

詳述報告

バークレイ・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: 209005

報告日: 2004年11月30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.: 5601Q K814 セーフコート ウォーターベースレジンワックス
製造者 I.D.番号: 5601Q
製造日: 2004年11月10日
製品受領日: 2004年11月15日
報告者: R.S. タンナス、研究所長

承認者: _____ 日付: _____
R.S. タンナス、研究所長

目的

この試験の目的は、7日間でのクリアコーティングからの対象揮発性有機化合物(VOCs)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

このクリアコーティングはTVOCの放散量と、対象とする個々の物質、トルエン、エチルベンゼン、m-/p-キシレン、0-キシレン、スチレン、p-ジクロロベンゼン、n-テトラデカンについて試験されました。試験片は178mmx178mm (0.0316 m²)のステンレス板にローラーで1.43gの試料を塗付。試験のための環境要素は、28±1℃、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、7日間で行われました。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。**TVOC EF(放散速度)は計量下限以下でした。対象とされるVOC類のどれも検出されませんでした。**

試験方法

試験試料詳細

当試験所は2004年11月15日に、密封された容器の製品サンプルを受領しました。サンプルは:製造者のID#5601Q、製品名**セーフコートウォーターベースレジンワックス**、サンプルID 5601Q K814、製造日 11/10/04と確認されました。そのサンプルは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。2004年11月17日、試料の容器は開封されました。製品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(0.0316m²)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。1.43gの試料が単一の膜で塗付されたこととなります。塗付面積は0.0316m²になりました。それ故、試料は45g/m²の塗付量になります。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、乾燥のため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は、ホルムアルデヒドのような、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-Packard5971A 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のプ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。

質量分析のために、最初に全イオンクロマトグラム(TIC)から得られるピークスペクトルが、通常のVOCで得られたデータベースに含まれるスペクトルと比較されます。このデータベースは、純粋な物質の分析からBAAにより製作されています。もし、この物質のスペクトルがデータベース内のスペクトルと合致し、保持時間が同様に合致した場合、物質を“確認”したと検証します。もし、このデータベース内で合致する物が何もない場合、この物質のスペクトルをNIST(全米材料検査協会)のデータベースの約129,000のスペクトルと比較します。そのような検証の場合は“仮検証”として検証します。

試料中のトータルVOCs(TVOC)の質量分析には、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1.63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。

個々のVOCsの質量的な分析のために、純粋物質から採られたマルチポイント標準校正値が準備されています。より揮発性が高い物質の基準は、静的希釈ビンに微量注入により採取されたものが準備されています。ガスは静的希釈ビンから引き抜かれ、漏れのない注射器を使ったサンプラーに移送されました。揮発性の低い物質の校正値は適切な低沸点の溶剤中で連続的に希釈し、そしてTenax中に含まれているサンプラーにマイクロリッター標準希釈量を注入し製作されているものが用意されています。校正値を装備しているサンプラーはフィールドサンプルと同様な方法で分析されます。

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 - 小型チャンパー法**” 英語版を基本とされています。

このチャンパーは、3個の継ぎ手が装備されたステンレススチール製の蓋と67L のシリンダー状のステンレススチール製容器から構成されています。このチャンパーは温度 28 ± 1 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チール製の延長チューブを接続された蓋にある1個のステンレススチール製の継ぎ手からチャンパー内に導入されます。1.12 ± 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、1気圧で計算) エアー流は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流は、チャンパー内に導かれる $50 \pm 5\%$ の湿度のエアーを作るために乾燥したエアーと混合されます。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パー内に挿入されます。チャンパー内の温度と湿度は試験期間中、計測され記録されます。チャンパー内のガスは、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、チャンパ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パ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。チャンパーのバックグラウンド値も計測されます。その後、チャンパーは開けられ、資料がチャンパ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、チャンパ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、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、スモールチャンパーで行われる VOC 放散試験のパラメーター

パラメーター	値
チャンパー容量、	0.067
塗付基板	ステンレススチール
基板	178 X 178
塗付面積、 m^2	0.0316
負荷率、 $\text{m}^2 /$	0.472
塗付重量、g	1.43
供給エア、 / h	0.067 ± 0.003
平均温度、	28 ± 1
環境	加湿空気
平均湿度、%RH	50 ± 5
試験期間、日	7

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が計算される：

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

Q はチャンバーの容積流量率(L / 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($\mu\text{g} / \text{L}$)； 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($\mu\text{g} / \text{L}$)、 単位面積あたりの放散速度、あるいは放散速度、E Fa ($\mu\text{g} / \text{m}^2 / \text{h}$)は放散速度を製品の露出している平らな表面A (m^2)で割ります。

$$E Fa = EA / A$$

結果

TVOC放散量と個々のVOCs

7日間のチャンバーサンプルは、トルエン、エチルベンゼン、m-/p-キシレン、o-キシレン、スチレン、p-ジクロロベンゼン、n-テトラデカン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。 これらの対象VOCsのどれもサンプル内で検出されませんでした。** これら各物質の検出下限値は1リッターのエアーサンプルで概略1ng、あるいは1.0 $\mu\text{g} / \text{L}$ です。 チャンバーのブランク値のTVOCは7.6 $\mu\text{g} / \text{L}$ をサンプルのチャンバー内濃度から減じられます。 TVOCの検出下限値は概略10 $\mu\text{g} / \text{L}$ です。

表2 7日間における5601Qセーフコートウォーターベースレジンの TVOC と対象揮発性有機化合物のチャンバー内濃度と放散速度

物質名	チャンバー濃度 ($\mu\text{g} / \text{L}$)	放散速度 ($\mu\text{g} / \text{m}^2 / \text{h}$)
TVOC	10以下	21以下
トルエン	不検出	不検出
エチルベンゼン	不検出	不検出
m-/p-キシレン	不検出	不検出
o-キシレン	不検出	不検出
スチレン	不検出	不検出
p-ジクロロベンゼン	不検出	不検出
n-テトラデカン	不検出	不検出

* ND = 不検出 検出下限値以下を示す。 個々の物質の不検出は1Lのサンプルにおいて1ng を基準としています。 検出下限は放散速度2.1 $\mu\text{g} / \text{m}^2 / \text{h}$ と同意義である。

(TVOCについては検出下限値以下ということで不検出と同意)