

光触媒性能評価試験法 , a, b

試験法委員会 中谷 正己

試験器具・機器について-1

■ 紫外線照射装置

- ┆ ブラックライト蛍光ランプを2本平行に取り付けたもの
- ┆ ブラックライト蛍光ランプは20ワット形FL20S・BLB相当品
- ┆ ブラックライト蛍光ランプは概ね波長が310～400nmの紫外線を放出する
- ┆ 反射板付きの市販品を利用することができる

試験器具・機器について-2

- 30分以上点灯後、試験面の位置で紫外線強度計の受光部にプラスチックシャーレの蓋を被せて測定し、紫外線強度が $1.0 \text{ mW} / \text{cm}^2$ となるようにブラックライト蛍光ランプの位置を調整した後、紫外線照射を行う。
- なお、紫外光を反射しない黒色の紙、布などを試料の下に敷き、下方から入射する同ランプの反射光を無くすようにする。

試験器具・機器について-3

■ ブラックライトの管理(参考)

- ┆ 校正機関では下記の校正周期を設定している
- ┆ 校正周期：3年または、使用時間総計10時間

- ┆ 各測定機関においては、上記を参考にして自主的に校正周期等を定めることが望ましい。

紫外線強度の分布について(参考)

- 同一強度は楕円形に分布するので、試験片はこれに対応して配置する必要がある。

試験器具・機器について-4

■ 紫外線強度計

- ┆ 測定波長域310 ~ 400nm

■ 下記の仕様に適合

- ┆ 測定波長域：310 ~ 400 nm
- ┆ 斜入射光特性：30°：±3 %以内、60°：±10 %以内
- ┆ 温度特性：±3 %以内 (-10 ~ 40、23 基準)
- ┆ 湿度特性：±3 %以内
- ┆ ドーム型(フラット型には上記の特性が得られないものがあるため、ドーム型の使用が望ましい)

試験器具・機器について-5

■ 紫外線強度計の管理(参考)

┆ 定期的な校正

- ┆ 校正機関ではマスターボディを1年または、
- ┆ 使用時間総計25時間に達した時に実施
- ┆ 各測定機関においては、上記を参考にして自主的に校正周期等を決めることが望ましい。

試験試料の前処理について

- 3時間以上紫外線照射装置を用いて紫外線照射(1.0 mW / c m²)を行ってから試験片とする。
- なお、前処理する前に必要に応じて試験試料の光照射面をエタノールを染み込ませた局方ガーゼまたは脱脂綿で軽く2~3回拭いて乾燥した後、室温まで冷却してもよい。

液相フィルム密着法

■ 適応範囲

- 平板等形状の光触媒製品に適用する。
- そのままでは光触媒機能を有さないが、基材に担持・塗布などを行った後、必要に応じて乾燥、焼成などの処理を行って、薄膜等を形成させることにより光触媒機能を付与できる材（酸化チタン粉末、ゾル、スラリー、コーティング材、造粒品、担持物および複合酸化チタンなど）を用いて作製した平板等形状の光触媒製品に適用してもよい。
- ただし、着色が濃く、メチレンブルーの脱色の判定が不能のものは適応範囲外とする。

被検物質について

■ メチレンブルー

- 試薬特級を使用する。
- 蒸留水で試験物質を希釈し、10 mg / l（無水重量基準）となるように調製する。
- なお、試験液は用時調製とする。ただし、濃厚溶液（ストックソリューション）は暗所（室温）で保存し、1ヶ月以内に使用する。

被覆フィルム-1

- 透明プラスチックフィルム（厚さ30 ~ 60 μm ）を $30 \pm 2\text{mm}$ 角の大きさに切って作る。
- 本試験法で用いる被覆フィルムは紫外線透過率および酸素透過係数が大きいフィルムであることが望ましい。

被覆フィルム-2

- 例えば、ポリエチレン製袋（石島化学工業社製：厚さ30 μm と50 μm ）やポリプロピレン製OHP用フィルムは入手も可能である。
- なお、パウダー（コーンスターチ）付きのものは蒸留水などで十分に洗浄後を使用すること。

試験成立条件について

- 1時間紫外線照射後、肉眼観察により着色の有無を調べ、暗条件の試験片すべてについて以下を満たすこと

- ┆ 試験液および試料の着色状態が最初と比べてほとんど変化がない
- ┆ すべての試験片について乾燥が認められない

判定について

- 1時間照射後に、肉眼観察により着色の有無を調べ
- 明条件試験片の試験液および試料の脱色を観察する。試験液および試験片のいずれにも着色が認められないとき、脱色されたものとする。
 - ┆ 試験片の色などにより判定が困難な場合は、ろ紙等で試験液の一部を吸わせて判定しても良い。

試験結果の記録について (液相フィルム密着法)

- 次の試験結果を記録する。
 - (1) 使用した試薬のメーカー名・試薬等級・水和物の種類
 - (2) ブラックライト蛍光ランプのメーカー名・型式・ランプ数
 - (3) 紫外線強度計のメーカー名・型式
 - (4) 試験片の前処理方法および紫外線照射時間
 - (5) 試験片上面までの距離
 - (6) 試験室の試験開始から終了時の温度
 - (7) 試験成立条件成立の確認
 - (8) 判定結果

ガスバッグA法

- 試験ガスの基材および光触媒への吸着が無視できるような光触媒製品（含む光触媒材）に適用する。
- また、そのままでは光触媒機能を有さないが、基材に担持・塗布など

を行った後、必要に応じて乾燥、焼成などの処理を行って、薄膜等を形成させることにより光触媒機能を付与できる材を用いて作製した光触媒製品のうち、試験ガスの基材および光触媒への吸着が無視できるような光触媒製品に適用してもよい。

ガスバッグB法

- 本試験法は、試験ガスの基材等への吸着が無視できないような光触媒製品（含む光触媒材）に適用する。
- また、そのままでは光触媒機能を有さないが、基材に担持・塗布などを行った後、必要に応じて乾燥、焼成などの処理を行って、薄膜等を形成させることにより光触媒機能を付与できる材を用いて作製した光触媒製品のうち、試験ガスの基材および光触媒への吸着が無視できないような光触媒製品について適用する。

試験ガスについて

■ アセトアルデヒド

- 標準ガスが原則
- 試薬特級を用いて調製してもよい。
- なお、アセトアルデヒドの取り扱いは換気設備の設置されている場所で行い、試験者が直接吸引することの無いよう注意すること。

アセトアルデヒドガスの調製法(例)

バイアル瓶100ml容にアセトアルデヒド(試薬特級)約3mlを添加し、室温以上で放置する。気相のガスをシリンジで採取し、アセトアルデヒドガス(約100%と計算)として使用することもできる。

粘着テープについて

- テープの材質として塩化ビニル、ガムテープは使用せず、透明なポリプロピレン製のテープを使用する。
- ヒートシール装置の使用が望ましい。

試験操作-1

- 室温(20~25)で **5時間以上**静置してガス濃度測定を2回行い、その測定値の平均値を「当初ガス濃度」とする。
- いずれの「当初ガス濃度」の測定値も80~100ppmの範囲にない場合は、試験ガスの調製をやり直す。

- 暗所での吸着平衡濃度（「当初ガス濃度」）が80～100ppmの範囲となるように、予備試験等によってアセトアルデヒド標準ガスの希釈倍率を決定してから本試験を行う。

試験操作-2

- 確実に飽和吸着させるには、試験ガスを追加注入する、長時間（一夜程度）静置する等の処置を実施する必要がある。

- 比表面積の大きな粉末状試料などについては、吸着分を見込んで試験ガスを多めに入れる。

試験成立条件について(A法)

- (1) 「暗条件試験区」（2個）がすべて「当初ガス濃度」の90%以上であること
 - 90%未満の場合はガスバッグB法を適用
- (2) 「当初ガス濃度」（4個）について、次式による計算を行い、その計算値が0.25以下であること すべての「当初ガス濃度」が 80～100ppmの範囲であれば0.25以下となる。
- $(\text{最高当初ガス濃度} - \text{最低当初ガス濃度}) / (\text{算術平均値}) \leq 0.25$

試験成立条件について(B法)-1

- (1) 「暗条件試験区」（2個）がすべて「当初ガス濃度」の80%以上であること
- (2) 「当初ガス濃度」（4個）について、次式による計算を行い、その計算値が0.25以下であること すべての「当初ガス濃度」が 80～100ppmの範囲であれば0.25以下となる。

- $(\text{最高当初ガス濃度} - \text{最低当初ガス濃度}) / (\text{算術平均値}) \leq 0.25$

試験成立条件について(B法)-2

- B法の試験成立条件は，2001年度版から，以前の90%以上から80%以上に緩和された。
- これは，2000年度版による17機関が参加したクロスチェック試験において，不成立となった機関が6機関あり，成立条件を80%以上に緩和することで，不成立が2機関になるという結果を考慮してのものである。

除去率(%)の計算-1

除去率(%)の計算-2

- 2001年度版からB法の試験成立条件が80%以上に緩和されたのを受け，暗条件における濃度の減少(20%まで許容できる)を考慮して，比較対照を「当初ガス濃度」から「暗条件試験区のガス濃度」に変更した。

試験結果の記録について (ガスバッグ法)

- 次の試験結果を記録する。
- (1) ブラックライト蛍光ランプのメーカー名・型式・ランプ数
- (2) 紫外線強度計のメーカー名・型式
- (3) 試料の採取量(大きさ、重量など)
- (4) 試験片の前処理方法および紫外線照射時間
- (5) 試験片上面までの距離
- (6) 試験室の試験開始から終了時の温度
- (7) 試験成立条件成立の確認
- (8) 除去率

戻る