

## 詳述報告

パークレイ・分析試験研究所  
815ハーバー通 南、スイート 6  
リッチモンド、CA94804  
510-236-2325  
Fax: 510-236-2335

ジョブコード: 209004-01A

報告日: 2005年 2月22日  
依頼者: サムエル J. ゴールドバーグ、アメリカン フォーミュレーティング & マニュファクチュアリング  
製品 I.D.: 10252Q キャビネット & トリム エナメル セミグロスペイント  
製造者 I.D.番号: 10252Q バッチーJR74  
製造日: 2004年10月14日  
製品受領日: 2004年11月10日  
報告者: R.S. タンナス、研究所長

承認者: \_\_\_\_\_ 日付: \_\_\_\_\_  
ラヤ S タンナス 研究所長

### 目的

この試験の目的は、24時間での白色キャビネット & トリムエナメル セミグロスペイントサンプルからのホルムアルデヒドと総揮発性有機化合物(TVOC)の放散量の計測を目的としています。  
この試験は、**日本工業規格 JIS A 1901(2003)、“建築材料の揮発性有機化合物(VOC)、ホルムアルデヒド及び他のカルボニル化合物放散測定方法—小型チャンバー法”** の規定に従い試験されました。

### 概要

このキャビネット & トリムエナメル セミグロスペイントはホルムアルデヒドとTVOCの放散量について試験されました。試験片は178mmx178mm(0.0316 m<sup>2</sup>)のステンレス板にローラーで4.5gの試料を塗付。このセミグロスエナメルペイントはテストチャンバー内に入れられる前に1時間乾燥のため放置されました。試験のための環境要素は、28±1°C、湿度50±5%、換気率1.0±0.05で行いました。チャンバー内の VOC 濃度の測定は、24時間で行われました。単位面積あたりの放散速度(EFa)はマスバランスで計算されました。**このエナメルセミグロスペイントは計量下限の2.1 µg/m<sup>2</sup>/h以下でホルムアルデヒドを放散していませんでした。 TVOC 放散速度は1,157 µg/m<sup>2</sup>/hでした。**

### 試験方法

#### 試験試料詳細

当試験所は2004年11月10日に、密封された容器の白色キャビネット & トリム エナメルセミグロスペイントの製品サンプルを受領しました。サンプルは:製造者の ID#10252Q バッチーJR74、製品名**セーフコート**キャビネット & トリムエナメル セミグロス、サンプル ID 10252Q/JR74、製造日10/14/04と確認されました。その試料は BAA-SOP-2000.02、“揮発性有機化合物の放散量決定試験のための製品サンプルの選定、収集、取り扱いについて”の規定に従い取り扱われました。2005年2月10日、試料の容器は開封されました。このエナメルセミグロスーは容器内で最初に攪拌混合されました。概略100mlがアルミトレイに移されました。

10cm幅のローラーをトレイ内で前後に動かし試料をしみ込ませました。178mmx178mm(0.0316m<sup>2</sup>)のステンレススチール板の1面に4ストローク、垂直方向に2ストローク、水平方向に2ストローク、で試料が塗付されましたので、全面が均一に塗付されました。4.5gのエナメルセミグロスペイントが単一の膜で塗付されたこととなります。塗付面積は0.0316m<sup>2</sup>になりました。それ故、塗布量は142.4g/m<sup>2</sup>になります。試験試料は試験のためチャンバー内の開放されているワイヤー製の棚に置かれる前に1時間放置されました。

## 全揮発性有機化合物の GC/MS 分析

全揮発性有機化合物部のサンプリングと分析に使用された方法は U.S.EPA(米国環境保護庁)のメソッド TO17 が規定する“環境空気中の揮発性有機化合物を特定するためのアクティブソルベントチューブ法”と、TO1 が規定する“環境空気中の揮発性有機化合物を特定するためのテナックス吸着とガスクロマトグラフ/マススペクトロメトリー(GC/MS)”を基本とします。

VOC の捕集には、Tenax-TA、Ambersorb XE-340と活性炭をシリーズ化したマルチソルベントサンプラー(Model No.ST-032,エンヴァイロテック社製)が使われました。これらのサンプラーでは炭素量 C4~C16 の非極及び中極的な揮発性有機化合物(VOC)類、そして多くの機能グループにより炭素量 C1~C3 の化合物が量的に捕集されます。反応性が高く非常に揮発性が高い物質、(ホルムアルデヒドのような)、はこのサンプラーでは分析できません。

サンプラーは熱的に遮断され、試料は UNACON 810 凝集装置(エンヴァイロテック社製)を使用した Hewlett-Packard 5971A GC/MS システムに導入されます。分析される前に、インターナルスタンダード(ISTD)が各サンプラーに添加されます。この ISTD は121ng のブロモフルオロベンゼン(BFB)です。ISTD はシステムの作動のチェックに使用され、保持時間のマーカー用と、分析の定量用として提供されます。GC/MS は SCAN モードでマスレンジ m/z 33-300の範囲で作動します。

試料中のトータル VOCs(TVOC)の質量的な分析には、GC/MS 全イオンクロマトグラム(TIC)は、試料中の TIC を補足したパラメーターを使用し、15-50分の保持時間(RT)と総合されます。ISTD の領域以外の領域はすべて合計されます。合計によって表される混合物の質量は、サンプラーに添加された ISTD の既知量に関連され計算されます。計算は BFB、ISTD と比較され、トルエン換算を使います。この換算係数(RRF)は2.03になります。何故ならば、相当な偏差が異なるクラスの物質の TIC 反応中にありえ、TVOC の計測は個々の VOCs計測より正確ではないからです。

## ホルムアルデヒドの分析

ホルムアルデヒドと他のカルボニル物質のサンプリングと分析に使われた手法は ASTM D-5197、“空気中のホルムアルデヒドと他のカルボニル類の計測標準試験法(アクティブサンプラー原理体系)”に従いました。

Sep-Pak XPoSure サンプラー(P/N WA T047205、ウォーターズ製)がホルムアルデヒドと他の低分子量のカルボニル類を捕集するために使われました。エアはサンプラーに引き込まれ、2,4-ジニトロフェニルヒドラジン(DNPH)で酸化され、サンプラー内で安定な物質であるヒドラゾン誘導体として残るよう反応させました。ヒドラゾン誘導体はアセトニトリルでサンプラーから抽出しました。等分されたサンプルは、可逆的に段階実行できる高性能の液体クロマトグラフィー(HPLC)とUV検出器を使い、ホルムアルデヒドとアセトアルデヒドのヒドラゾン誘導体の分析を行われました。誘導体の吸光度は360nm の点で計測されます。ヒドラゾン誘導体の標準水溶液から得られる校正点カーブを使用し、ピーク結果により決定されます。

## スモールチャンバーを使用し製品から放散される VOCs 量の試験

今回使われたこの製品から放散される VOCs の計測の試験手法は、**日本工業規格 JIS A 1901 (2003) “建築材料の揮発性有機化合物 (VOC)、ホルムアルデヒド及び他のカルボニル化合物放散測定方法—小型チャンバー法” 英語版を基本とされています。**

このチャンバーは、3個の継ぎ手が装備されたステンレススティール製の蓋と67L のシリンダー状のステンレススティール製容器から構成されています。このチャンバーは温度 $28 \pm 1^\circ\text{C}$ を維持するためインキュベーター内に置かれます。クリーンエア発生器で浄化された空気はステンレススティール製の延長チューブを接続された蓋にある1個のステンレススティール製の継ぎ手からチャンバー内に導入されます。1.  $12 \pm 0.06$  L/min のレートの供給エアは電子式マスフローコントローラーで調整されます。(25°C、1気圧で計算) エアーストリームは2つに分けられます。この内の一つは蒸留水を満たされているバブラー内を通されます。この飽和したエアーストリームは、チャンバー内に導かれる $50 \pm 5\%$ の湿度のエアーストリームを作るために乾燥したエアーストリームと混合されます。湿度センサー (Model HMD 30YB、Vaisala) は蓋にある他の継ぎ手からチャンバー内に挿入されます。チャンバー内の温度と湿度は試験期間中、計測され記録されます。チャンバー内のガスは、蓋にある最後の継ぎ手から排出されサンプリングされます。研究室内の気圧は概略1気圧です。使用前に、チャンバーと継ぎ手は熱水と洗剤で洗浄されクリーンにされます。

洗浄された空のチャンバーは試験の少なくとも3時間前に、試験と同様な状況で作動されます。チャンバーのバックグラウンド値も計測されます。その後、チャンバーは開けられ、資料がチャンバーの中心近くになるようワイヤー製の棚に置かれます。テストを始めるため、チャンバーは封入され換気されます。サンプル流量は電子式マスフローメーターで調節されます。(25°C、1気圧で計算。) VOCs のサンプルは流量 $100\text{cm}^3/\text{分}$ でマルチソルベントサンプラーで捕集されます。この試験のため、TVOC と個々の目標 VOC を分析するために、3L のガスサンプルが試験7日間に捕集されました。この放散試験のパラメーターは表1に要約されています。

表1、スモールチャンバーで行われる VOC 放散試験のパラメーター

パラメーター	値
チャンバー容量、 $\text{m}^3$	0.067
塗付基板 基板	ステンレススティール 178 X 178
塗付面積、 $\text{m}^2$	0.0316
負荷率、 $\text{m}^2/\text{m}^3$	0.472
塗付重量、g	4.5
供給エアーストリーム、 $\text{m}^3/\text{h}$	$0.067 \pm 0.003$
平均温度、 $^\circ\text{C}$	$28 \pm 1$
環境	加湿空気
平均湿度、%RH	$50 \pm 5$
試験期間、時間	24

## データ分析と放散試験報告

不変の放散レート ( $\mu\text{g}/\text{h}$ ) は、以下の式を使用し物質の質量を計算される:

$$ER = Q (C - C_0)$$

Q はチャンバーの容積流量率 ( $\text{m}^3/\text{h}$ ); C はサンプリングインターバル間のチャンバー内平均濃度 ( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ );  $C_0$  は空の状態のチャンバー内濃度、あるいは供給エアーの濃度 ( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ) 単位面積あたりの放散速度、あるいは放散速度、EFa ( $\mu\text{g}/\text{m}^2/\text{h}$ ) は放散速度を製品の露出している平らな表面A ( $\text{m}^2$ ) で割ります。

$$EFa = ER/A$$

## 結果

### TVOC放散量と個々のVOCs

24時間のチャンバーサンプルは、TVOC とホルムアルデヒドを質量分析しました。チャンバー内濃度と放散速度の結果は表2に示しました。ホルムアルデヒドのチャンバー濃度のブランク値は検出下限値以下の  $1 \mu\text{g}/\text{m}^3$  以下でした。このエナメルセミグロスペイントのチャンバー濃度もまた検出下限値以下の  $1 \mu\text{g}/\text{m}^3$  以下でした。

表2 24時間における10252Q/JR74、セーフコート・キャビネット & トリムエナメルセミグロスペイントのホルムアルデヒド及びTVOCのチャンバー内濃度と放散速度

物質名	チャンバー内濃度 ( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )	放散速度 ( $\mu\text{g}/\text{m}^2/\text{h}$ )
TVOC	546	1, 157
ホルムアルデヒド	不検出	不検出