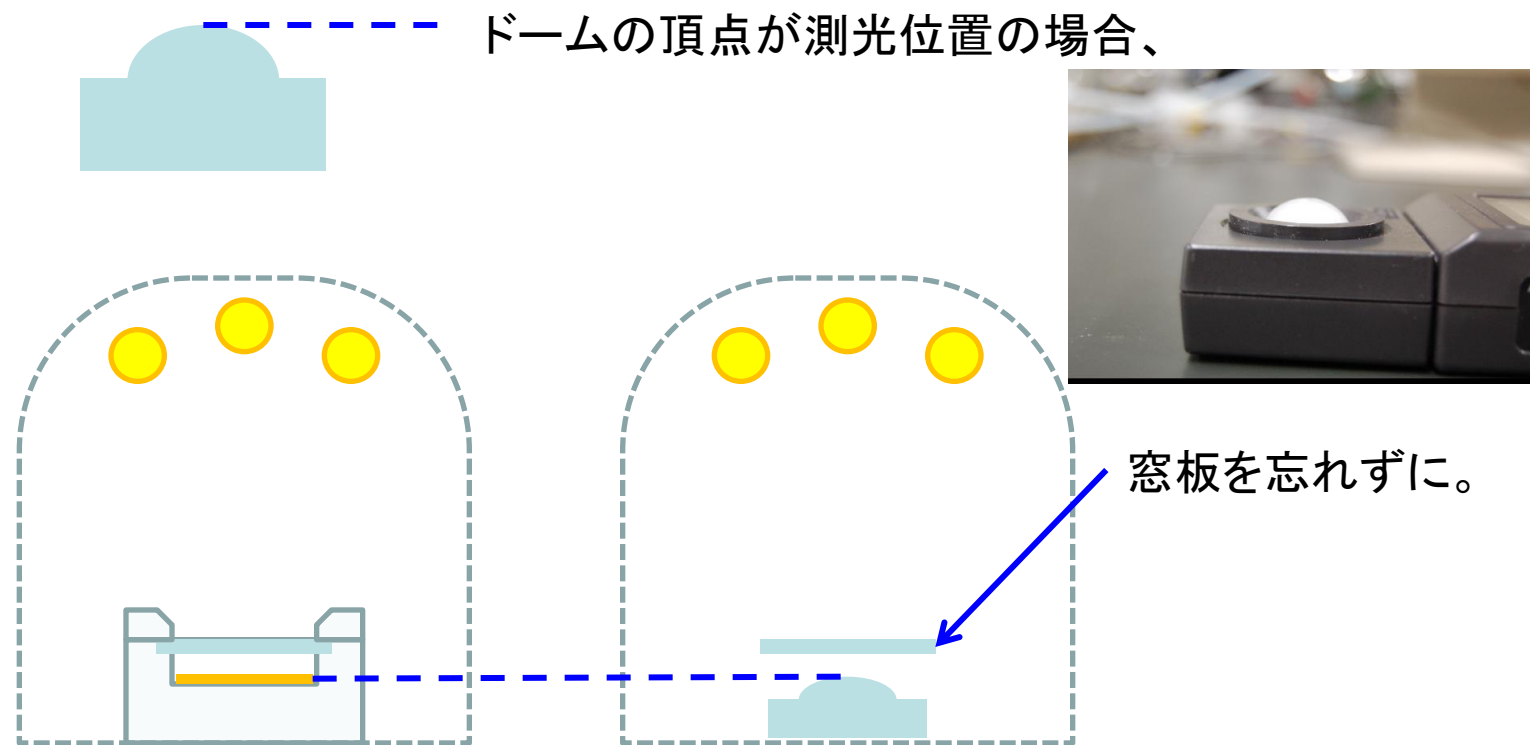


# 照度計と光源の相性？

ランプ				UV強度(相対値)		
型番	メーカー	中心波長	W	T社 UD-36	H社H9958-01	H社H9958
FL10BL	HITACHI	368	10	100	65	65
FL10BL	Toshiba	351	10	100	99	101
FL10BL-B	NEC	368	10	100	63	68
FL10BL-B	Toshiba	351	10	100	84	95

# 紫外線放射照度の測り方

- 測光位置を仕様書で確認

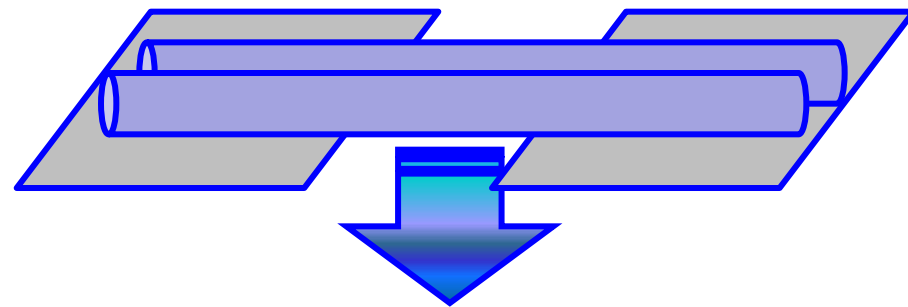


# 紫外線放射照度の調整

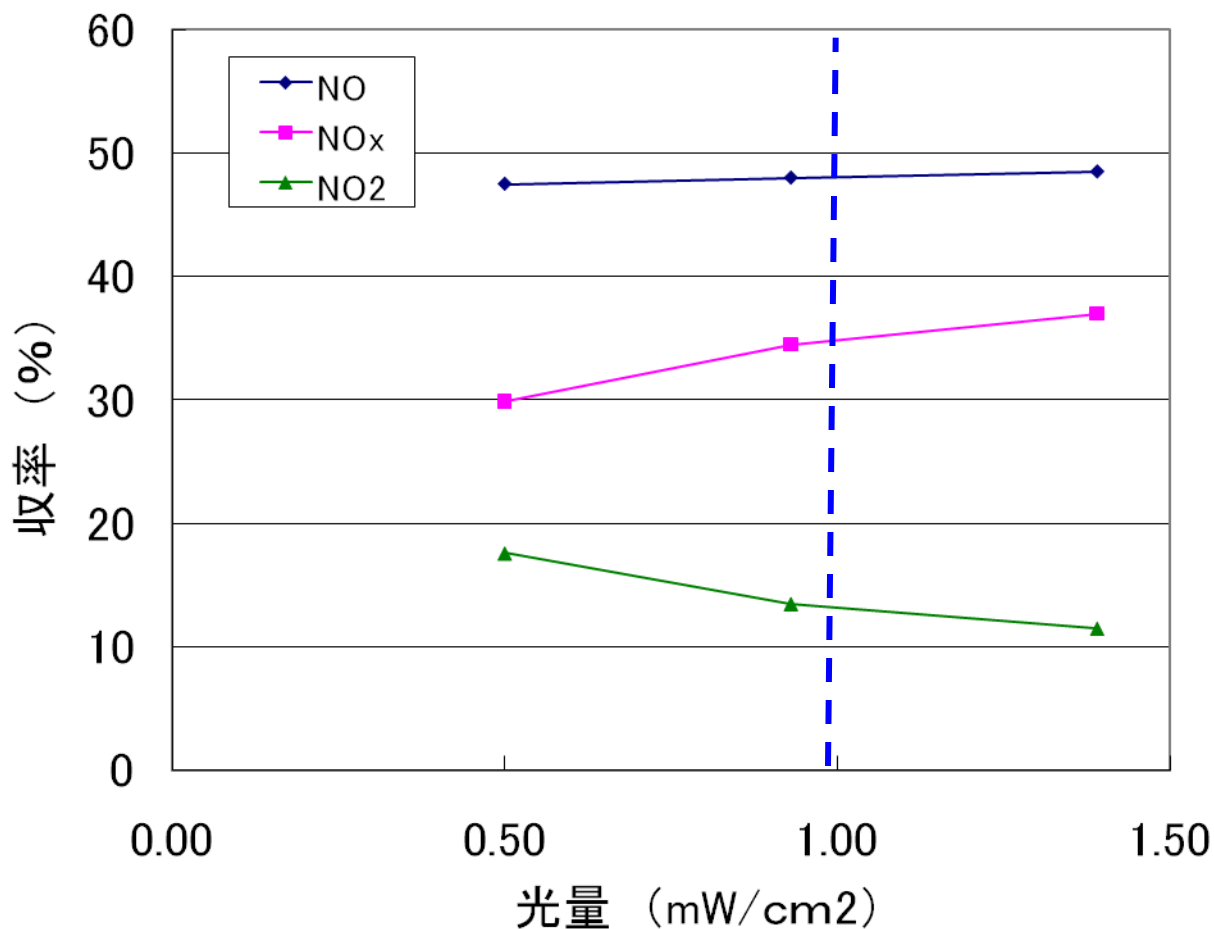
- ランプの隠し具合を調整
- ランプの高さを調整
- リアクターの高さを調整



いずれでもOK



# 光量の影響



NO<sub>x</sub>除去率の相対誤差を5%以内にするには、紫外光強度の差を12%以内にするればよい。

## ⑧測定装置

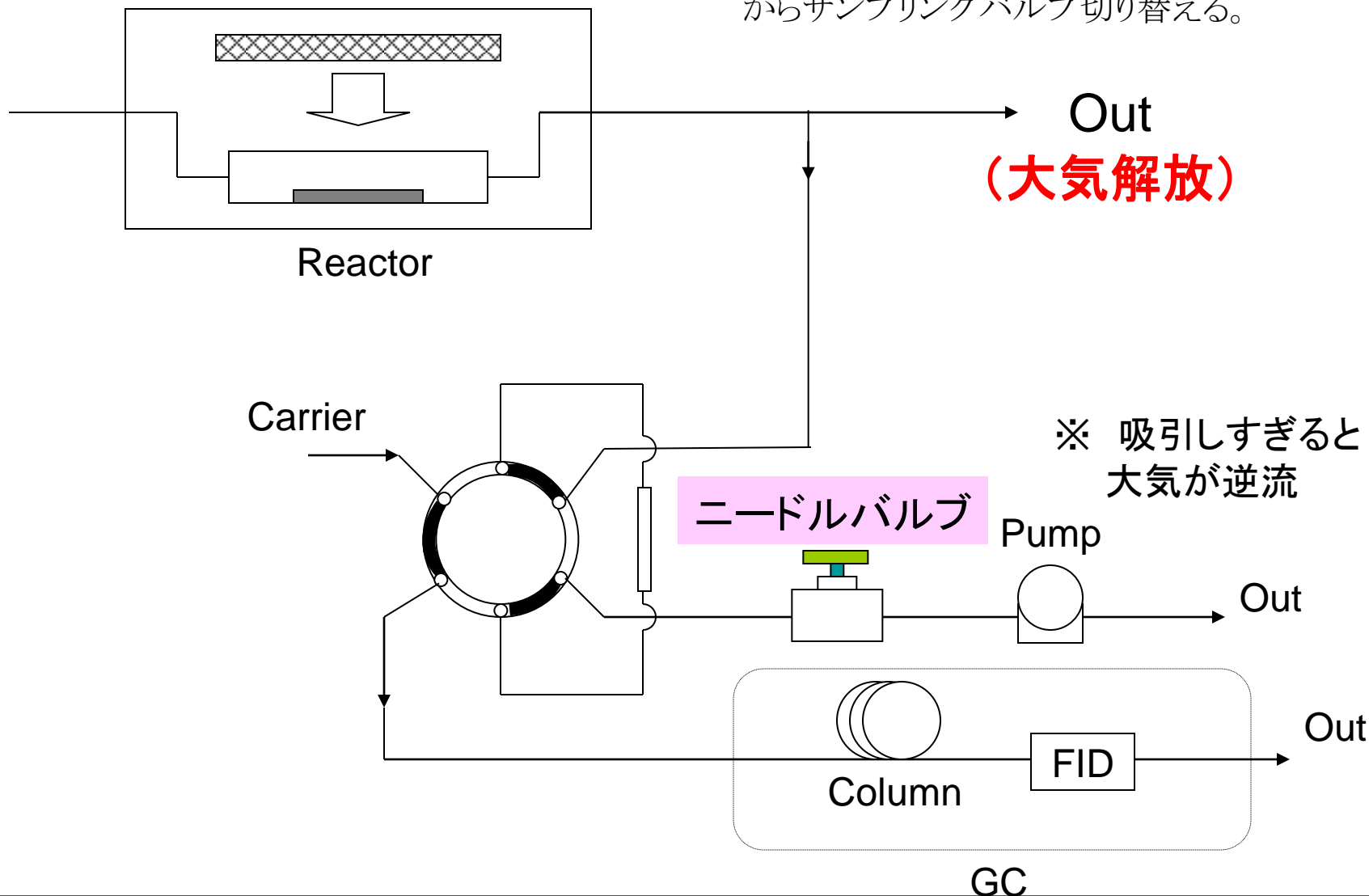
- 校正を正しく行う。
- 慣れている方法で行う。
- サンプリングがガスの流通に影響を与えないこと。



- 圧力変動
- 逆流

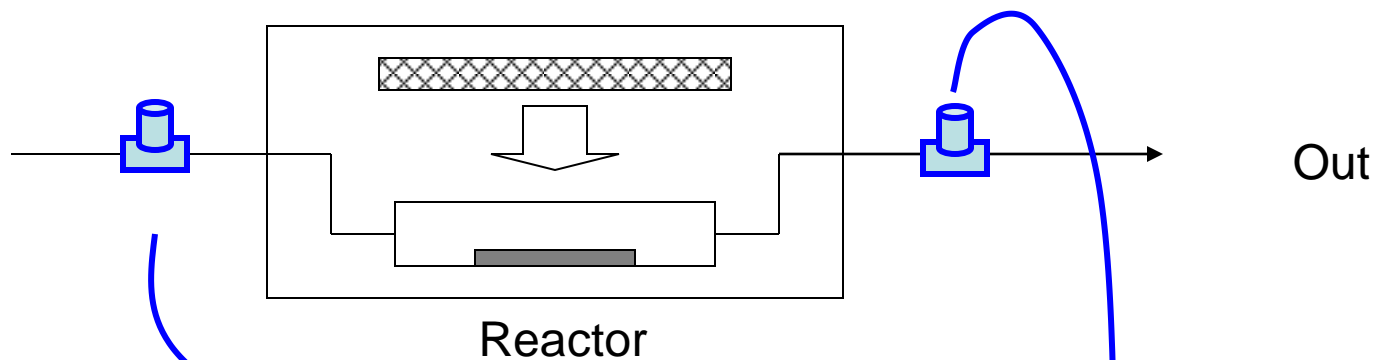
## GC用サンプラーの利用例2

※ポンプの流量が、試験ガス流量よりも大きいときは、ニードルバルブ(ポンプの前段)で調節する必要がある。ポンプを一時停止して、大気圧にしてからサンプリングバルブ切り替える。



# ガスタイトシリンジ

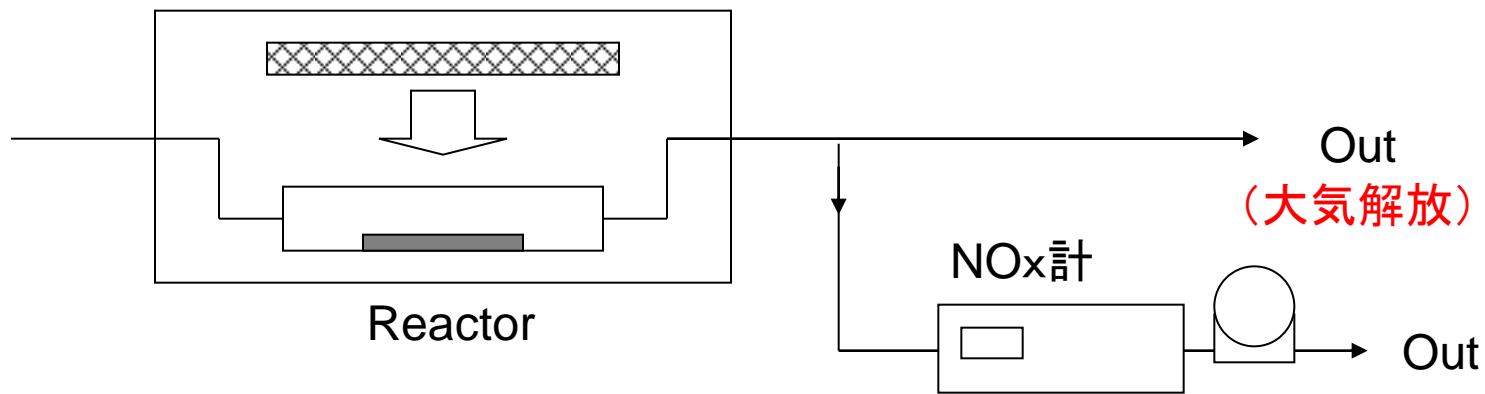
試験中の流入ガス濃度を測れるメリットがある。



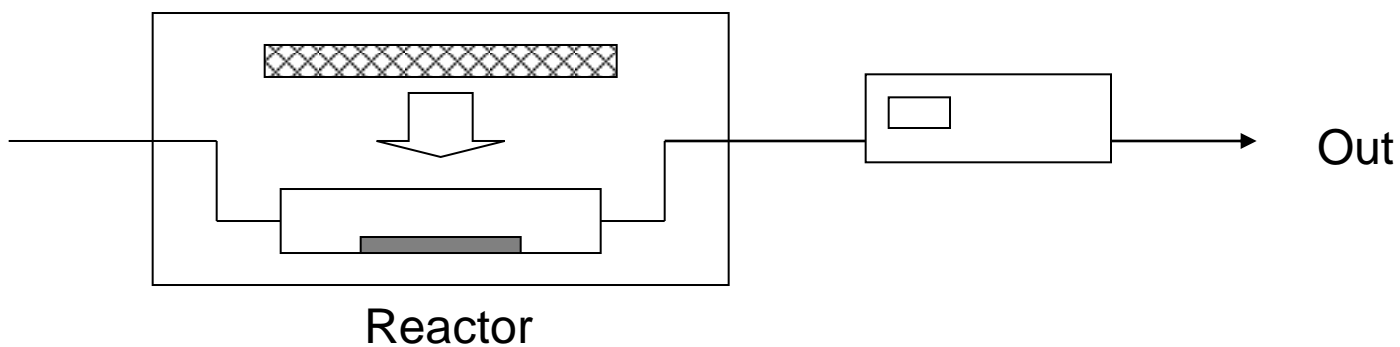
校正と試験を同じ人が行うことが望ましい。



NO<sub>x</sub>計の接続例



悪い接続例





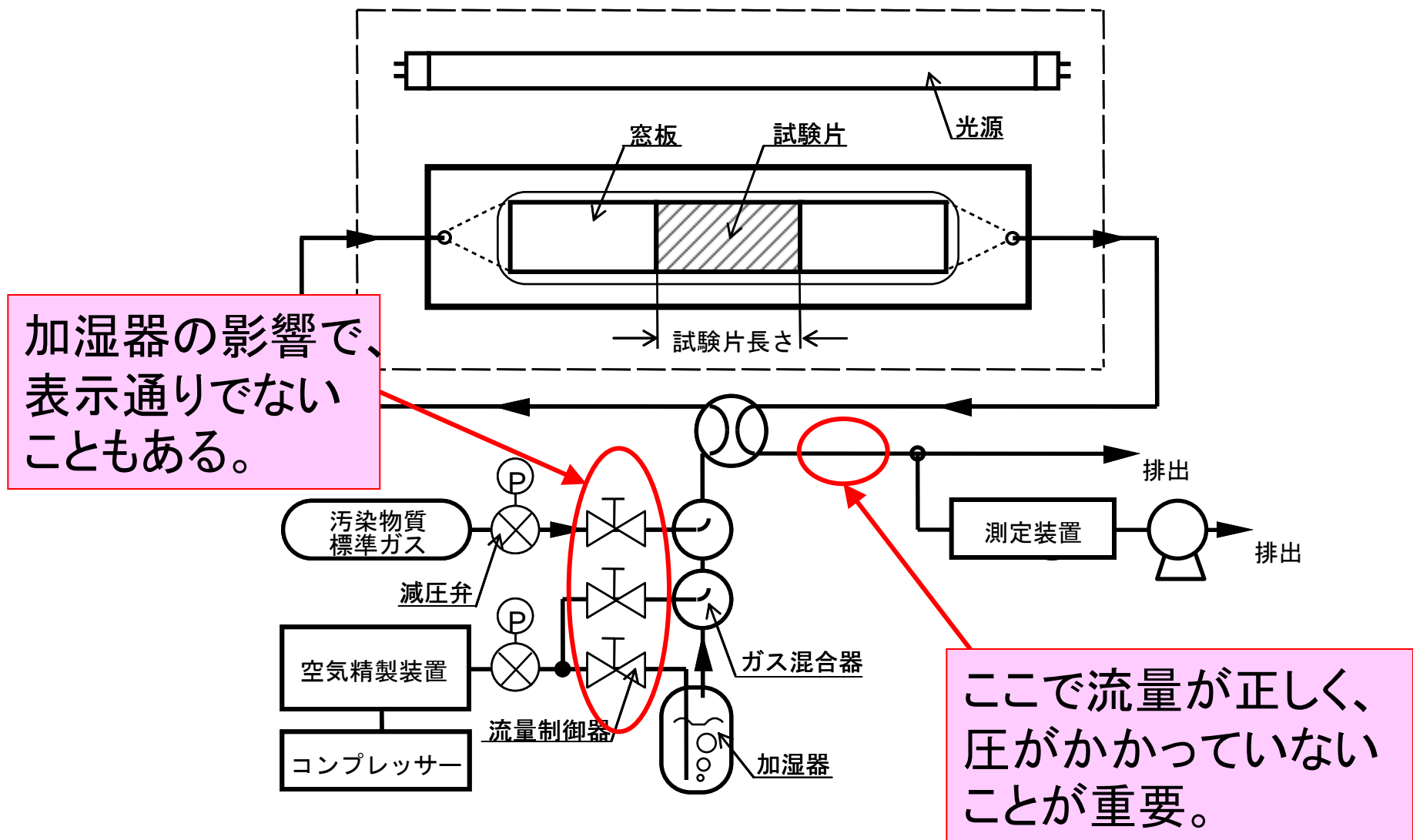
# 圧力がリアクターにかかると

1.05気圧になると、  
窓板に約8kgの力が加わる。

- 危険
- 反応ガスが漏れるので、実質的な流速が下がり、除去率や除去量が増大したように計測される。

装置が完成したら、一度リアクターの下流で圧力と流量を測ることをお勧めします。

# 出口流量測定 の 勧め



## 流量の影響

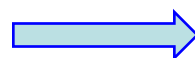
- 流量が多い ~ 除去率が下がる。  
除去量はそれほど変わらない。  
報告は「除去量」
- 「計算に用いる流量」と「実際の流量」が違ふと問題。

# 前処理

汚れていると損！

目的 ~ 試験片の表面に付着した余分な有機物、イオンを除去する。

紫外線照射



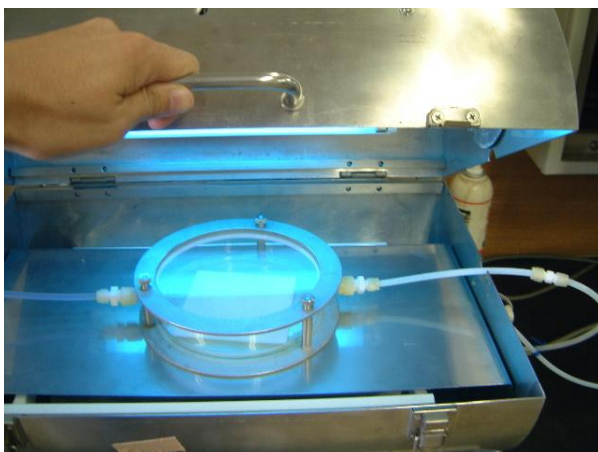
水洗 (& 乾燥) NOx

清浄な空気  
流通 or 密閉

性能が変わらない範囲で行う

汚れる前に

試験



古いリアクターの再利用

保管する場合

密閉容器に入れて、暗所で保管。  
安価な樹脂製の容器は有機物を放散することがあるので、ガラス製の容器が望ましい。

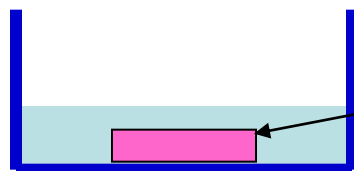
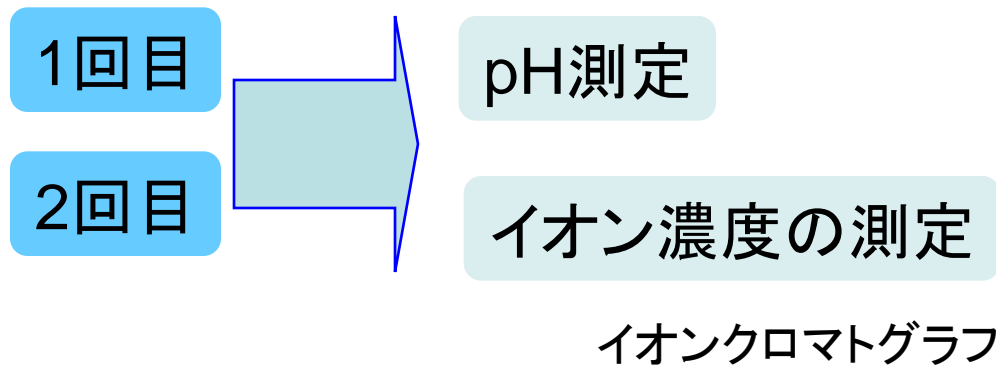
# 溶出試験 (NO<sub>x</sub>)

目的 ~ 再生効率を調べるため。

50ml程度の精製水に  
1時間浸漬



NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, NO<sub>2</sub><sup>-</sup>



表面が水面下になるように。  
吸水する場合、適宜増量。

# レポート

アセトアルデヒドの例

- a) 試験年月日, 試験担当者名及び気温・湿度
- b) 試験片の種類, 材質及び形状
- c) 試験装置の形状及び仕様
- d) 試験条件(汚染物質ガスの種類, 供給濃度, 水蒸気濃度, 流速, 光源の種類, 照度, 用いた測定機器の種類など)
- e) 試験片によるアセトアルデヒドの除去率及び二酸化炭素転化率
- f) 試験状況及び試験後の試験片に関して特記すべき事項

d)及びe)については, 試験片の個々の試験ごとに報告する。

## 特に重要な報告値

### R1701-1

- ・ 5時間の窒素酸化物除去量
- ・ 再生効率

蓄積型の反応

### R1701-2

- ・ 1時間のアセトアルデヒド除去量
- ・ 二酸化炭素転化量

CO<sub>2</sub>に転化する  
定常的な反応

### R1701-3

- ・ 1時間のトルエン除去量

# チェックリスト

- ガスクロマトグラフなどの検出器は、正しく校正されているか？
- 温度や湿度は、正しく調整されているか？
- 装置の配管内部に、結露はないか？
- 試験片とのすきま高さは、 $5.0 \pm 0.5$  mm となっているか？（試験片の4角をノギス等でチェック）
- 試験片の位置で、照度確認をしているか？
- 光源の周りに、反射率の一定でないものがないか？（存在する場合には、撤去するか、暗膜、アルミ箔などでカバーする）
- 反応容器や配管に漏れはなく、出口付近で規定の流量が確保されているか？
- 適切な前処理や保管をした試料を使っているか？

ちりも積もって大きな誤差に。



# 体験した困難

- 朝と夜で結果が違う。
- 春と秋は試験しにくい。
- 人によって結果が変わる。
- 吸着剤を多量に含む試料
- 溶ける試料
- 可視光触媒にはさらなる苦勞が.....

ありがとうございました。

ご質問、ご意見等ありましたら、  
いつでも産総研 竹内または佐野まで。

E-mail: [takeuchi-koji\(あっと\)aist.go.jp](mailto:takeuchi-koji@aist.go.jp)