

## 詳述報告

パークレイ・分析学会員  
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: 209003

報告日: 2004年5月6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.: 50608 - SR60 セーフコート ポリウレシールBP  
製造者 I.D.番号: DA94  
製造日: 2004年4月19日  
製品受領日: 2004年4月24日  
報告者: R.S. タナス、研究所長

承認者: \_\_\_\_\_ 日付: \_\_\_\_\_  
アルフレッド T. ホッジソン、調査部長

### 目的

この試験の目的は、7日間での透明コーティング剤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

この透明コーティング剤は 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 m<sup>2</sup>)のステンレス板にローラーで1.73gのペイントを塗付。試験チャンバー内に試験片が入れられる前に1時間乾燥させました。試験のための環境要素は、28±1、湿度50±5%、換気率1.0±0.005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65.9 µg / m<sup>2</sup> / h、対象揮発性有機化合物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4月22日に、密封された容器のペイント製品サンプルを受領しました。サンプルは: 製造者の ID# DA94、製品名**セーフコートポリウレシールBP - SR60**、サンプル ID 50606 - SR60、製造日 4 / 19 / 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4月26日、サンプル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。

178 mm x 178 mm (0.0316 m<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。1.73 g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0.0316 m<sup>2</sup>になりました。それゆえ、55 g / m<sup>2</sup>の塗布率となります。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時間乾燥されました。

## 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-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 121 ng 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 となります。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。このチャンバーは温度 $28 \pm 1$  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、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クは、チャンバー内に導かれる $50 \pm 5\%$ の湿度のエアークを作るために乾燥したエアークと混合されます。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浄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、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、	0.067
塗付基板	ステンレススチール
基板	178 X 178
塗付面積、 $\text{m}^2$	0.0316
負荷率、 $\text{m}^2 /$	0.472
塗付重量、g	3.23
供給エアーク、 / h	$0.067 \pm 0.003$
平均温度、	$28 \pm 1$
環境	加湿空気
平均湿度、%RH	$50 \pm 5$
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(  $\text{L} / \text{h}$  ); 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(  $\mu\text{g} / \text{L}$  );  $C_0$  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 (  $\text{m}^2$  )で割ります。

$$E Fa = EA / A$$

## 結果

### TVOC放散量と個々のVOCs

7日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14.0  $\mu\text{g} / \text{L}$  をサンプルのチャンバー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50606 - SR60、セーフコートポリウレシールBPのチャンバー濃度と放散速度

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	31.1	65.9
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を基準としており、1.0  $\mu\text{g} / \text{L}$  以下である。 放散速度の不検出は2.1  $\mu\text{g} / \text{m}^2 / \text{h}$ が検出限界と等しい。