

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)を性能制限要因とはしない。

→「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

認証ラベル

評価基準

試験事業者
の品質管理
JNLA/MRA登録
ISO/IEC 17025

JIS R 17xx
ISO 22197,
etc.

試験方法

国際的にも統
一されることが
望ましい

○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CO₂の測定)

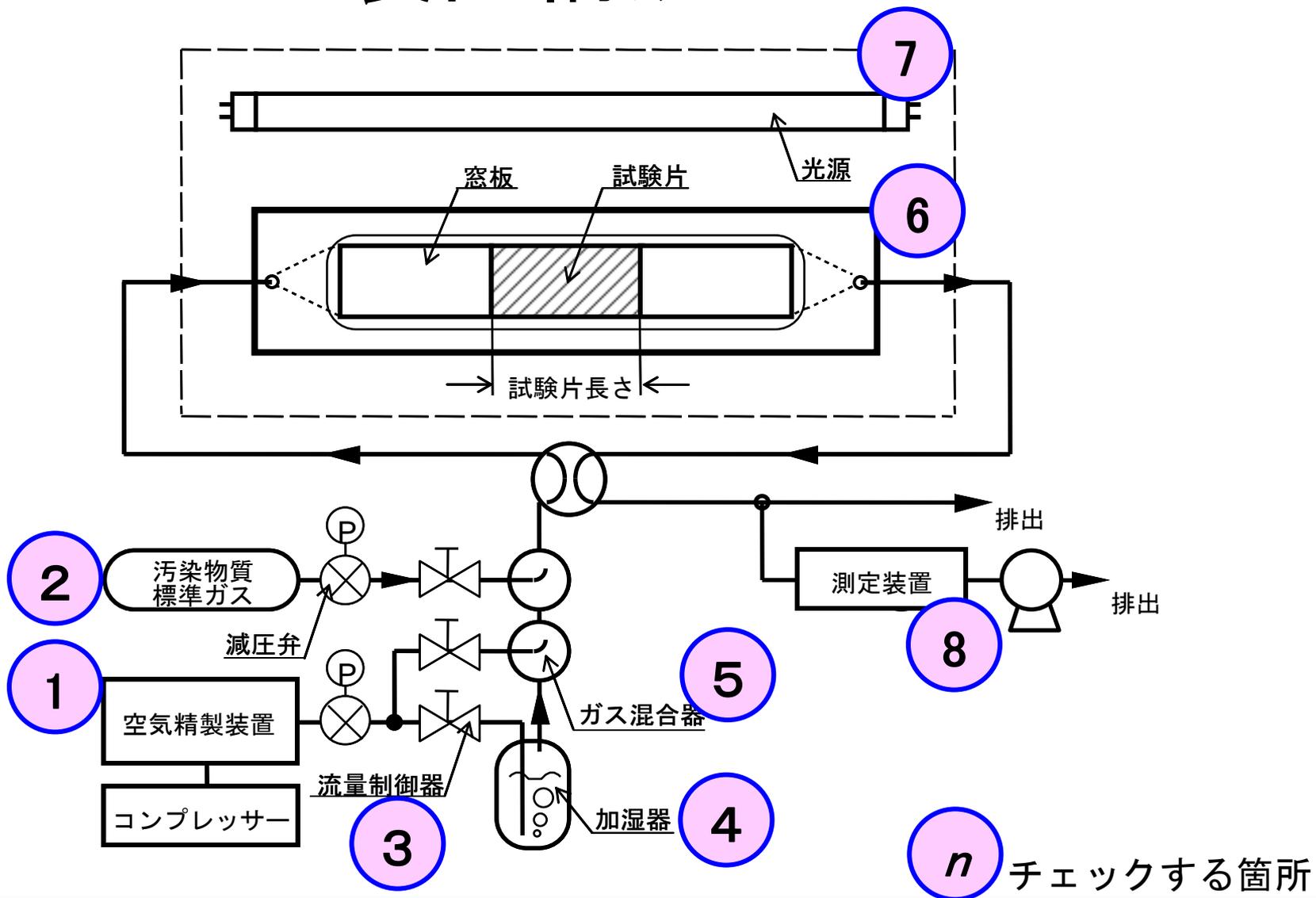
↓
規定が必要

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_x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、CO₂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_x : 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



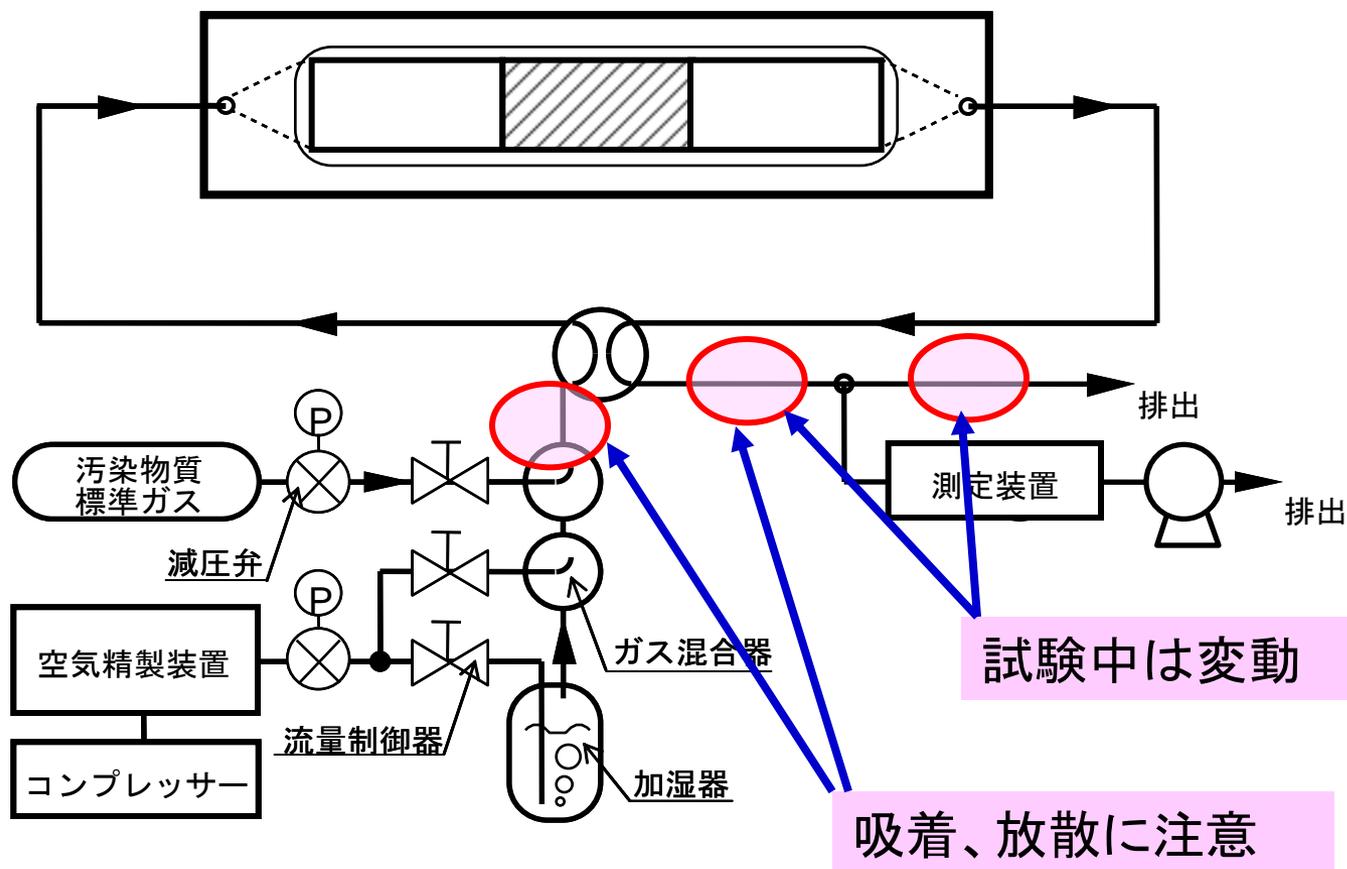
④加湿器

- 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。

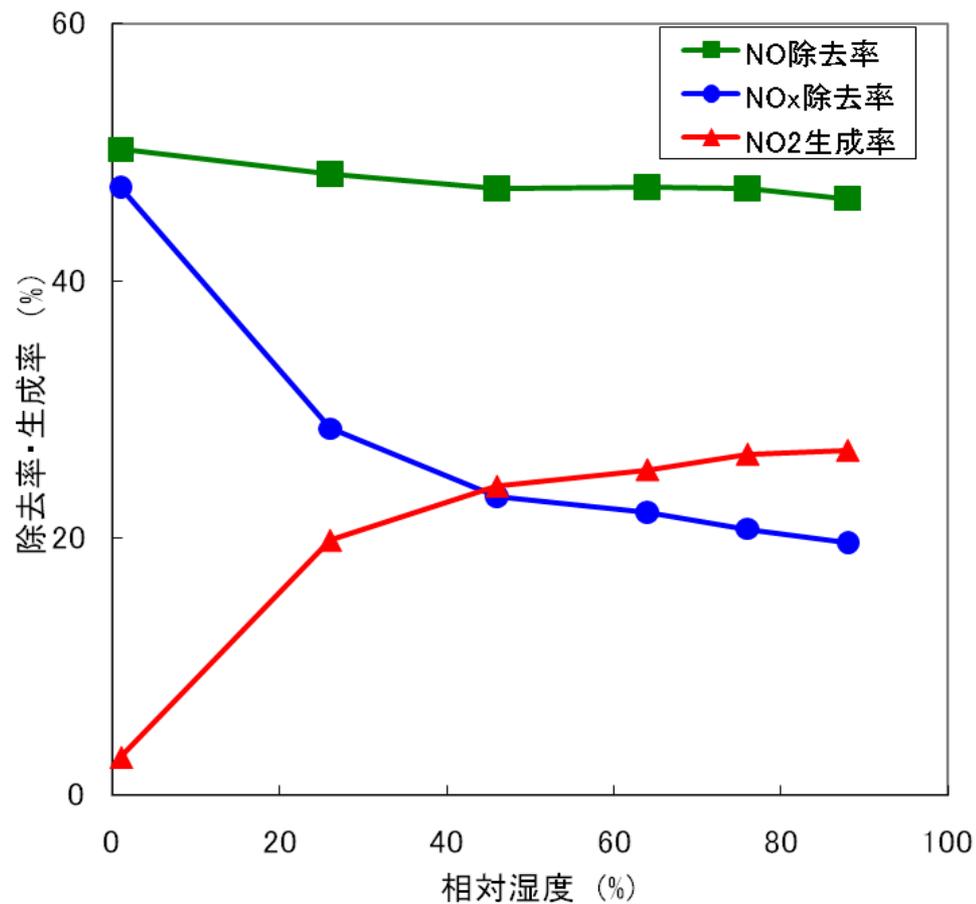


湿度を測る場所

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。

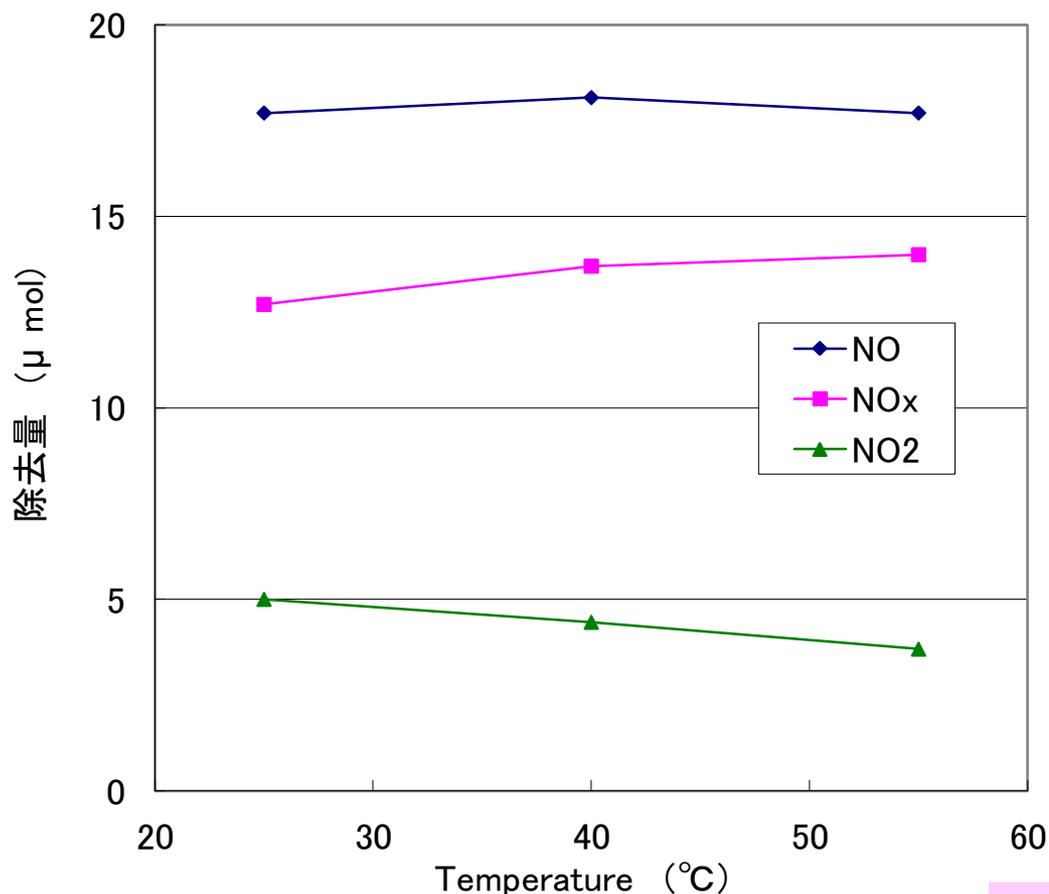


湿度の影響



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

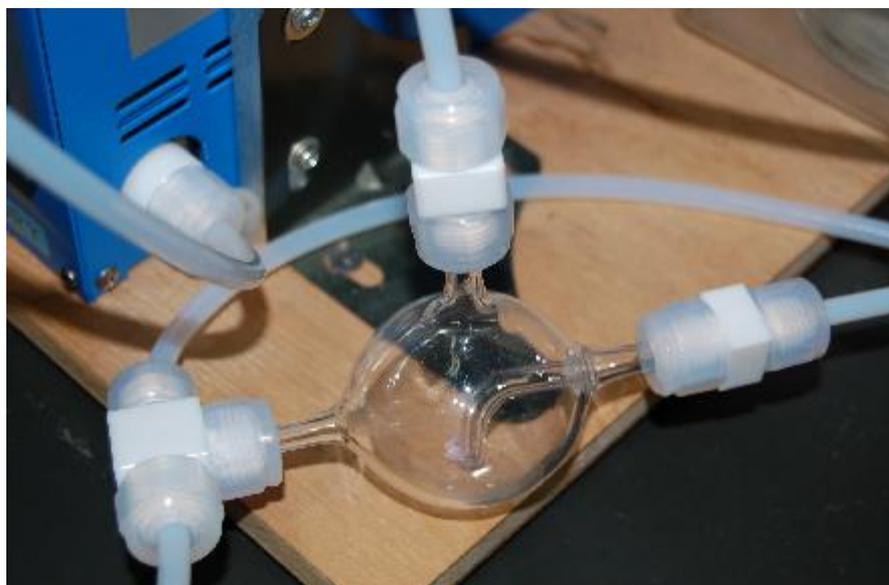
温度が±5°Cなら、相対誤差は2.5%以内

※温度よりも水蒸気圧の影響が大きい

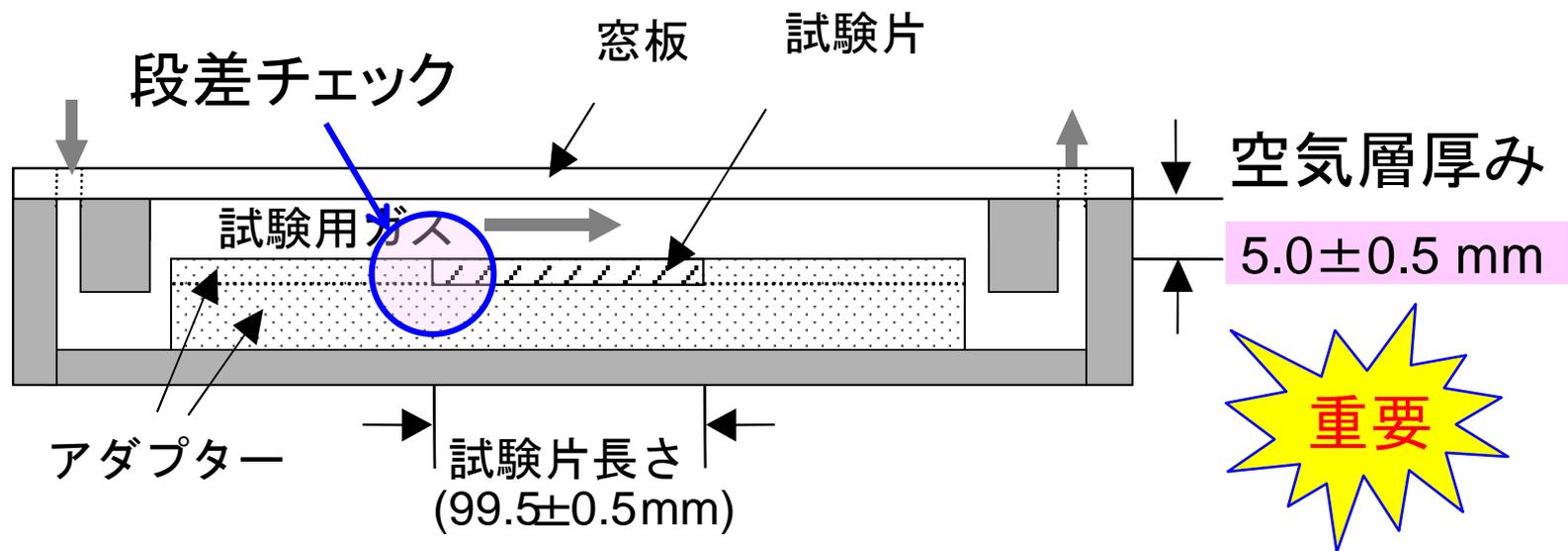
⑤ガス混合器

いろいろ試しましたが、差はありませんでした。

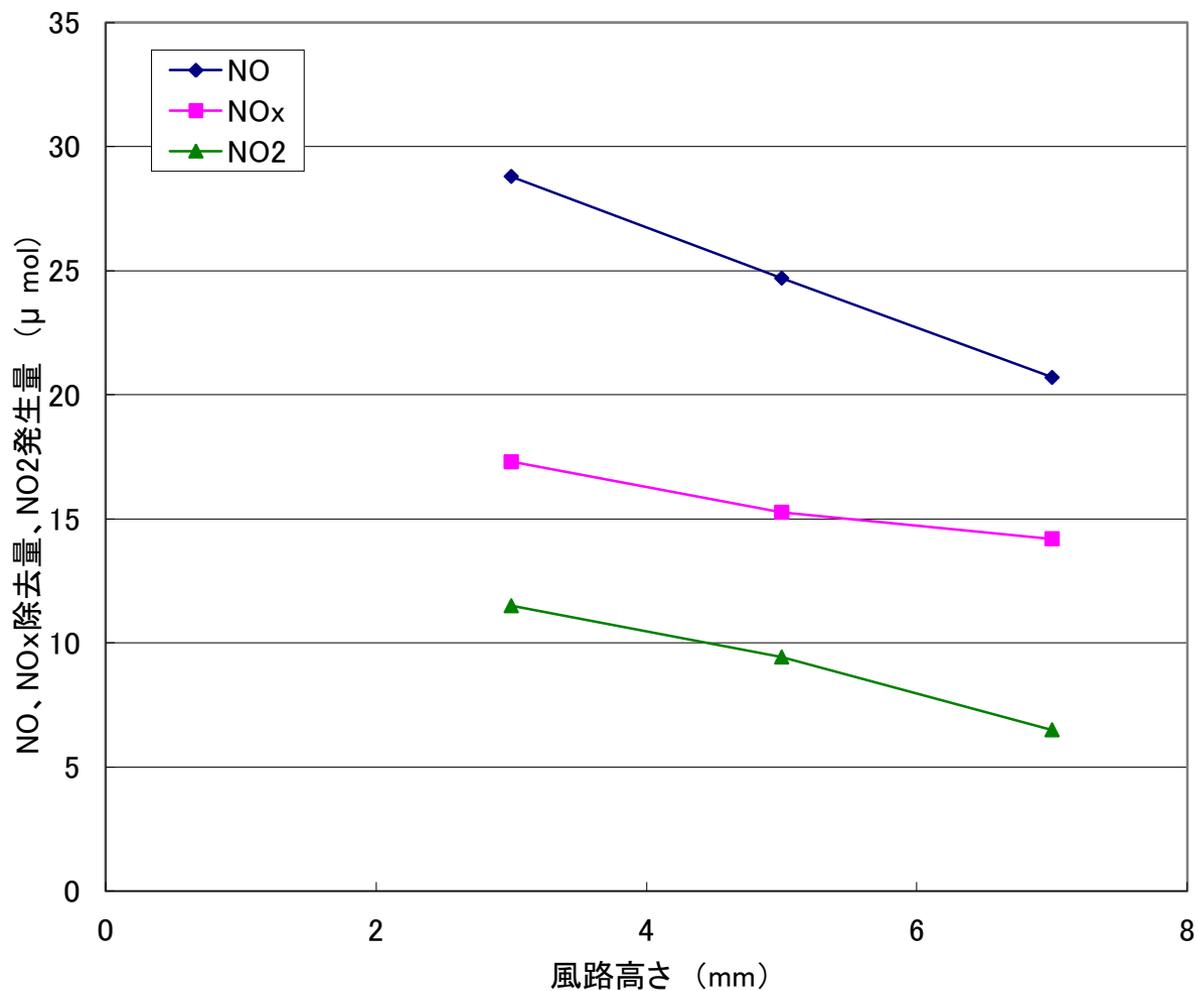
※リアクターの入りで混ざるため



⑥リアクター

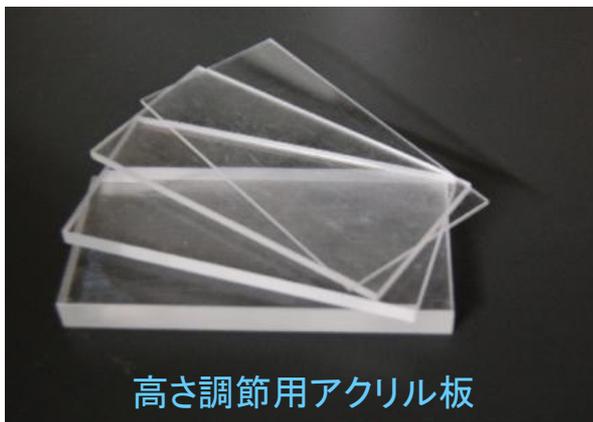


風路高さの影響

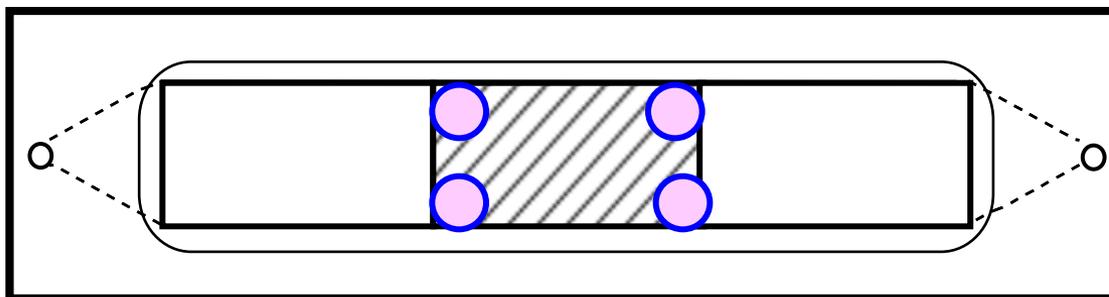


風路高さが1mmずれると、NO_x除去率は5%変化する。

~調節のために~

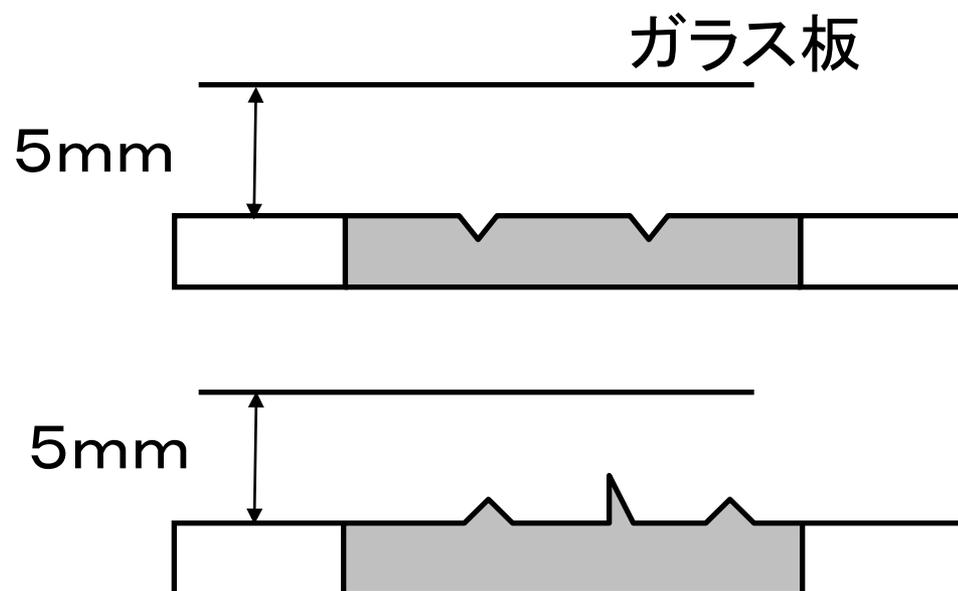


4隅をチェック。
パッキンの厚みも考慮。



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

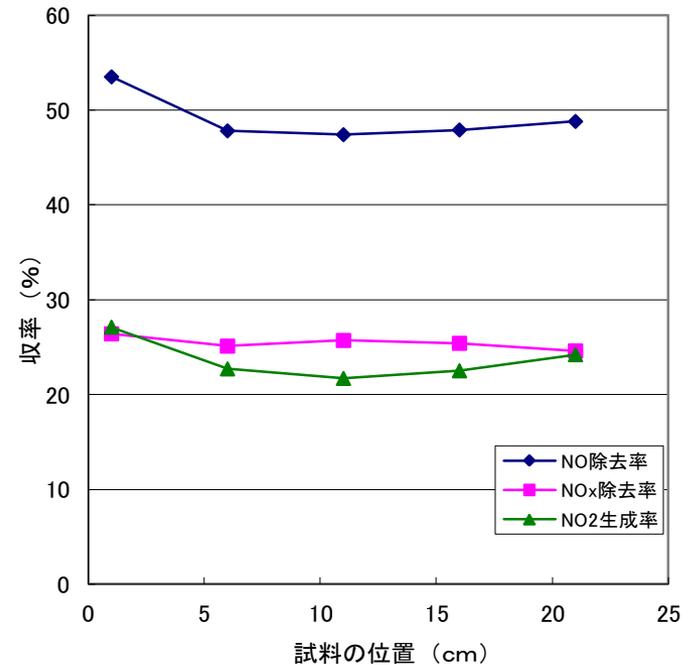
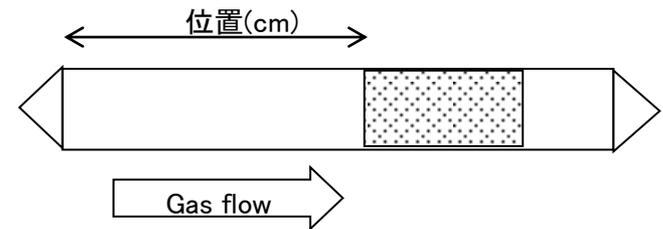
変更できる試験条件	変更後の値
試験用ガス流量	0.5L/min
試験片の枚数	2枚

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

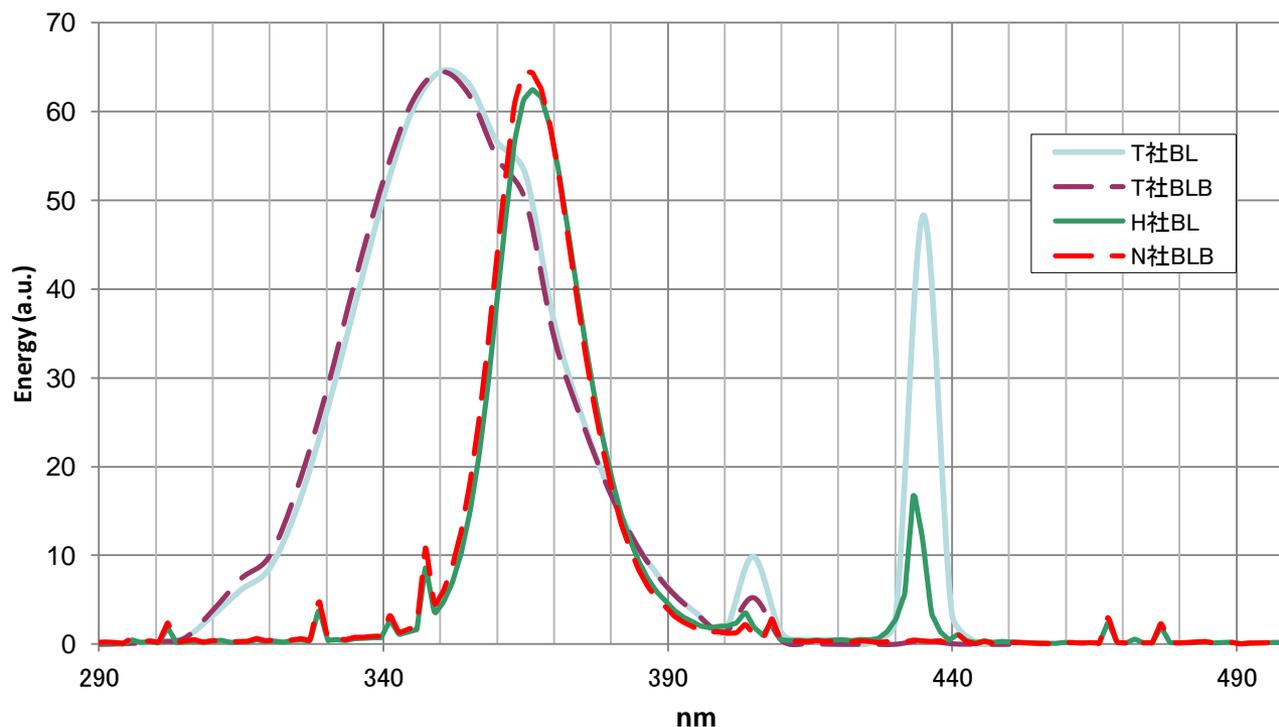


除去量が小さく、サンプルを2枚設置するときには、中央+後方とする。



⑦光源

空気浄化では、BLもBLBも使える。



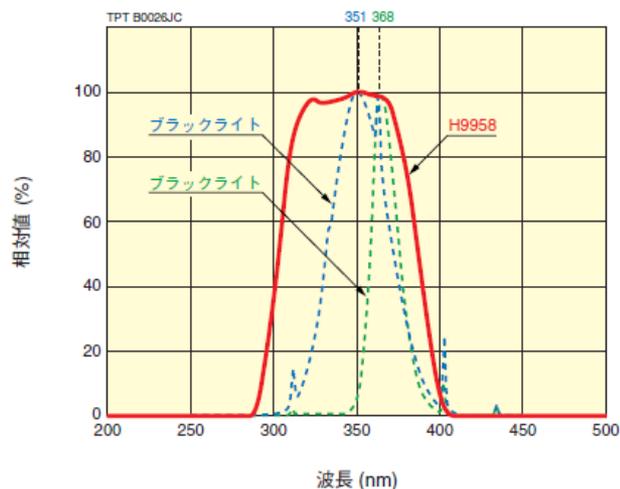
メーカーによってスペクトルが異なるので、
正しくランプのメーカー、型番を記録する。

紫外線放射照度計



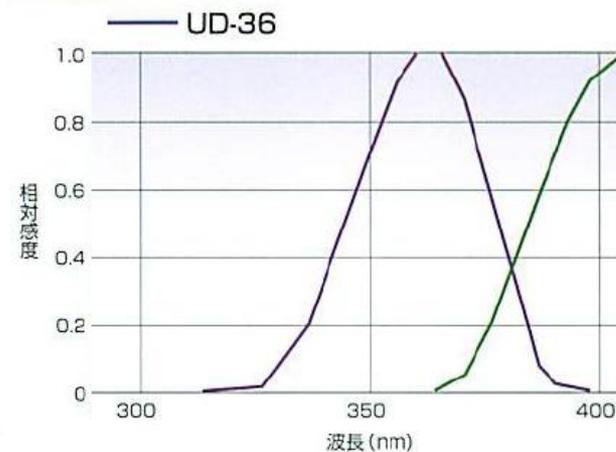
- 感度特性のわかっているものを使用する。

図1：検出部の相対分光応答特性*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

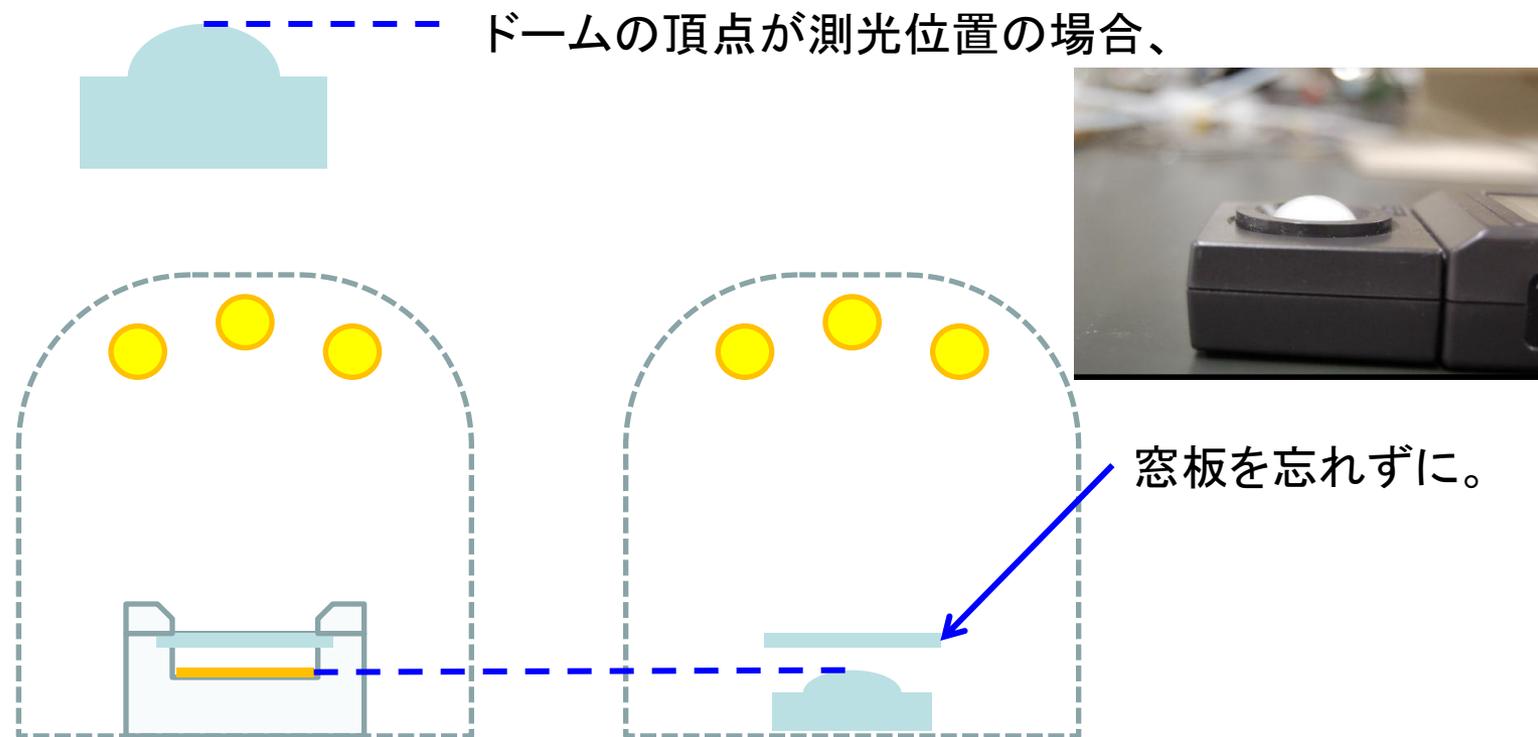


照度計と光源の相性？

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

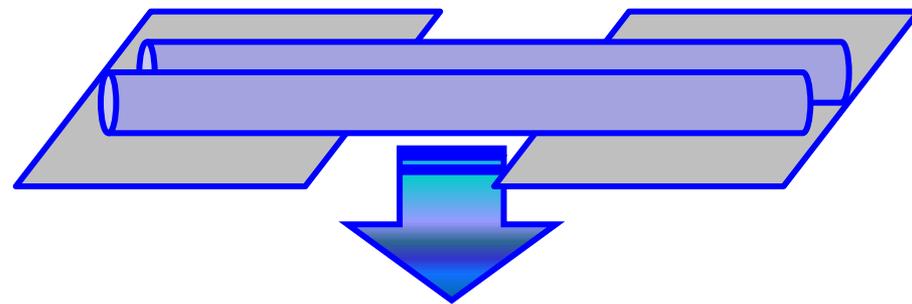


紫外線放射照度の調整

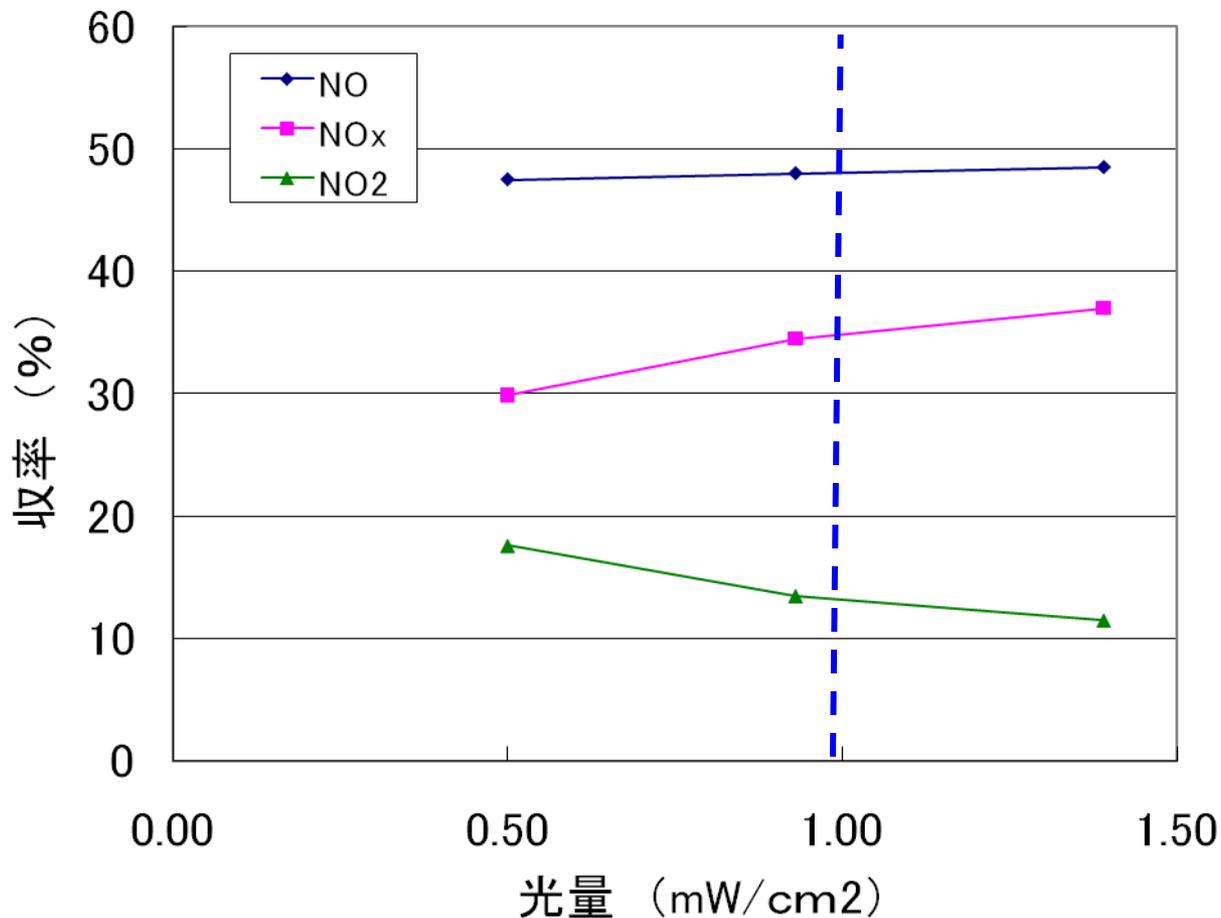
- ランプの隠し具合を調整
- ランプの高さを調整
- リアクターの高さを調整



いずれでもOK



光量の影響



NO_x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

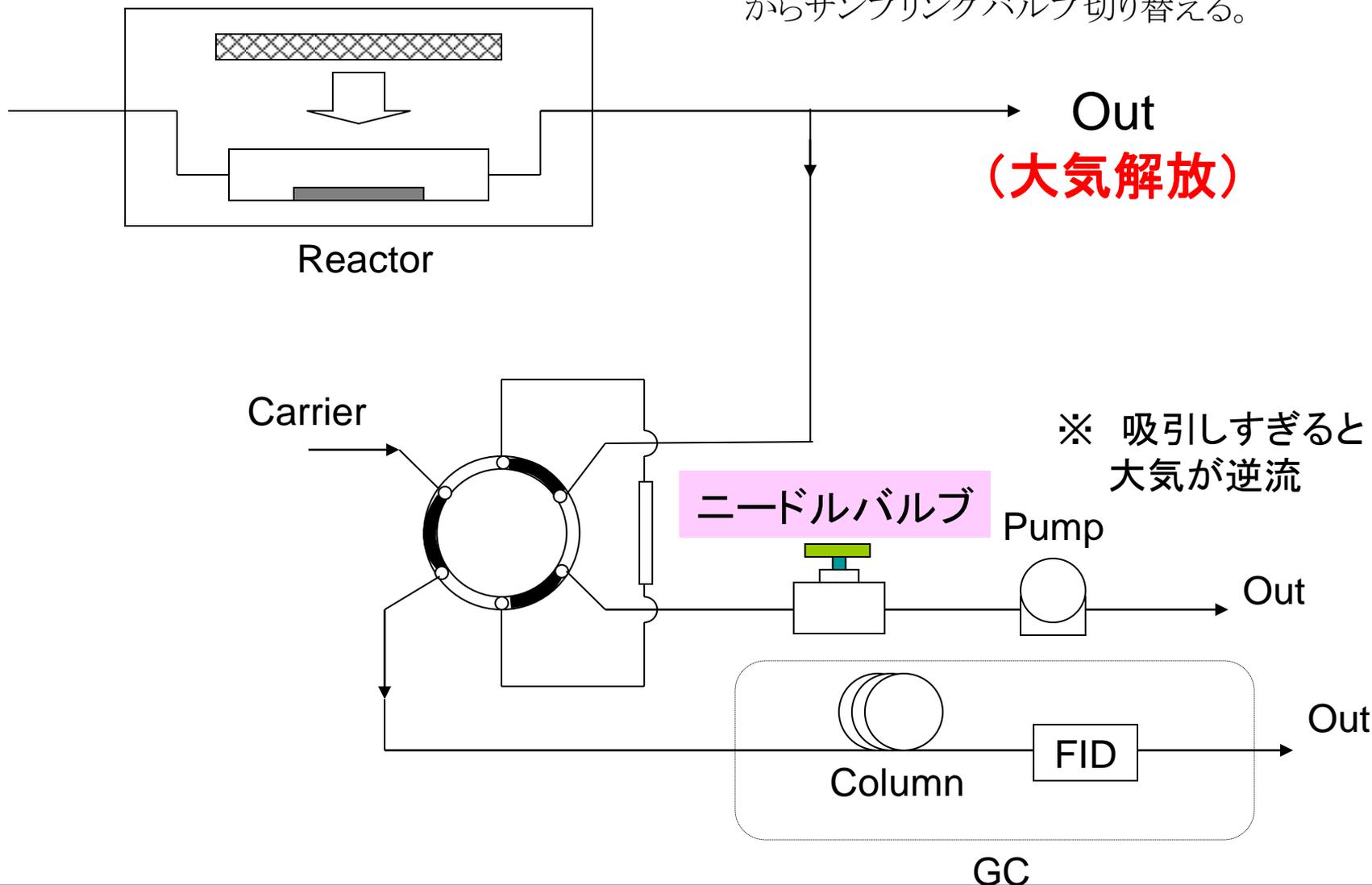
- 校正を正しく行う。
- 慣れている方法で行う。
- サンプルングがガスの流通に影響を与えないこと。



- 圧力変動
- 逆流

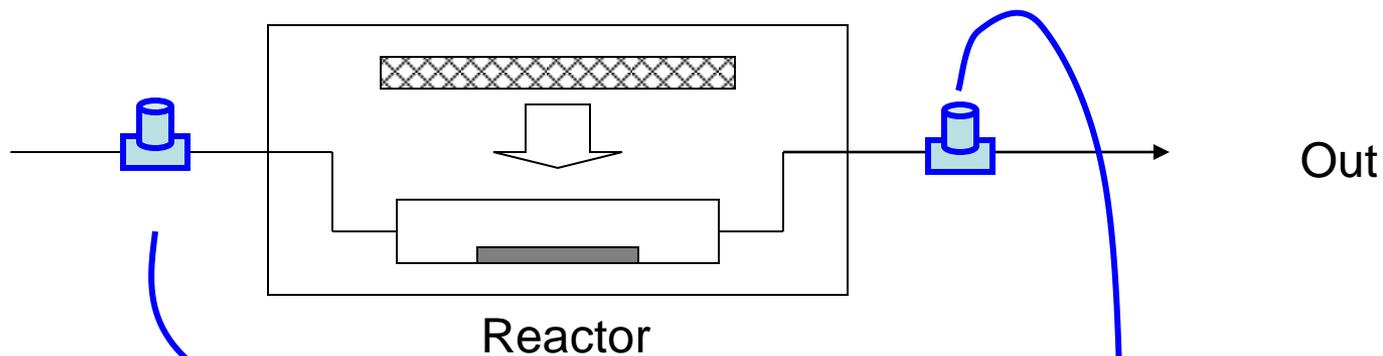
GC用サンプラーの利用例2

※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

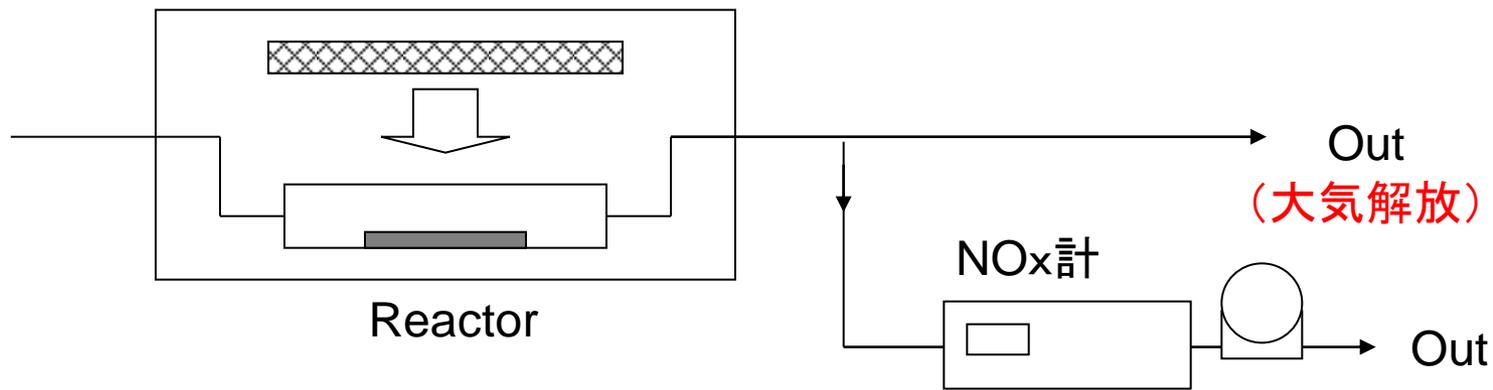
試験中の流入ガス濃度を測れるメリットがある。



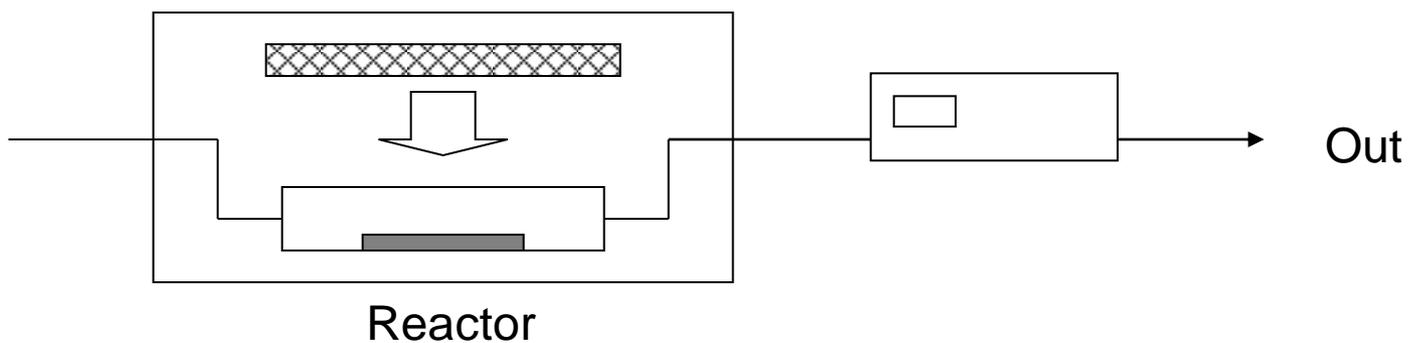
校正と試験を同じ人が行うことが望ましい。



NO_x計の接続例



悪い接続例



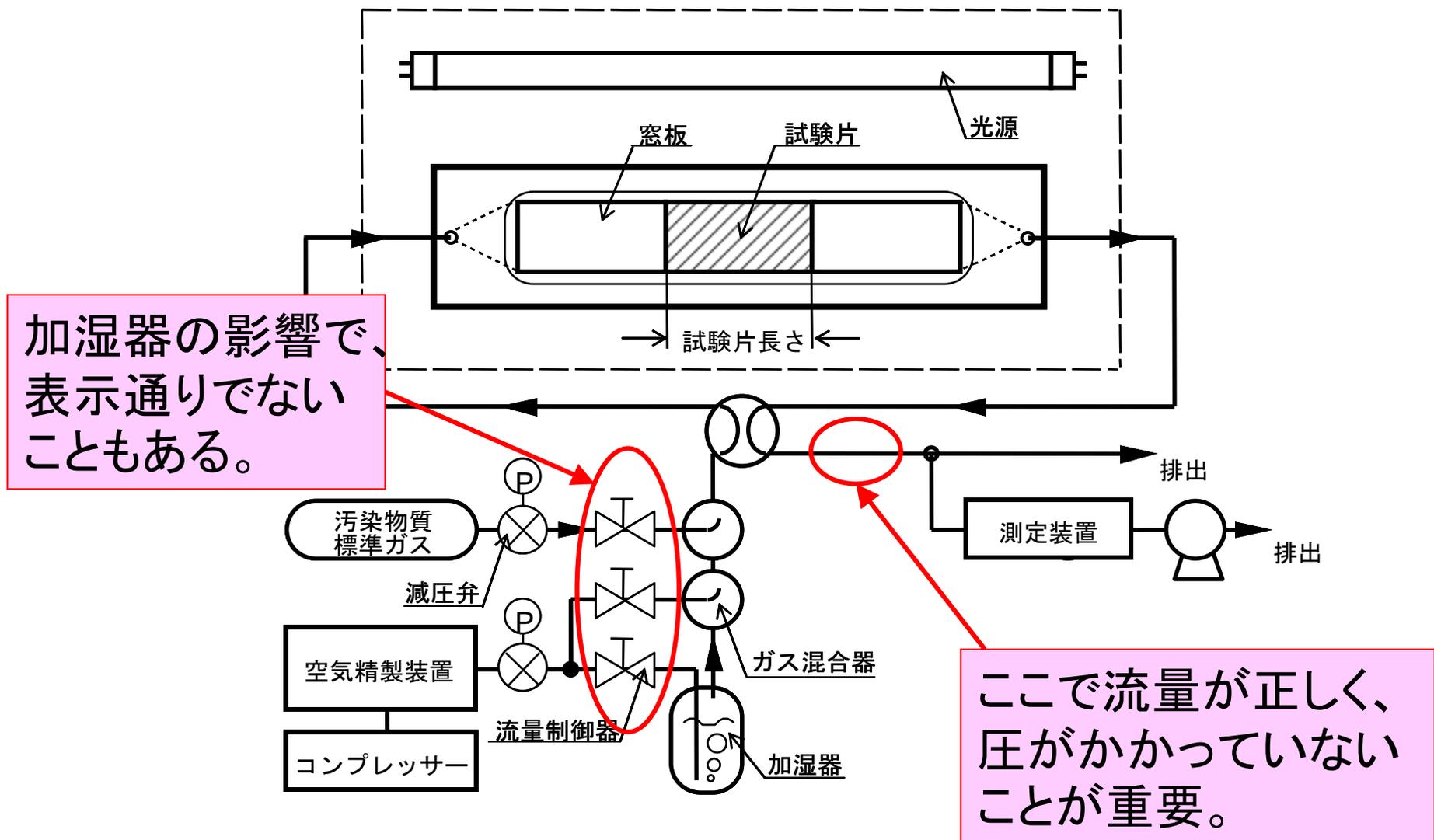
圧力がリアクターにかかると

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



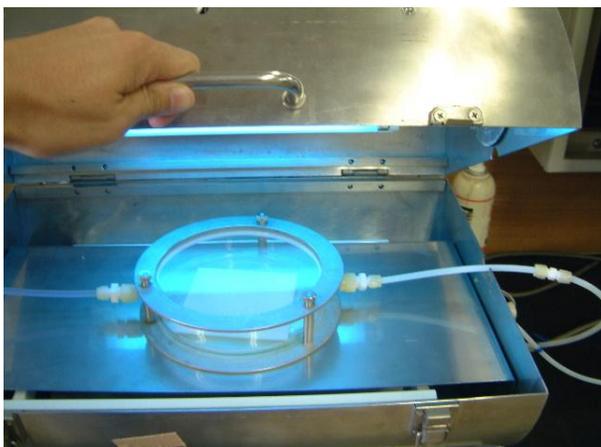
水洗 (& 乾燥) NOx

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_x)

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



NO₃⁻, NO₂⁻

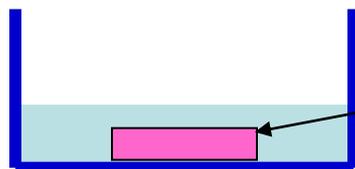
1回目

2回目

pH測定

イオン濃度の測定

イオンクロマトグラフ



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

CO₂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 ± 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\(aist.go.jp\)](mailto:takeuchi-koji(aist.go.jp))