

ADSEC法による塗膜からのVOC放散量測定

財団法人 日本塗料検査協会
技術顧問 吉田 洋一

1. はじめに

室内環境問題に対応するために建築基準法が平成14年に改正され、規制対象物質であるホルムアルデヒドの測定方法も整備された。ホルムアルデヒド測定方法の小形チャンバー法はJIS A 1901として、デシケータ法はJIS A 1460、JIS K 5601-4-1として各々規格化され、広く使用されている。ホルムアルデヒド以外の厚生労働省が室内濃度指針値を示しているトルエン、キシレン、エチルベンゼン、スチレン等のVOCについては、法規制はされていないが、ホルムアルデヒド規制に伴い、これらについても関心の高まりにより測定機会が増えてきているのが実情である。これらVOCについてはJIS A 1901の小形チャンバー法により測定しているが、さらに簡易な測定方法が要求されている。今回、塗膜からのVOC放散量測定の簡易測定方法として、(社)日本塗料工業会において検討されたADSEC法(Advanced Diffusive Sampling Emission Cell)について、その概要をご紹介します。

2. VOC放散量測定方法

塗膜を含めた建材からのVOC放散量測定方法には、チャンバー内空気を常時置換する条件下で放散量を測定するアクティブ法、密封容器内で静的に放散量を測定するパッシブ法に大別される。アクティブ法としてはJIS

A 1901の小形チャンバー法が、建材全般に共通の測定法として、チャンバー容量20LのADPAC装置¹⁾が良く使用されている。また、塗膜からのVOC放散量測定法として、測定原理は同じであるが、チャンバー容量を小さくした3L小形チャンバー法^{2), 3), 4)}がある。この装置は、物質伝達率、機密性、回収率のチャンバー性能は20Lチャンバーと同等であるが、チャンバー内の気流を制御して整流に近い状態にしたこと、装置の組立てに工夫をこらして全体的に安価にしたことが特徴である。この方法もJIS化するための手続きを進めている。

一方、パッシブ法は、密閉容器内で放散量を静的に測定する方法であり、DSAC(Diffusive Sampling Airtight Chamber)、PFS(Passive Flux Sampler)等の方法が提案され、さらにADSEC法もあるが、どれもJIS規格化されていない。ADSEC法は早稲田大学・田辺研究室で開発されたパッシブ型の放散速度測定装置である。

3. ADSEC法の塗膜への適用検討⁵⁾

塗膜からのVOC放散量測定にADSEC法が適用できるのか検討を行った。ADSEC装置の概略を図1に示す。左側は分解した状態を示すが、下板の上に試験片をおき、その上にシリコンシートを載せ、その位置に合わせてセルを載せる。次に上板をおき、ナットで締めて組立てたものが図の右側である。セルの上部から捕集管を挿入し、

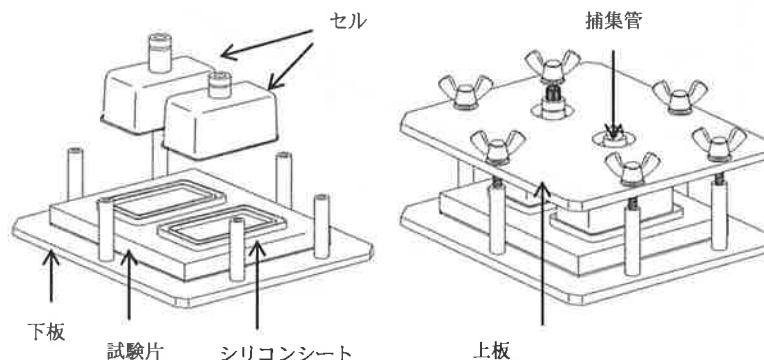


図1 ADSEC装置の概略図

この状態で24時間静置してVOCを捕集する。セル容積は約282mlである。セル2個が同時に使用できることから、2個のデータの平均値を測定値とする。

検討に用いた塗料は、トルエン、キシレンの含有量が多いアクリル樹脂塗料と弱溶剤型のアクリル樹脂NAD塗料の2種類である。一部、エマルジョン塗料も用いた。試験片はアルミニウム板(150×150×0.8mm)に指定の塗布量を塗装し、養生2、3、7日後の放散量の測定を行った。

3.1 測定繰返し精度

同一測定条件での繰返し精度を変動係数(CV)で求めた結果を表1に示す。養生1日後の測定結果である。

アクリル樹脂エナメル塗料は、繰返し精度が良好とされる10%以内に収まったが、アクリル樹脂NAD塗料のCV値は何れも10%を越える大きい値となった。低放散

速度で繰返し精度に問題のある結果となったが、この原因としてバックグラウンドの影響も考えられる。

有機溶剤を扱う実験室で、完全にクリーンな状態で測定を行うのは難しいことではあるが、測定環境に十分に注意して行えば繰返し精度が向上する可能性はある。

今回は測定データ数が少ないことを考慮しても、この方法での問題点が明らかになった。

3.2 20L小形チャンバー法との相関性

この方法が塗膜からの放散量測定に適用できるかを評価するには、20Lチャンバー法との相関性の有無が重要となるが、それを調べた結果を図2に示す。

放散速度の高い領域ではデータのバラツキが認められるが、相関係数は0.97と良好であった。また、測定値はADSEC法のほうが高くでる傾向にあるが、測定結果としては厳しい方向なので許容されるかと思われる。

表1 測定繰返し精度結果

	アクリル樹脂エナメル塗料			アクリル樹脂NAD塗料		
	トルエン	キシレン	エチルベンゼン	トルエン	キシレン	エチルベンゼン
1	3582.7	17122.8	10216.2	12.78	9.86	8.60
2	3304.9	17172.5	10102.6	17.83	18.70	17.36
3	3783.9	16903.4	9927.4	16.34	11.76	12.31
4	3613.5	20649.5	12026.5	—	—	—
Av	3571.3	17962.1	10568.2	15.65	13.44	12.76
CV	5.5	10.0	9.3	16.6	34.6	34.5

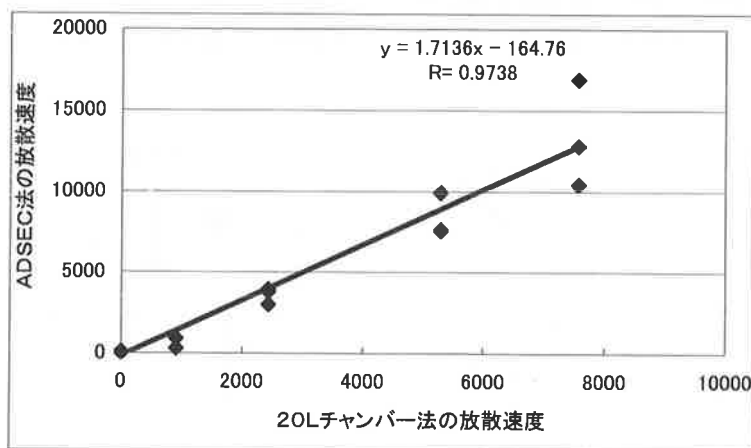


図2 ADSEC法と20Lチャンバー法間の相関性

3.3 その他の事項

検討段階で明らかとなった幾つかの事項についても補足説明する。検討の当初は測定値からバックグランド値を差し引かないことになっていたが、実験を進めるなかで、特に放散速度が小さい場合は、バックグランド値を無視すると測定値の変動要因となることが明らかとなり、塗料に関してはバックグランド補正が必要との結論になった。

パッシブ法による測定では、バックグランドは出来るだけ低くするような測定環境、測定操作を心掛けるべきであるが、測定法手順からみてバックグランド低減には限界がある。このため、可能な限り低減させるための注意を払った上で、バックグランドは測定値から差し引くことが適当である。

次に VOC 脱着方法は、溶媒抽出法と加熱脱着法があり、サンプラーも各々市販されている。溶媒抽出法は特別の設備を必要としないが、加熱脱着法は GCMS に接続できる加熱脱着装置が必要なため設備購入の負担が大きくなる。放散量が少ないと脱着方法による差はほとんどないが、放散量が多いと脱着方法の違いが測定値に大きく影響することが分かった。放散量が多い塗料では溶媒抽出法が安定しているのに対し、加熱脱着法は大きく変動している。この原因として捕集管破過の影響が考えられることから、VOC 放散量を意識することなく使用できる溶媒抽出法が好ましい。

標準捕集時間は 24 時間となっているが、放散量の多い塗料では捕集管破過の問題も考えられるため、短時間捕集も行った結果、脱着方法によって捕集時間を変えることが適切であることが分かった。放散量の少ない塗料であれば何れの脱着方法でも 24 時間捕集で問題はないが、放散量の多い塗料では、加熱脱着方法の場合、24 時間捕集すると捕集管破過により測定値が大きく変動する。このような塗料の場合、捕集時間は 5 時間以下の短時間でも問題ないと考えが、放散量に応じた適正捕集時間を設定する検討が必要となる。

また、シリコンシートからトルエン、キシレン等の VOC が検出されることから、特にパージンシートについては煮沸洗浄を繰り返し十分に行う必要がある。この揮発成分の影響を避けるために、シート無しでの測定の可能性も調べた結果、シート無しではセルの気密性が十分に確保できなく、外部空気の流入による影響なのか、測定値が変動する傾向にあった。この結果からシートの使用は必須であるが、十分な煮沸洗浄が必要となる。

4. まとめ

塗膜からの VOC 放散量簡易測定法として、パッシブ法の一種である ADSEC 法について標準化検討を行った。一般的に、建材のなかでも塗料は接着剤と共に VOC 放散量が多いと思われているが、実際には通常の溶剤型塗料からエマルジョン塗料まで放散量の範囲は広く、これら全てに ADSEC 法が適用できるのか検討を行った。高放散型のアクリル樹脂エナメル塗料は特に問題なく測定できたが、低放散型の弱溶剤型アクリル樹脂 NAD 塗料はバックグランドの影響などもあり、測定値にばらつきが認められた。また、エマルジョン塗料中のテキサノールのような高沸点成分も十分に測定可能であるが、特に重要となる低放散速度でのバックグランドの問題とか、シリコンシートからの VOC などもあり、放散等級表示のような厳密な測定値が求められる用途には疑問であるが、スクリーニング用としては良い方法と思われる。扱いやすいこともあり、現場測定などにも有効と考えられる。

本測定方法は「JIS A 1903 建築材料からの揮発性有機化合物 (VOC) のフラックス発生量測定法—パッシブ法」として JIS 化が進められている。

本内容は社団法人日本塗料工業会／製品安全委員会／室内環境対策部会／VOC 簡易測定方法検討 WG において検討された結果の一部である。

文 献

- 1) 有限会社アドテック：放散試験装置 ADPAC-SYSTEM
- 2) 吉田洋一：月刊建築仕上技術 2004 / vol 30, No.353
「塗料及び塗膜の揮発性有機化合物 (VOC) 測定方法について」
- 3) 吉田洋一：塗装工学 2005 / vol 40, No.1 「室内環境対策のための塗料及び塗膜の VOC 測定方法」
- 4) 奥野博昭、表 悦子：日塗検ニュース 2005 / No.117
「塗膜からの放散 VOC 測定用 3L 小形チャンバー装置の検討」
- 5) 社団法人日本塗料工業会／製品安全委員会／室内環境対策部会／VOC 簡易測定方法検討 WG：平成 17 年度活動報告書「塗膜からの VOC 放散に関する簡易測定方法の検討・パッシブ法の検討」