

## 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.: 50606 - 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22日  
報告者: R.S. タンナス、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、24時間での透明コーティング剤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

このコーティング剤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 ( $0.0316 \text{ m}^2$ ) のステンレス板にローラーで1.73gのコーティング剤を塗付。試験チャンバー内に試験片が入られる前に1時間乾燥させました。試験のための環境要素は、 $28 \pm 1$ 、湿度  $50 \pm 5\%$ 、換気率  $1.0 \pm 0.005$  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。このコーティング剤は計量下限の  $2.1 \mu\text{g} / \text{m}^2 / \text{h}$  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  $6,270 \mu\text{g} / \text{m}^2 / \text{h}$  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、コーティング剤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 ( $0.0316 \text{ m}^2$ ) のステンレススティール板の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、で試料が塗付されたので、全面が均一に塗付されました。

1.73g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0.0316m<sup>2</sup>になりました。それゆえ、55g/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、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。

試料中のトータルVOCs(TVOC)の質的な分析には、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、トルエン換算をします。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。

## 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**

**一法” 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6.7L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流は、チャンバー内に導かれる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 cm<sup>3</sup>/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、m <sup>2</sup>	0.0316
負荷率、m <sup>2</sup> /	0.472
塗付重量、g	3.23
供給エア、 / 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、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、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

24時間のチャンバーサンプルは、TVOC とホルムアルデヒドについて質量分析しました。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。TVOCのチャンバー濃度のブランク値は $14.0 \mu\text{g} / \text{m}^3$  であり、測定値から差し引きます。ブランク値を減じた数値が $2,960 \mu\text{g} / \text{m}^3$  でした。ホルムアルデヒドのチャンバー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。サンプル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50606 - SR60、セーフコートポリウレシールBPのホルムアルデヒド及びTVOCのチャンバー濃度と放散速度

物質名	チャンバー濃度 ( $\mu\text{g} / \text{m}^3$ )	放散速度 ( $\mu\text{g} / \text{m}^2 / \text{h}$ )
TVOC	2,960	6,270
ホルムアルデヒド	不検出	不検出