

(1) 実験方法

循環式トルエン処理実験の手順を以下に示す。

- ①パーミエーターからトルエンを発生させテドラーバック内にためる。
- ②循環式反応容器に乾燥前処理を施したシリカゲル光触媒を充填する。
- ③テドラーバック、循環式反応容器、ポンプを接続し、ポンプのスイッチを入れる。
- ④UV ランプのスイッチを入れる。
- ⑤すぐさまテドラーバックの出口チューブにマイクロシリンジを差し込み、内部のガスを2回、0.3 mL 採取し、ガスクロマトグラフ (GC-2010、GC-2014) にて分析を行う。このときの測定時間を0分とし、測定されたガスの濃度を初期濃度とする。
- ④測定時間ごとにガスを採取し、360 分間ガスクロマトグラフによる分析を行う。

循環式分解実験の概要図を図 4.3 に示す。

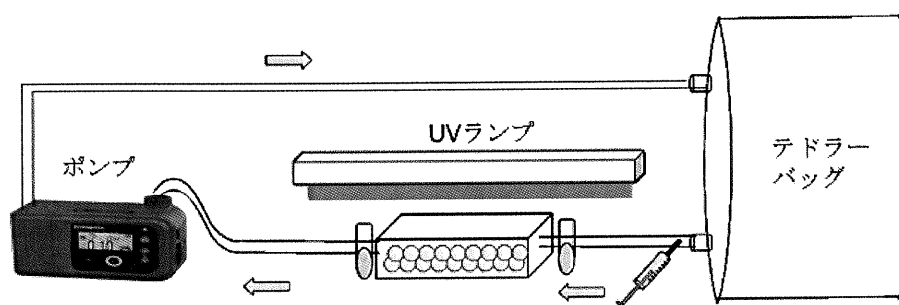


図 4.3 循環式分解実験の概要図

(2) 実験条件

分解実験の条件、GC-2010、GC-2014 の実験条件、シリカゲル光触媒の条件をそれぞれ表 4.2 ~ 4.5 に示す。なお、トルエンの初期濃度は管理濃度 (20 ppm) の 10 倍の 200 ppm から 1000 ppm までの 3 条件とした。

表 4.2 分解実験の条件

アセトン初期濃度	200, 500, 1000 ppm
処理量	8 L
UV 強度	1.75 mW/cm ²

表 4.3 GC-2010 の実験条件

キャリアーガス	N ₂
カラム温度	150°C
試料導入部温度	180°C
検出器温度	180°C

表 4.4 GC-2014 の実験条件

キャリアーガス	N ₂
カラム温度	70°C
試料導入部温度	80°C
検出器温度	150°C

表 4.5 シリカゲル光触媒の条件

触媒量	10 g
-----	------

コーティング回数	2回
UV 前処理時間	24時間

(3) 評価方法

分解実験の結果考察においては、トルエンの濃度変化を示すトルエン残存率(%)、分解の度合いを示すCO₂転化率(%)を用いた。これらの値を算出する方法を式(4.1)、(4.2)に示す。

$$\text{残存率 (\%)} = \frac{\text{各測定時間でのトルエン濃度}}{\text{トルエン初期濃度}} \times 100 \quad (4.1)$$

$$\text{CO}_2\text{転化率 (\%)} = \frac{\text{CO}_2\text{実測値}}{\text{CO}_2\text{理論値}} \times 100 \quad (4.2)$$

ただし、CO₂理論値は、気相中で減少したトルエンが全て二酸化炭素に完全分解された場合を想定し、式(4.3)で算出することとする。

$$\text{CO}_2\text{理論値} = (\text{各測定時間での濃度} - \text{初期濃度}) \times 7 \quad (4.3)$$

4.3 シリカゲル光触媒再生方法の検討

廃ウエス入れ容器内の有機溶剤濃度を低減するための光触媒装置は、連続稼働できることが望ましい。その際、シリカゲル光触媒は、UV 処理などの手軽な方法で再生処理されることが必須の条件となってくる。

本研究室で開発されてきた繊維状光触媒、粒状光触媒などはUV 処理により再生されることがわかっており、格子状光触媒では純水洗浄を行った後、UV 処理を行うことで再生処理される。

そこで、シリカゲル光触媒の場合でもこれらの方法で再生処理をすることができるのかを調査することを目的としている。

なお、処理対象物質としては、典型的な有機溶剤で使用量の多いアセトンと、難分解性物質である塩素系有機溶剤のジクロロメタンを選定した。

(1) 実験方法

再生処理の効果を比較調査するため、図 4.7 で示す 4 つの試料を用いて有機溶剤処理実験を行った。

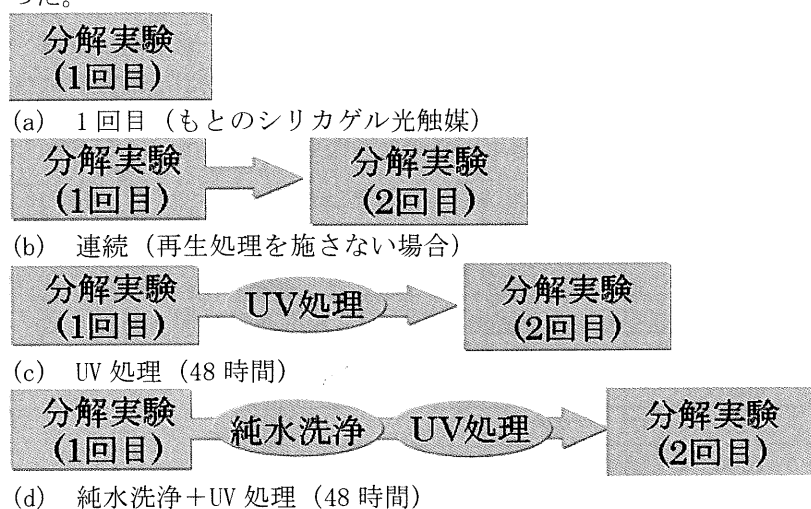


図 4.7 再生方法比較方法

なお、処理実験の手順は、4.2.2 と同様に行う。ただし、連続で行う場合、循環式反応容器内には 1 回目の処理実験で生成した分、空気中よりも CO₂濃度が高くなっている状態で、CO₂濃度

の低いテドラーバッグにつけかえるため、CO₂濃度の増加分やCO₂転化率を算出することができない。よって、本実験では、有機溶剤の濃度のみを測定することとする。

また、本実験は、性能評価ではなく、再生方法を決定するために相対比較を行うためのものであるため、実験時間は60分とする。

(2) 実験条件

分解実験の条件、GC-2010の実験条件、シリカゲル光触媒の条件をそれぞれ表4.6~4.8に示す。なお、アセトンの初期濃度は管理濃度(500 ppm)の2倍の1000 ppm、ジクロロメタンの初期濃度は管理濃度(50 ppm)の10倍の500 ppmとした。

表 4.6 分解実験の条件

アセトン初期濃度	1000 ppm
ジクロロメタン初期濃度	500 ppm
処理量	4 L
UV強度	1.75 mW/cm ²

表 4.7 GC-2010の実験条件

キャリアーガス	N ₂
カラム温度	150°C
試料導入部温度	180°C
検出器温度	180°C

表 4.8 シリカゲル光触媒の条件

触媒量	5 g
コーティング回数	2回
UV前処理時間	24時間

(3) 評価方法

分解実験の結果考察においては、アセトン、ジクロロメタンの濃度変化を示す残存率(%)を用いた。これらの値を算出する方法を式(4.4)に示す。

$$\text{残存率 (\%)} = \frac{\text{各測定時間でのアセトン(ジクロロメタン)濃度}}{\text{アセトン(ジクロロメタン)初期濃度}} \times 100 \quad (4.4)$$

(4) ジクロロメタン検量線の作成

検量線作成に用いた濃度とピーク面積の関係を表4.9に示す。また、トルエンの検量線を図4.8、定量下限を表4.10に示す。

表 4.9 ジクロロメタン濃度とピーク面積の関係

濃度 ppm	ピーク面積 μV・s
10	2791.7
250	65931.4
500	140311.4
750	213852.2
1000	295219.2

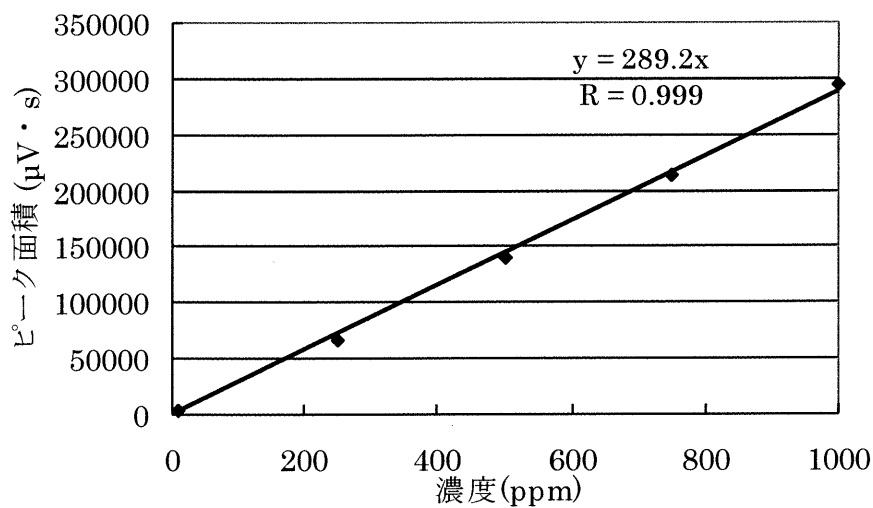


図 4.8 ジクロロメタン検量線

表 4.10 ジクロロメタン定量下限算出結果

回数	ピーク面積 [$\mu V \cdot s$]
1	2665.0
2	2710.0
3	2763.6
4	2774.1
5	2791.7
標準偏差 (σ)	52.2
定量下限濃度 [ppm]	1.81

4.4 触媒充填方法の検討

廃ウエス入れ容器に接続する光触媒分解装置を設計する上で、反応容器にシリカゲル光触媒を充填する方法を検討する必要がある。

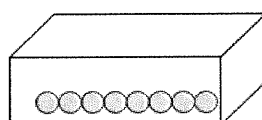
粒状光触媒等では、反応容器に積層させる形式を採用している。しかし、シリカゲル光触媒は粒状光触媒と比較して紫外線を通しにくいいため、触媒量を増やして積層させるとかえって分解能力が低下する恐れがある。

そこで、本実験では、反応容器設計の手始めとして、シリカゲル光触媒の充填方法の検討を行う。

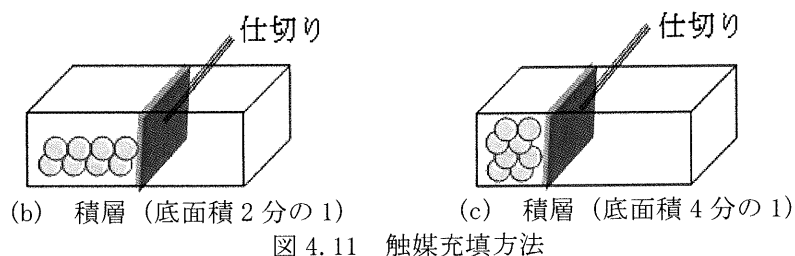
(1) 実験方法

1) アセトン処理実験

シリカゲル光触媒の充填方法を比較調査するため、図 4.11 で示す 3 つの触媒充填方法で有機溶剤処理実験を行った。



(a) 単層



なお、処理実験の手順は、4.2.2 と同様に行う。

2) UV 透過度測定試験

図 4.12 のように、3 種類の充填方法で充填した循環式反応容器の下に UV 強度測定器を用いて紫外線の強度を測定した。

なお、ブランクとして、反応容器のみを置いた場合も測定を行った。

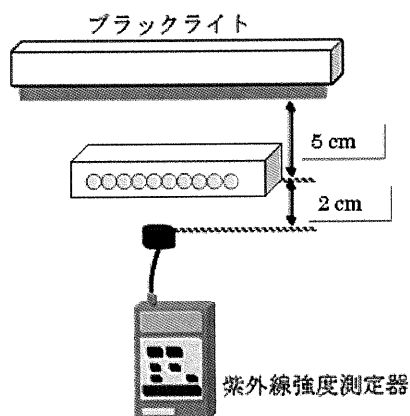


図 4.12 紫外線透過度測定方法

(2) 実験条件

分解実験の条件、GC-2010、GC-2014 の実験条件、シリカゲル光触媒の条件をそれぞれ表 4.11～4.14 に示す。なお、アセトンの初期濃度は管理濃度 (500 ppm) の 2 倍の 1000 ppm とした。

表 4.11 分解実験の条件

アセトン初期濃度	200, 500, 1000 ppm
処理量	4 L
UV 強度	1.75 mW/cm ²

表 4.12 GC-2010 の実験条件

キャリアーガス	N ₂
カラム温度	150°C
試料導入部温度	180°C
検出器温度	180°C

表 4.13 GC-2014 の実験条件

キャリアーガス	N ₂
カラム温度	70°C
試料導入部温度	80°C

検出器温度	150℃
-------	------

表 4.14 シリカゲル光触媒の条件

触媒量	5 g
コーティング回数	2 回
UV 前処理時間	24 時間

(3) 評価方法

分解実験の結果考察においては、アセトンの濃度変化を示すアセトン残存率(%)、分解の度合いを示す CO₂ 転化率(%)を用いた。これらの値を算出する方法を式(4.5)、(4.6)に示す。

$$\text{残存率 (\%)} = \frac{\text{各測定時間でのアセトン濃度}}{\text{アセトン初期濃度}} \times 100 \quad (4.5)$$

$$\text{CO}_2 \text{ 転化率 (\%)} = \frac{\text{CO}_2 \text{ 実測値}}{\text{CO}_2 \text{ 理論値}} \times 100 \quad (4.6)$$

ただし、CO₂ 理論値は、気相中で減少したトルエンが全て二酸化炭素に完全分解された場合を想定し、式(4.7)で算出することとする。

$$\text{CO}_2 \text{ 理論値} = (\text{各測定時間での濃度} - \text{初期濃度}) \times 7 \quad (4.7)$$

4.5 光触媒分解装置の装置設計

4.5.1 反応容器の設計

(1) シリカゲル光触媒

光触媒の作製には、富士シリシア科学株式会社製のシリカゲル(CARiACT Q)を固定基材に用いた。本製品には細孔径が異なる6種類のものがあり、各シリカゲルの特徴を表2.1に示す。この項の実験で使用したシリカゲル光触媒にはQ-15を用いた。

表 2.1 各シリカゲルの特徴

	平均細孔径 nm	比表面積 m ² /g	細孔容積 ml/g	粒子径 mm
Q-3	3	545	0.25	1.70-4.00
Q-6	6	424	0.59	1.70-4.00
Q-10	10	319	1.01	1.70-4.00
Q-15	15	203	0.98	1.70-4.00
Q-30	30	112	1.00	1.70-4.00
Q-50	50	68	1.00	1.70-4.00

(2) ブランク試験

光触媒反応以外で分解対象物質の濃度に影響する要因について確認するため、以下の2つのブランク試験を行った。それぞれの試験の条件を表2.2に示す。

表 2.2 ブランク試験の条件

ブランク試験の種類	UV 照射	光触媒
容器吸着・漏洩試験	なし	なし
光触媒吸着試験	なし	あり

(3) 分解実験

循環式分解実験の手順を以下に示す。また、循環式実験装置概略図を図2.1に示す。

- ①パーミエーターを用い、分解対象物質を初期濃度に調整する。
- ②テドラーバッグに分解対象物質をためる。
- ③光触媒を反応容器に充填する。
- ④図2.1のようにチューブで接続し、ポンプのスイッチをONにする。
- ⑤ブラックライトの照射を開始する。
- ⑥測定時間ごとにガスを採取し、(GC-2010、GC-2014)にて分析を行う。

なお、④の開始時間を0分とする。また、

ブランク試験である容器吸着・漏洩試験では、③と⑤の工程を、光触媒吸着試験では、⑤の工程を省いた実験を行った。

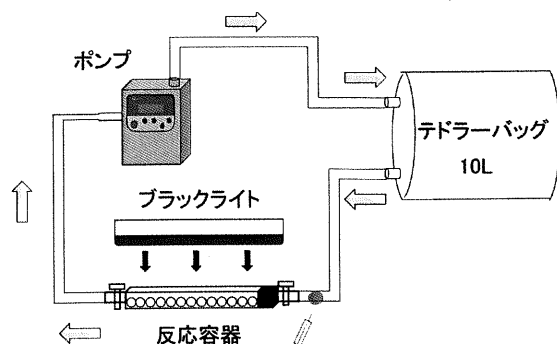


図 2.1 循環式実験装置概略図

る反応容器の基本設計を行った。具体的には、反応容器の高さを低くする、仕切り板を自在に付け加えられる等の工夫を施した。

新旧の反応容器及び仕切り板の外観を図 2.2 に、それらの寸法を表 2.3 に示す。そして、新反応容器内の仕切り板を図 2.3 に示すように変えた 6 種類について、分解実験を行った。

表 2.3 反応容器、仕切り板の寸法

種類	新 反応容器	旧 反応容器	仕切り板
素材	アクリル	ガラス	アクリル
高さ mm	11	20	13
縦 mm	75	37	70
横 mm	150	153	3

(4) 反応容器

光触媒反応が表面反応であることを踏まえ、有機溶剤ガスと光触媒との接触効率が高くな

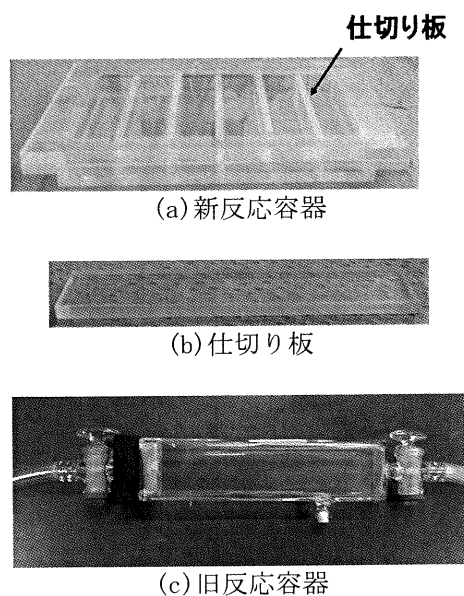


図 2.2 各反応容器、仕切り板

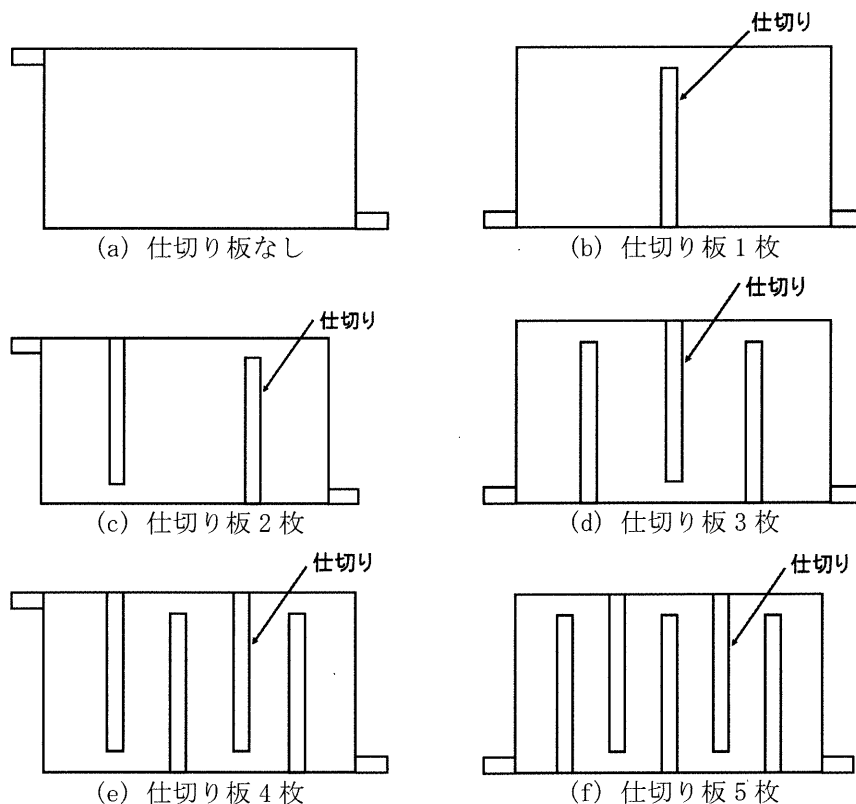


図 2.3 反応容器の設計

(5) 実験条件

実験条件および分析条件を表 2.4～表 2.6 に示す。

表 2.4 実験条件

分解対象物質	ジクロロメタン
シリカゲル光触媒の種類	Q-15
初期濃度 ppm	500 (±10%)
処理量 L	10
触媒量 g	10
コーティング回数	2
ガス採取量 mL	0.3
UV 強度 mW/cm ²	1.75
UV 前処理 h	24
測定時間 min	180
ポンプ流量 L/min	0.5

表 2.5 ガスクロマトグラフ GC-2010 型
による分析条件

キャリアーガス	N ₂
カラム温度 °C	150
試料導入部温度 °C	180
検出器温度 °C	180
検出器	FID

表 2.6 ガスクロマトグラフ GC-2014 型
による分析条件

キャリアーガス	N ₂
カラム温度 °C	70
試料導入部温度 °C	80
検出器温度 °C	150
検出器	FID

(6) 評価方法

実験結果を評価する基準として、有機溶剤の濃度変化を示す残存率および、濃度低下率、分解の度合いを示す完全分解率を用いた。なお、それぞれ式(2.1)、(2.2)、(2.3)により求めた。

$$\text{残存率(\%)} = \frac{\text{各測定時間におけるテドラーバッグ内の濃度}}{\text{初期濃度}} \times 100 \quad (2.1)$$

$$\text{濃度低下率 (\%)} = 100 - \text{残存率} \quad (2.2)$$

$$\text{完全分解率 (\%)} = \frac{\text{CO}_2\text{実測値}}{\text{CO}_2\text{理論値}} \times 100 \quad (2.3)$$

ここで、CO₂理論値は容器内の有機溶剤が全て二酸化炭素に完全分解された場合を想定し、式(2.4)で算出した。

$$\text{CO}_2\text{理論値} = \text{初期濃度} \times \text{各有機溶剤のCの数} \quad (2.4)$$

4.5.2 反応容器の接続方法の検討

(1) 光触媒分解装置

図 2.4(a)に示すような 12 枚の仕切り板を有する反応容器を開発した。さらに本研究で用いる光触媒分解装置は、図 2.4(b)に示すように 2つの反応容器をブラックライトの上下に設置する構造とした。そして、光触媒分解

装置を実際の現場に適用することを目的とし、図 2.4(c)に示すような本研究室で開発した廃ウエス入れ容器(容量 72L)を用い、処理実験を行った。なお、光触媒に用いるシリカゲルの種類はQ-15とした。反応容器および光触媒分解装置、廃ウエス入れ容器の寸法を表 2.7に示す。

表 2.7 各実験装置の寸法 mm

装置	反応容器	光触媒分解装置	廃ウエス入れ容器
材料	アクリル	アクリル	塩化ビニール
高さ	10	160	800
縦	200	225	300
横	300	330	300

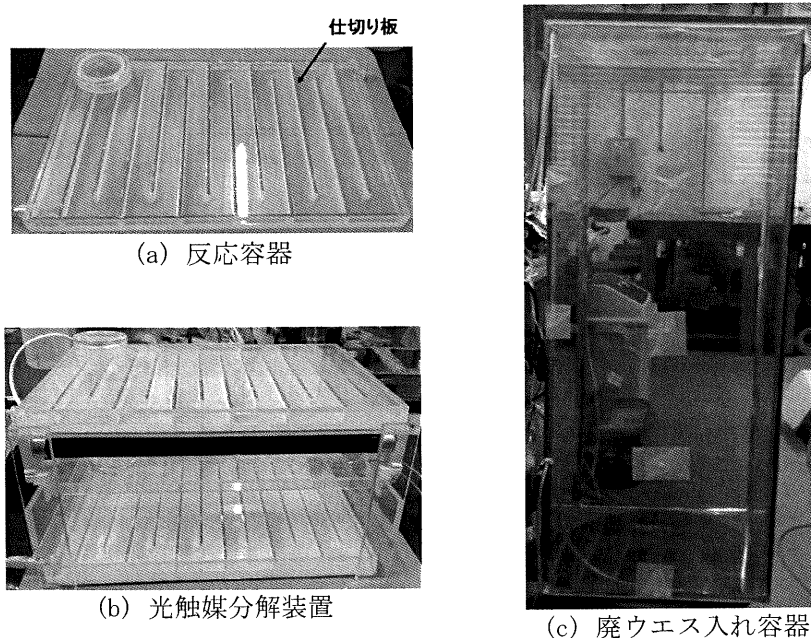


図 2.4 各実験装置

(2) 実験手順

循環式処理実験の手順を以下に示す。また循環式実験装置の概略を図 2.5 に示す。なおブランク試験は 2.2 項の実験と同様に行った。

①光触媒を反応容器に充填する。

②図 2.5 のように、光触媒分解装置、廃ウエス入れ容器、ポンプをチューブで接続する。

③ウエスに有機溶剤を液体の状態に染み込ませ、廃ウエス入れ容器に入れる。

④ポンプのスイッチを ON にする。

⑤光触媒分解装置内のブラックライトの照射を開始する。

⑥測定時間ごとにガスを採取し、(GC-2010、GC-2014)にて分析を行う。

なお、④の開始時間を0分とする。また、ブランク試験である容器吸着・漏洩試験では、①と⑤の工程を、光触媒吸着試験では、⑤の工程を省いて実験を行った。

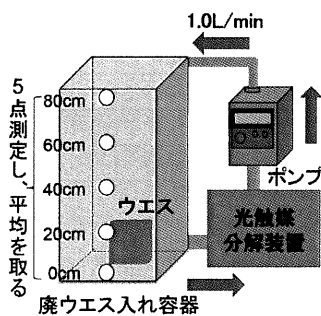


図 2.5 循環式実験装置概略図

(3) 反応容器の接続方法

図 2.6 に示す 2 種類の接続方法で処理実験を行った。なお、それぞれの反応容器を通過する有機溶剤ガスの流量を揃えるために、廃ウエス入れ容器を流れる流量を直列接続では 1.0L/min、並列接続では 2.0L/min に設定した。

(4) 実験条件

実験条件を表 2.8 に示す。GC-2010 および GC-2014 の分析条件は 2.1 項と同様である。

表 2.8 実験条件

分解対象物質	ジクロロメタン、トルエン
シリカゲル光触媒	Q-15
初期濃度 ppm	250(±10%)
処理量 L	72
触媒量 g	100
コーティング回数	2
ガス採取量 mL	0.3
UV 強度 mW/cm ²	1.75
UV 前処理 h	24
測定時間 min	360
ポンプ流量 L/min	1.0、2.0

(5) 評価方法

実験結果は 2.1 項と同様に評価することとした。

4.5.3 反応容器に充填するシリカゲル光触媒の種類の検討

(1) 実験方法

図 2.7 に示すように反応容器を直列接続した実験装置を用いた。図 2.7 において反応容器 1 および反応容器 2 に充填する、シリカゲ

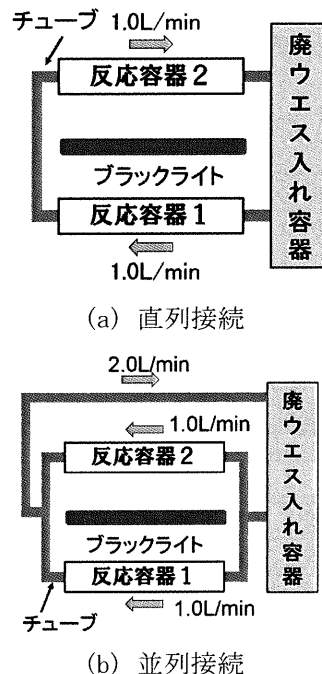


図 2.6 反応容器の接続方法

ル光触媒の組み合わせを表 2.9 に示す 3 条件に設定して、それぞれの実験条件でジクロロメタンの処理実験を行った。なお、各シリカゲル光触媒の特徴は表 2.1 に示した通りであ

り、また Ti 含有率は Q-3 が 9.41%、Q-6 が 32.8%、Q-15 が 58.0% であった。

GC-2014 の分析条件は 2.1 項と同様である。

表 2.10 実験条件

分解対象物質	ジクロロメタン
シリカゲルの種類	Q-3、Q-6、Q-15
初期濃度 ppm	250 (±10%)
処理量 L	72
触媒量 g	50×2
コーティング回数	2
ガス採取量 mL	0.3
UV 強度 mW/cm ²	1.75
UV 前処理 h	24
測定時間 min	360
ポンプ流量 L/min	1.0

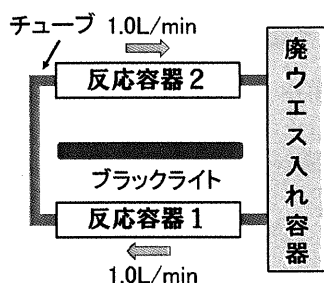


図 2.7 反応容器の接続方法

表 2.9 反応容器に充填するシリカゲル光触媒

名称	実験条件①	実験条件②	実験条件③
反応容器 1	Q-3 50g	Q-6 50g	Q-15 50g
反応容器 2	Q-15 50g	Q-15 50g	Q-15 50g

(2) 実験条件

実験条件を表 2.10 に示す。GC-2010 および

(3) 評価方法

実験結果は 2.1 項と同様に評価することとした。

4.6. 光触媒分解装置を用いた各種有機溶剤の循環式処理

(1) 実験方法

分解対象物質として、年間使用量の多い有機溶剤である6種類の溶剤（トルエン、m-キシレン、ジクロロメタン、ノルマルヘキサン、イソプロピルアルコール、トリクロロエチレン）を選定し、以下の手順で循環式処理実験を行った。

- ① 光触媒を反応容器に充填する。
- ② 図 3.1 のように、光触媒分解装置、廃ウエス入れ容器、ポンプをチューブで接続する。
- ③ ウエスに有機溶剤を液体の状態で見込ませ、廃ウエス入れ容器に入れる。
- ④ ポンプのスイッチをONにする。
- ⑤ 光触媒分解装置内のブラックライトの照射を開始する。
- ⑥ 測定時間ごとにガスを採取し、(GC-2010、GC-2014)にて分析を行う。

なお、④の開始時間を0分とする。また、ブランク試験である容器吸着・漏洩試験では、①と⑤の工程を、光触媒吸着試験では、⑤の工程を省いて実験を行った。検量線作成においては、第2章同様に行った。循環式実験装置、光触媒分解装置の概略をそれぞれ図 3.1、図 3.2 に示す。

実験条件は表 3.1 に示す通りである。GC-2010 および GC-2014 の分析条件は第2章と同様である。

表 3.1 実験条件

シリカゲルの種類	Q-3、Q-15
初期濃度 ppm	250(±10%)、 1000(±10%)
処理量 L	72
触媒量 g	50×2
コーティング回数	2
ガス採取量 mL	0.3
UV 強度 mW/cm ²	1.75
UV 前処理 h	24
測定時間 min	360
ポンプ流量 L/min	1.0

なお初期濃度に関しては、各有機溶剤の管理濃度の5倍以上になるように設定したが、イソプロピルアルコールに対してのみ、250ppm および 1000ppm の2つの条件で処理実験を行った。

(2) 評価方法

評価方法は、第2章と同様とした。

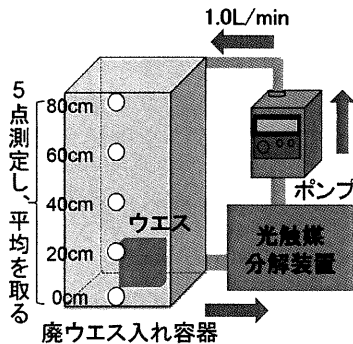


図 3.1 循環式実験装置

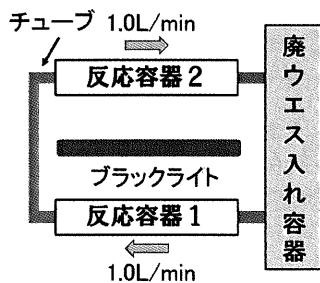


図 3.2 光触媒分解装置

5. 触媒燃焼法を用いた各種有機溶剤等の分解について

(1) 分解装置

反応管として内径 $16.5 \pm 0.5\text{mm}$ 、肉厚 $1.5 \pm 0.4\text{mm}$ 、長さ 1m の耐熱性の透明石英ガラス管を用い、その中に下部から石英ウール、触媒、石英ウールの順に充填し、触媒が中央部にくるように調整した。続いて、この反応管を長さ約 35cm の縦状温度制御装置付きドラム型ヒーター(中村科学器械工業株式会社製)に挿入し、固定した。

試料ガスはテドラーバッグから、小型ポンプにより装置の上部から通気され、分解後ガスは屋外に排気されるようになっている。

分解装置概略図を図 4.1 に、分解装置外観を図 4.2 に示す。

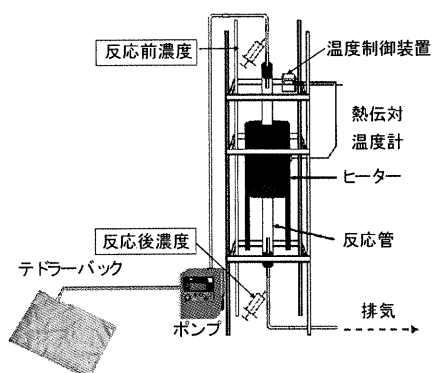


図 4.1 分解装置概略図

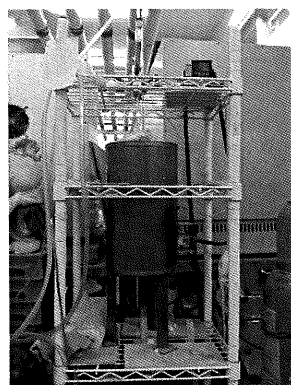


図 4.2 分解装置外観

分解開始前に分解率が 99%の場合に排ガスの濃度が管理濃度の $1/10$ となるように、テドラーバッグに分解対象溶剤の管理濃度の 10 倍の濃度になる試料ガスを作製した。なお、この試料ガスの調製は、分解対象溶剤をテドラーバッグに液打ちし、実験室内空気希釈して行った。そして、採取口からマイクロシリンジを用いて試料ガスを 0.3ml 採取し、試料ガス濃度を GC-FID で分析し、濃度が均一に

なっていることを確認した。そこから、ポンプを使って試料ガスを反応管に $1.0\text{L}/\text{min}$ の流量で流入させ、流入 2 分後を分解開始時間とした。分解開始後からは 10 分ごとに分解後ガスを 0.3ml 採取し、分解後ガス中の試料ガスの濃度を分析した。なお分解時間は 60 分間とした。また、調整した初期濃度が安定しているか確かめるため、分解中に触媒層を通過する前のガスを同様に採取し、濃度を分析した。分解温度は 550°C に設定した。

(2) 実験方法

a. 検量線および定量下限確認実験

分解実験前後の各種有機溶剤の濃度は検量線法を用いて算出した。また分解実験に際して、各種有機溶剤の定量下限確認実験を行った。作業環境測定ガイドブック 5 有機溶剤によると定量下限の算出方法は、「検量線の最低濃度の試料ガスを 5 回連続分析し、測定したピークエリアから標準偏差を算出する。その標準偏差を σ とし、検量線を用いて 10σ をピークエリアとしたときの試料ガス濃度を定量下限とする」、としているので、この方法で確認した³⁾。

b. ブランク試験

作製した触媒の分解性能を正確に評価するためには、分解実験を行う条件下において、触媒反応以外にガス濃度を減少させる要因があるかどうかを確認する必要がある。そのため、以下の 2 つのブランク試験を行った。ブランク試験の各条件を表 5.1 に示す。

表 5.1 ブランク試験の条件

番号	温度	触媒	目的
①	常温	なし	分解装置からの漏洩・吸着の確認
②	550°C	なし	触媒なしでの熱分解の確認

ブランク試験①の手順

- 1) テドラーバッグに分解実験で使用する濃度の試料ガスを調製する。
- 2) テドラーバッグの採取口からマイクロシリンジを用いて試料ガスを 0.3ml 採取し、試料ガス濃度をガスクロマトグラフで分析し、濃度が均一になっていることを確認する。
- 3) 反応管をエタノールで洗浄し、石英ウ

ールを充填して、ポンプを用いてテドラーバッグに捕集した試料ガスを通気させる。通気流量は反応管入口で 1.0 L/min になるように調整する。

- 4) 試料ガス通気開始後 2 分経過から試験開始時間とし、試験開始後からは 10 分ごとに装置通過後の試料ガスを 0.3ml 採取し、ガスクロマトグラフで分析する。ブランク試験時間は 60 分間とした。

ブランク試験②の手順

- 1) テドラーバッグに分解実験で使用する濃度の試料ガスを調製する。
- 2) テドラーバッグの採取口からマイクロシリンジを用いて試料ガスを 0.3ml 採取し、試料ガス濃度をガスクロマトグラフで分析し、濃度が均一になっていることを確認する。

$$\text{濃度低下率(\%)} = \frac{\text{供給ガス濃度} - \text{採取ガス濃度}}{\text{供給ガス濃度}} \times 100 \quad (5.1)$$

c. 分解実験

- 1) テドラーバッグに分解実験で使用する濃度の試料ガスを調整する。
- 2) テドラーバッグの採取口からマイクロシリンジを用いて試料ガスを 0.3ml 採取し、試料ガス濃度をガスクロマトグラフで分析し、濃度が均一になっていることを確認する。
- 3) 反応管をエタノールで洗浄し石英ウールと粒度調整した触媒を充填して、ヒーターを用いて反応部分の温度を分解温度 (550°C) に昇温する。その後ポンプを用いてテドラーバッグに捕集した試料ガスを通気させる。通気流量は反応管入口で 1.0 L/min になるように調整する。
- 4) 試料ガス通気開始後 2 分経過から試験開始時間とし、試験開始後からは 10 分ごとに装置通過後の試料ガスを 0.3ml 採取し、ガスクロマトグラフで分析する。分解実験時間は 60 分間とした。

以上の操作を各ガス 2 回行い、再現性の確認をした。

(3) 評価方法

各分解実験における評価は分解率を求めることにより行った。ここでいう分解率とは、ブランク試験での濃度低下率と同様に式 (5.1) で算出した。すなわち、ブランク試験では濃度低下率、分解実験では分解率となる。

- 3) 反応管をエタノールで洗浄し、石英ウールを充填し、ヒーターを用いて反応部分の温度を分解温度 (550°C) に昇温する。その後ポンプを用いてテドラーバッグに捕集した試料ガスを通気させる。通気流量は反応管入口で 1.0 L/min になるように調整する。

- 4) 試料ガス通気開始後 2 分経過から試験開始時間とし、試験開始後からは 10 分ごとに装置通過後の試料ガスを 0.3ml 採取し、ガスクロマトグラフで分析する。ブランク試験時間は 60 分間とした。

また、各ブランク試験における評価は濃度低下率を求めることにより行った。濃度低下率は以下の式 (5.1) で算出した。

また、60 分間の分解率の平均を取り、これを平均分解率とし、触媒活性の指標とした。また、分解条件をまとめて表 5.2 に示す。

表 5.2 分解条件

初期濃度	管理濃度の 10 倍
流量	1.0L/min
分解時間	60 分
使用触媒	TiO ₂ :ZrO ₂ :MoO ₃ =4.5:4.5:1 複合金属酸化物触媒
触媒量	8g
分解温度	550°C

(4) 塩素系有機溶剤の分解状況の確認

a. メタナイザーによる CO₂ 転化率の測定

本研究法により塩素系有機溶剤が完全酸化されているのか確認するために CO₂ 転化率を測定した。測定は 5.5.1 と同様の手順で行った。

b. GC-MS による分解後ガスの定性分析

副生成物の有無の確認のために分解後ガスの定性分析を行った。GC-MS の分析条件は表 3.5 に示した通りである。分解後ガスの捕集は Tenax TA を 150mg 充填したテナックス管に流量 200ml/min で 10 分間行った。また本分析では、コンタミを減らすために実験室空気ではなく、窒素ガスで希釈した試料ガスを用いた。

C. 研究結果

1. 英国における性能要件基準の導入
2. 米国における安全衛生保全技術・手法等について

3. シリカゲル光触媒を用いた有機溶剤の分解に関する研究

3.1 シリカゲル光触媒作製方法・評価方法の検討

1) ブランク試験

ブランク試験の結果を図 2.6 に示す。

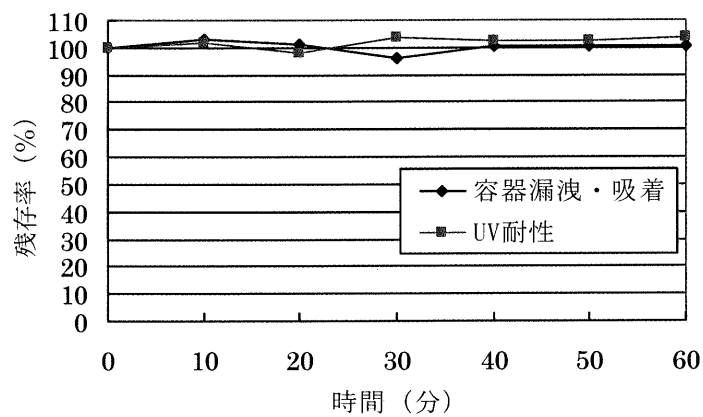


図 2.6 ブランク試験結果

2) トルエン吸着試験

ゾルーゲル法及び簡易ゾルーゲル法で作製したシリカゲル光触媒のトルエンに対する吸着試験の結果を図 2.7 に示す。

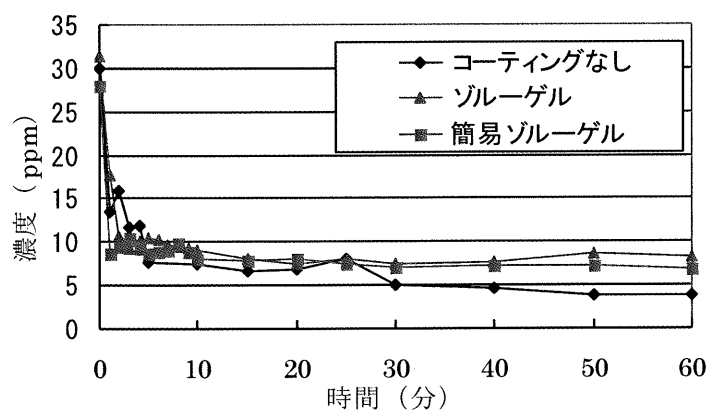


図 2.7 トルエン吸着試験

3) トルエン吸着ブランク試験

吸着ブランク試験の結果を図 2.8 に示す。

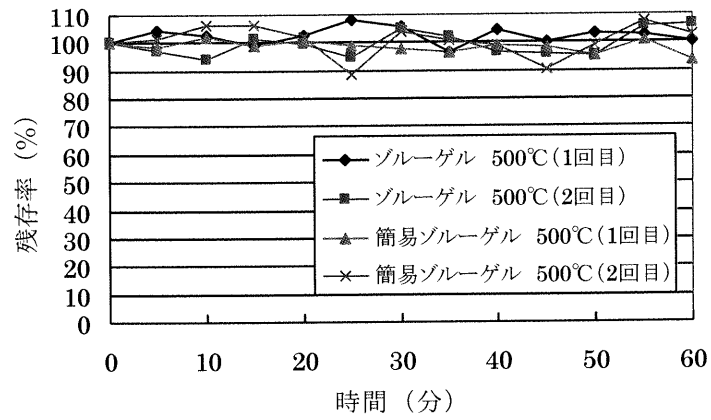


図 2.8 トルエン吸着ブランク試験

4) トルエン分解実験

トルエン分解実験の結果を図 2.9 に示す。

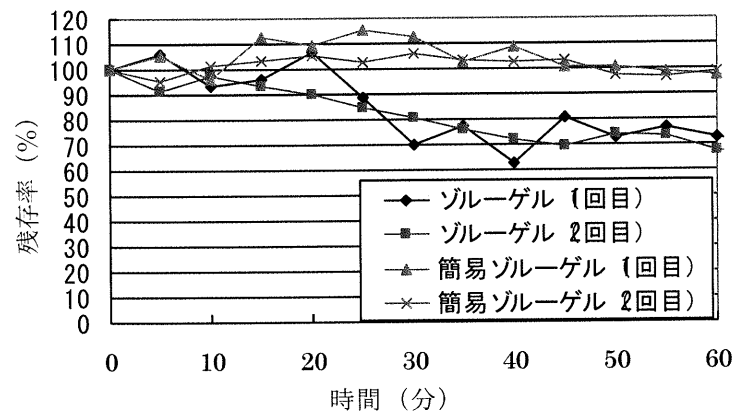


図 2.9 トルエン分解実験

3.2 UV透過度測定試験

紫外線強度の測定結果を表 2.8、図 2.13 に示す。

表 2.8 紫外線強度測定結果

試料	UV 強度 mW/cm^2
ブランク	0.49
①粒状光触媒	0.13
②シリカゲル基材	0.08
③ゾルーゲル法	0.05
④簡易ゾルーゲル法	0.04

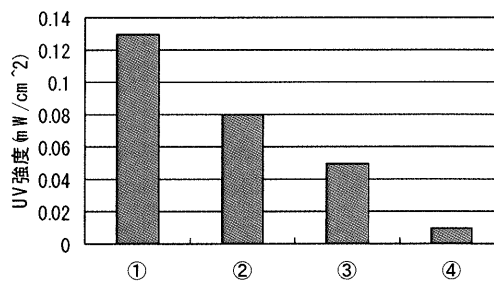


図 2.13 紫外線強度測定結果

3.3 シリカゲル光触媒評価項目の検討

吸着、分解実験におけるアセトン残存率及び CO_2 転化率の結果をそれぞれ図 2.15、2.16 に示す。

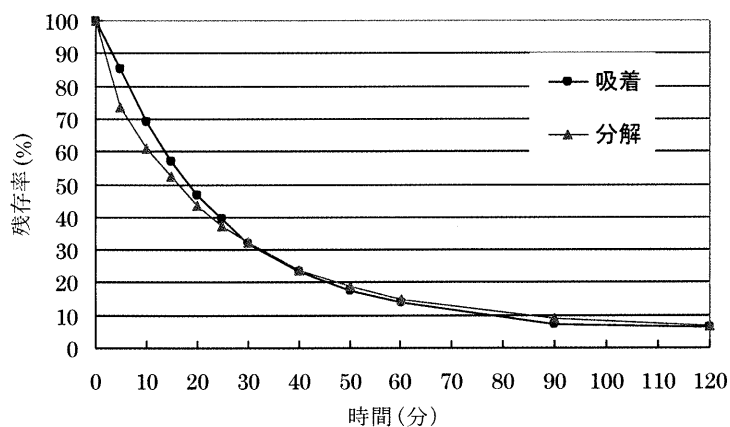


図 2.15 アセトン残存率

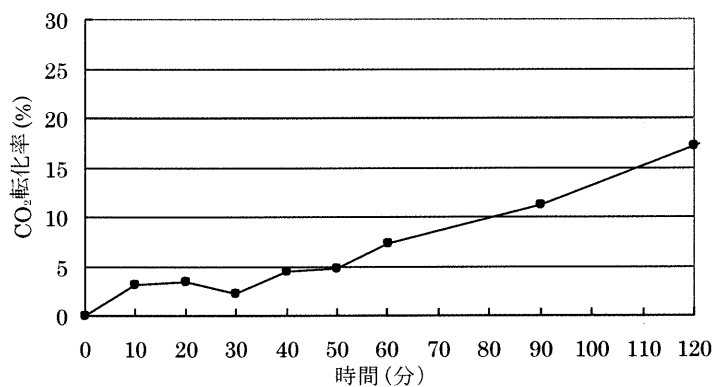


図 2.16 CO_2 転化率

3.4 吸着等温線の作成

作成した吸着等温線を図 2.20 に示す。

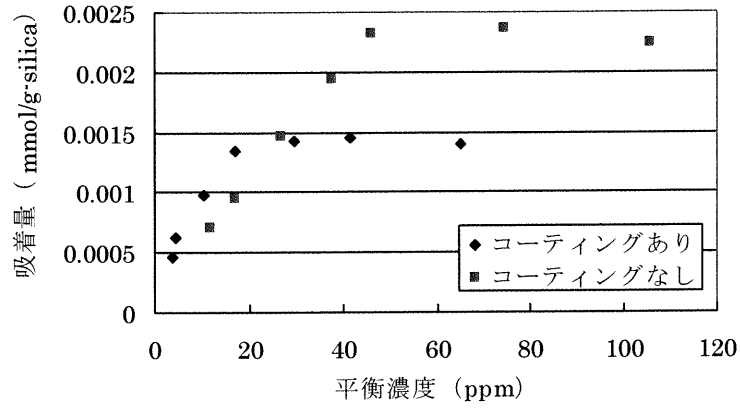


図 2.20 吸着等温線

3.5 レーザ顕微鏡による表面積測定

表面積の解析結果を表 2.26、図 2.21 に、シリカゲル基材、シリカゲル光触媒の 3D 画像解析結果をそれぞれ図 2.22 に示す。

表 2.26 表面積解析結果

サンプル	表面積 μm^2	
	シリカゲル基材	シリカゲル光触媒
1	25364.47	12635.81
2	25406.23	13712.62
3	32383.27	17454.24
4	34971.29	22298.14
5	54311.17	24335.61
平均	3.45×10^4	1.81×10^4
RSD (%)	34.4	28.5

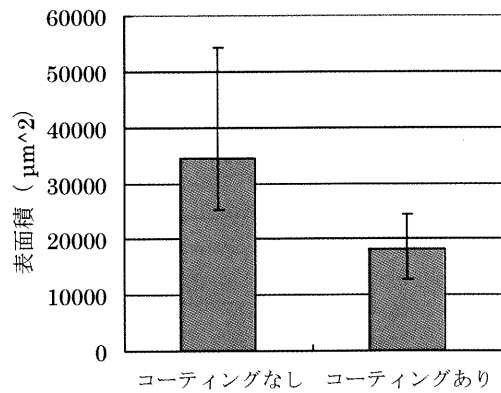
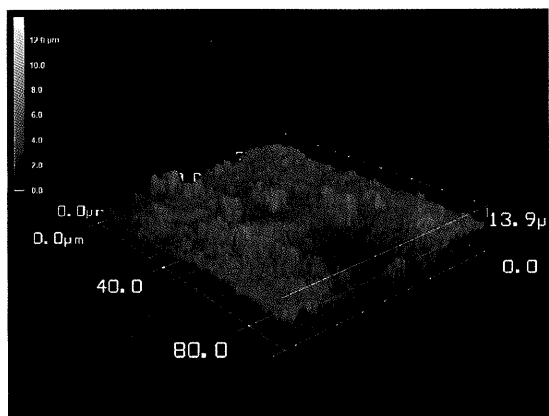
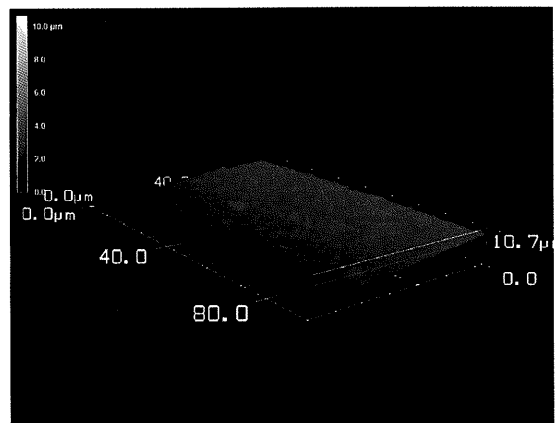


図 2.21 表面積解析結果



(a) シリカゲル基材



(b) シリカゲル光触媒

図 2.22 3D 解析結果

3.6 シリカゲル光触媒の性能評価

3.6.1 アセトン処理実験

ブランク試験の結果を図 2.24 に示す。

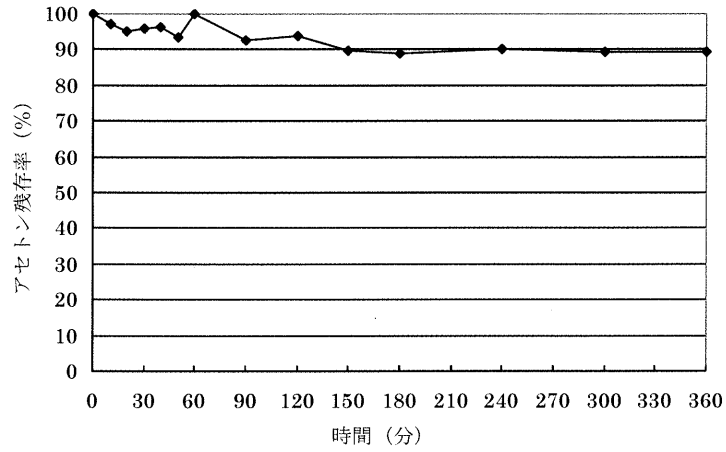


図 2.24 ブランク試験結果

処理実験におけるアセトン残存率及びCO₂転化率の結果をそれぞれ図 2.25、2.26 に示す。

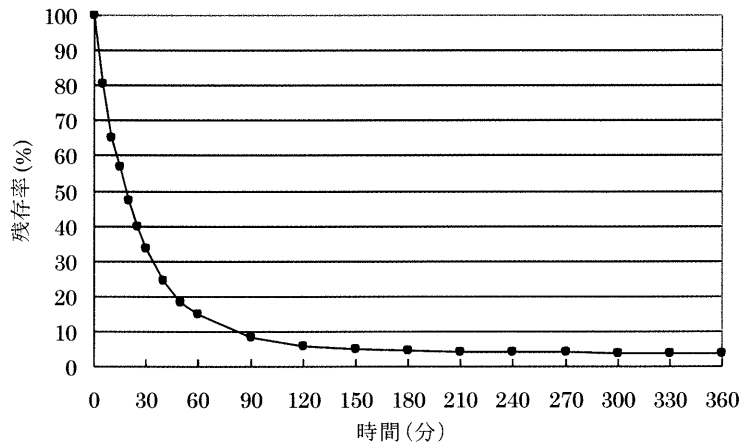


図 2.25 アセトン残存率

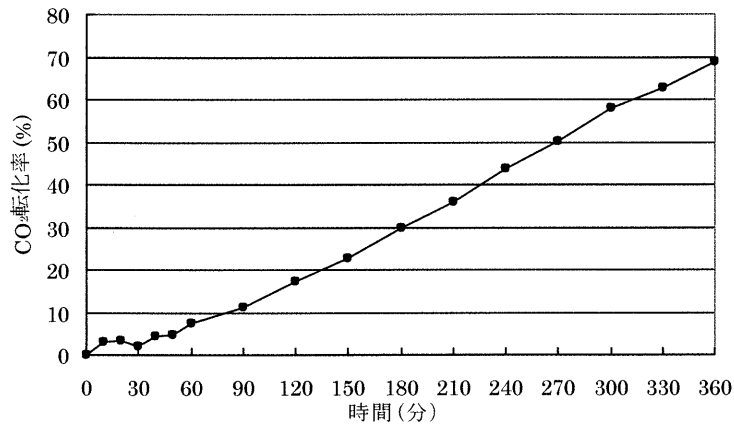


図 2.26 CO₂転化率