

財団法人 日本塗料検査協会  
 性能評価部 奥野博昭  
 西支部 検査第三課 表悦子

## 1. はじめに

近年、建築材料などから放散される揮発性有機化合物(VOC)等によって健康を害する「シックハウス症候群」が深刻な社会問題となっている。これに伴い、平成15年7月に改正建築基準法が施行され、居室に使用される建築材料(塗料、接着剤、合板等)は、ホルムアルデヒドの放散量に応じた等級表示が義務付けられるようになった。今後はトルエン、キシレンなどのVOC物質が追加規制されるといわれる中、各建材メーカーは、自社製品のVOC放散速度を把握し、その対策が急務となってくる。現在、各建材共通のVOC放散速度の測定装置としては、既にJIS化され、市販されている20L小形チャンバーがあるが、装置が高価でかつ大掛かりなことから塗料業界では十分に普及していないのが現状である。今回、その簡易法として、低価格で操作性に優れた3L小形チャンバーの開発を進め、測定精度に影響を及ぼす気密性等のチャンバー性能の評価試験を行い、20L小形チャンバーと同等性能を有することが確認できた。

## 2. 3L小形チャンバーの概要

チャンバーは市販のSUS304ステンレス製の容量3Lの容器を用いた。チャンバー外観を図1に、内部を写真1に示す。

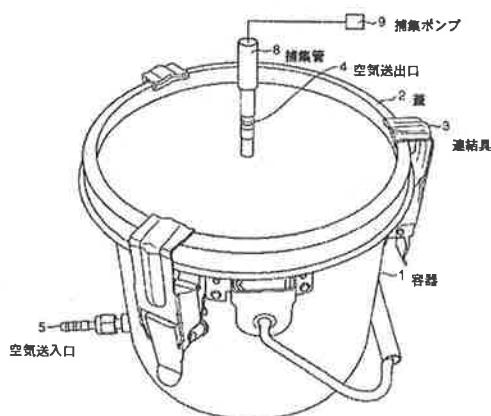


図1 チャンバー外観図

容器と蓋は、連結具で密閉固定され、蓋にはシリコンゴム製パッキンを装着して気密性を維持する。容器には空気送入口とシャワー管を、蓋には空気送出口を溶接により取付ける。容器は二重底構造とし、シャワー管は容器底部と中底の間に位置する箇所に取り付ける。写真左側はシャワー管を取付けた状態である。シャワー管の長さは150mm、給気孔として径2mm×7個の穴を等間隔に付けた。写真では孔は上向きであるが、通常は下向きにして取付ける。

写真右側は中底を置いた状態である。中底には径4mm×20個の穴を開けている。このシャワー管と中底を組み合わせることでチャンバー内部を流れる空気の分布が均一になることがスモークテストにより確認できた。

## 3. 3L小形チャンバーの性能確認

### 3.1 気密性

#### 3.1.1 試験概要

気密性の測定方法には同時比較測定法と圧力降下測定法の2法があるが、予備検討の結果、安定した測定のできる同時比較測定法で行なった。測定装置を図2に示す。

3Lチャンバーの入口側、出口側に湿式ガスメータを設置し、高純度空気ポンペを接続する。高純度空気を流量約45ml/minで30分間流し、チャンバー入口側、出口側の積算流量値から気密性を算出する。

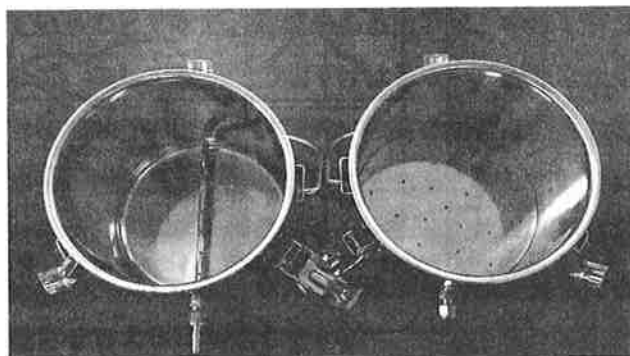


写真1 チャンバー内部

### 3.1.2 試験結果

試験は計5回行った。試験結果を表1に示す。JIS A 1901 7.2項の気密性に詳細な条件はないが、ENV13419-1では、チャンバーの気密性は、同時比較測定の場合、「空気の漏れが給気量の1%未満である。」とされており、測定結果はこの条件を満足するものであった。

### 3.2 回収率

#### 3.2.1 試験概要

測定装置を図3に示す。チャンバーNo.1の中に適量のトルエンを入れた2mlメスフラスコに静置する。これと空のチャンバーNo.2を直列に接続し、高純度空気を換気回数0.5回/hになるように通気させる。各チャンバー内濃度が定常に達した後、チャンバーNo.2内の空気を捕集する。捕集は、捕集管Tenax TA (SUPELCO製)を用いて、捕集流速28ml/min、捕集量300mlで行った。次にチャンバーNo.2を切り離し、チャンバーNo.1内の空気を同様に捕集する。加熱脱着装置(ATD)-GCMS装置を用いて、チャンバーNo.2及びチャンバーNo.1内のトルエン濃度を分析する。

回収率は次式により算出した。

$$\text{回収率(\%)} = \frac{\text{チャンバーNo. 2内トルエン濃度}}{\text{チャンバーNo. 1内トルエン濃度}}$$

#### 3.2.2 分析方法

ATD-GCMS法による。ATD条件を表2、GCMS条件を表3に示す。

#### 3.2.3 測定結果

トルエンの回収率の測定結果を表4に示す。この結果より、3Lチャンバーのトルエン回収率は、JIS A 1901 7.5項で規定される80%以上を3回とも満足する結果であった。

### 3.3 物質伝達率

#### 3.3.1 試験概要

測定装置を図4に示す。数枚のろ紙を重ね、水を十分にしみ込ませた後、アルミ板でろ紙を固定させ、シャワー管と平行になるようにチャンバー内に設置する。ろ紙表面積は0.0035m<sup>2</sup>とした。高純度空気を換気回数0.5回/hになるように通気させ、チャンバー出入口の温湿度が定常になるまで換気後、チャンバー出入口の温度、相

対湿度及びろ紙表面の温度、積算流量値を読み取る。得られた値よりX<sub>s</sub>、X<sub>i</sub>、X<sub>o</sub>を求め、次式により物質伝達率を算出する。

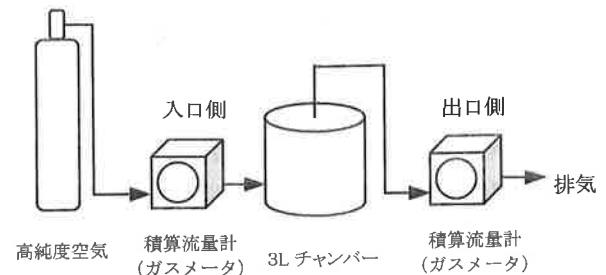


図2 気密性測定装置

表1 気密性測定結果

| 測定回 | 入口側<br>積算流量<br>(L) | 出口側<br>積算流量<br>(L) | 気密性  |
|-----|--------------------|--------------------|------|
| 1回目 | 1.394              | 1.388              | 1.00 |
| 2回目 | 1.230              | 1.218              | 0.99 |
| 3回目 | 1.442              | 1.421              | 0.99 |
| 4回目 | 1.397              | 1.402              | 1.00 |
| 5回目 | 1.492              | 1.470              | 0.99 |
|     | 平均                 |                    | 0.99 |

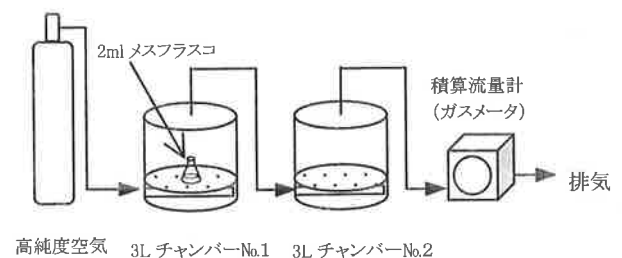


図3 回収率測定装置

表2 加熱脱着装置(ATD)条件

| 使用機器          |                  | TarboMatrixATD<br>(ハートキエール) |
|---------------|------------------|-----------------------------|
| サンプルチューブの脱着条件 |                  | 300°C (10分)                 |
| トラップの<br>脱着条件 | 脱着温度             | -20°C→300°C<br>(5分)         |
|               | トランスファー<br>ライン温度 | 150°C                       |

表3 GCMS分析条件

|       |  |
|-------|--|
| 使用機器  | GC-17A+GCMS-QP5050A<br>(島津製作所製)                                    |
| カラム   | DB-1301 膜厚1 $\mu$ m<br>内径0.32mm×長さ60m、                             |
| 分析条件  | 40°C(2min) → 7°C/min →<br>190°C(12min) → 10°C/min<br>→ 250°C(3min) |
| 測定モード | SCANモード  |

表4 トルエン回収率

|     |             |
|-----|-------------|
| 測定回 | トルエン回収率 (%) |
| 1回目 | 91.4        |
| 2回目 | 86.3        |
| 3回目 | 82.9        |
| 平均  | 86.9        |

$$\text{物質伝達率(m/h)} = \frac{(X_o - X_i) Q}{(X_s - X_o) A}$$

- X<sub>s</sub> : ろ紙表面の飽和絶対湿度(g/m<sup>3</sup>)
- X<sub>i</sub> : チャンバー入口の絶対湿度(g/m<sup>3</sup>)
- X<sub>o</sub> : チャンバー出口の絶対湿度(g/m<sup>3</sup>)
- Q : 換気量(m<sup>3</sup>/h)
- A : ろ紙表面積(m<sup>2</sup>)

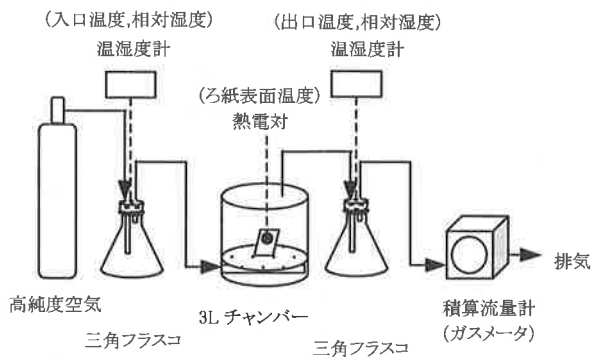


図4 物質伝達率測定装置

3.3.2 測定結果

物質伝達率の測定結果を表5に示す。この結果より、3Lチャンバーの物質伝達率は9~12m/hの範囲であり、JIS A 1901 6.3項の「チャンバー内における試験建築材料表面の物質伝達率は水蒸気に換算して9~18m/h程度

が望ましい。」を満足する結果であった。

表5 物質伝達率測定結果

|     |            |
|-----|------------|
| 測定回 | 物質伝達率(m/h) |
| 1回目 | 10.3       |
| 2回目 | 11.8       |
| 3回目 | 9.6        |
| 平均  | 10.6       |

4. 繰り返し精度の確認

4.1 試験概要

試験装置を図5に示す。試験に用いた試験片の作成条件を表6、測定条件を表7に示す。なお、ATD及びGCMS装置の分析条件は上記表2、表3と同様である。

表6 試験片作成条件

|                 |                        |
|-----------------|------------------------|
| 項目              | 内容                     |
| 試験片の素材          | アルミニウム板                |
| 試験片面積<br>(塗装面積) | 50mm×35mm×1枚           |
| 塗料              | 溶剤形アクリル樹脂塗料            |
| 塗装回数            | 1回                     |
| 塗装方法            | 刷毛塗り                   |
| 塗布量             | 100g/m <sup>2</sup> /回 |
| 希釈率             | 専用シンナーで40%希釈           |
| 試験片養生条件         | 23°C×24時間              |

表7 測定条件

|       |                                    |
|-------|------------------------------------|
| 項目    | 内容                                 |
| 温度    | 23°C                               |
| 相対湿度  | 50%                                |
| 換気回数  | 0.5回/h                             |
| 試料負荷率 | 0.55m <sup>2</sup> /m <sup>3</sup> |
| 捕集管   | Tenax-TA                           |
| 空気捕集量 | 0.5L                               |
| 捕集速度  | 28ml/min                           |
| 捕集日   | 塗装終了後2、3、7日後                       |
| 分析装置  | ATD-GCMS装置                         |

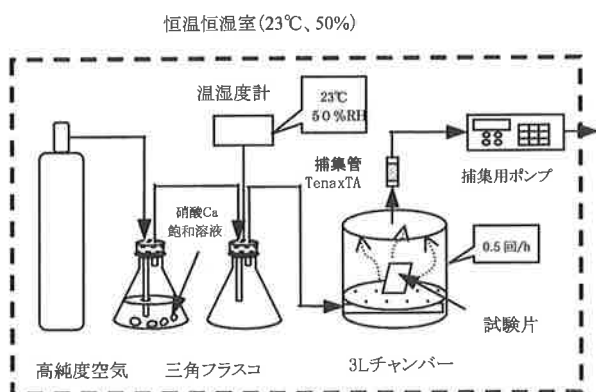


図5 3Lチャンバー測定装置

#### 4.2 測定結果

試験は計5回行い、試験結果を表8に示す。

表8 繰り返し精度測定結果

| 成分       | 繰り返し | 養生日数 |      |      |
|----------|------|------|------|------|
|          |      | 2日後  | 3日後  | 7日後  |
| トルエン     | 1    | 101  | 69   | 29   |
|          | 2    | 209  | 130  | 108  |
|          | 3    | 151  | 72   | 18   |
|          | 4    | 203  | 95   | 38   |
|          | 5    | 199  | 61   | 27   |
| キシレン     | 1    | 1661 | 1328 | 552  |
|          | 2    | 1896 | 1030 | 389  |
|          | 3    | 1898 | 1195 | 405  |
|          | 4    | 1827 | 1183 | 522  |
|          | 5    | 2451 | 1320 | 441  |
| エチルベンゼン  | 1    | 757  | 556  | 205  |
|          | 2    | 879  | 486  | 161  |
|          | 3    | 924  | 566  | 157  |
|          | 4    | 953  | 584  | 218  |
|          | 5    | 1158 | 579  | 175  |
| TVOC     | 1    | 3344 | 2598 | 1028 |
|          | 2    | 3877 | 2078 | 1075 |
|          | 3    | 3446 | 2158 | 777  |
|          | 4    | 3468 | 2384 | 973  |
|          | 5    | 4478 | 2366 | 738  |
| TVOC変動係数 |      | 13%  | 9%   | 17%  |

単位：放散速度 [ $\mu\text{g}/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$ ]

#### 5. 20Lチャンバー法との相関性の確認

##### 5.1 試験概要

3L及び20L小形チャンバーとの相関性の確認を23°Cと28°Cの二水準で行った。試験に用いた試験片の作成条件を表9、測定条件を表10に示す。なお、ATD及びGCMS装置の分析条件は上記表2、表3と同様である。

表9 試験片作成条件

|                 | 3L                     |      | 20L                |
|-----------------|------------------------|------|--------------------|
|                 | 23°C                   | 28°C | 28°C               |
| 試験片の素材          | アルミニウム板                |      |                    |
| 試験片面積<br>(塗装面積) | 50mm×35mm<br>×1枚       |      | 105mm×<br>105mm×1枚 |
| 塗料              | 溶剤形アクリル樹脂塗料            |      |                    |
| 塗装回数            | 1回                     |      |                    |
| 塗装方法            | 刷毛塗り                   |      |                    |
| 塗布量             | 100g/m <sup>2</sup> /回 |      |                    |
| 希釈率             | 専用シンナーで40%希釈           |      |                    |
| 試験片養生条件         | 23°C×24時間              |      |                    |

表10 測定条件

|       | 3L                                 |           | 20L  |
|-------|------------------------------------|-----------|------|
|       | 23°C                               | 28°C      | 28°C |
| 温度    | 23°C                               | 28°C      | 28°C |
| 相対湿度  | 50%                                |           |      |
| 換気回数  | 0.5回/h                             |           |      |
| 試料負荷率 | 0.55m <sup>2</sup> /m <sup>2</sup> |           |      |
| 捕集管   | Tenax-TA                           |           |      |
| 空気捕集量 | 0.5L                               |           |      |
| 捕集速度  | 28ml/min                           | 167ml/min |      |
| 捕集日   | 塗装終了後2、3、7日後                       |           |      |
| 分析装置  | ATD-GCMS装置                         |           |      |

## 5.2 測定結果

3 Lチャンバーの23°Cの測定結果は上記表8である。28°Cの3 L及び20 Lチャンバーの測定結果は表11に示す。また、これらをグラフ化したものが図6、図7である。

表11 測定結果(28°C)

|      | 成分      | 養生日数 |      |      |
|------|---------|------|------|------|
|      |         | 2日後  | 3日後  | 7日後  |
| 3 L  | トルエン    | 240  | 104  | 22   |
|      | キシレン    | 4445 | 2516 | 857  |
|      | エチルベンゼン | 2150 | 1138 | 313  |
|      | T V O C | 7860 | 4374 | 1462 |
| 20 L | トルエン    | 125  | 61   | 17   |
|      | キシレン    | 4764 | 3086 | 987  |
|      | エチルベンゼン | 1859 | 1116 | 311  |
|      | T V O C | 8091 | 5198 | 1786 |

単位：放散速度 [ $\mu\text{g}/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$ ]

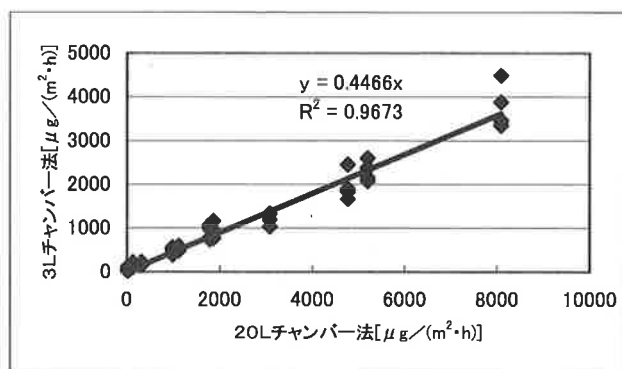


図6 3 L (23°C)と20 L (28°C)の相関

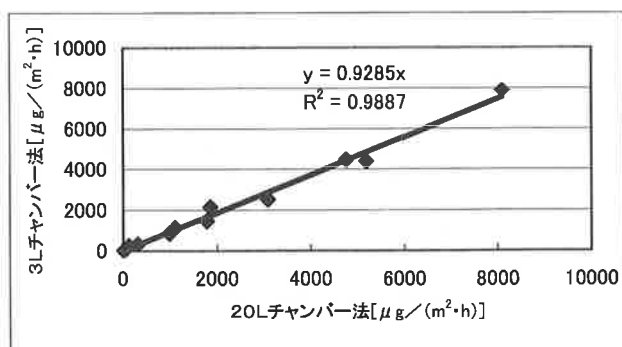


図7 3 L (28°C)と20 L (28°C)の相関

## 6. まとめ

1) 今回検討した3 Lチャンバー装置は、20 L小形チャンバー装置と比較して、物質伝達率、気密性及び回収率とも同等性能のチャンバー性能であることが確認できた。

|       | 3 L  | 20 L <sup>※1</sup> | JIS A 1901         |
|-------|------|--------------------|--------------------|
| 気密性   | 0.99 | 0.99               | 条件なし <sup>※2</sup> |
| 回収率   | 86.9 | 92.5               | 80%以上              |
| 物質伝達率 | 10.6 | 12.6               | 9~18m/h            |

※1 20 Lの装置定数は、(財)日本塗料検査協会で測定した結果である

※2 ENV13419-1では同時比較の場合「給気量の1%未満」

2) 繰り返し精度をn=5で確認した結果、2日後、3日後の変動係数は13%以内で、7日後は17%と多少バラついたが全体的な測定精度としては、20 Lチャンバーとほぼ同じレベルであった。

3) 3 Lチャンバーと20 L小形チャンバー法の相関は、相関係数が0.96以上と非常に高い相関があり、放散VOC測定 of 簡易法として十分適用できることが確認できた。

4) 小型化により、装置全体がコンパクトとなり省スペース化にすることが出来た。また、日常のチャンバー洗浄・乾燥など取り扱い性が格段に向上した。