

材料に吸着した揮発性有機化合物の測定

常定 健・前田進悟・川端浩二・光石一太

Takeshi TSUNESADA, Shingo MAEDA, Koji KAWABATA and Kazuta MITSUISHI

キーワード 室内空気汚染/トルエン/放散/ガスクロマトグラフ質量分析計
KEY WORDS Indoor air pollution/Toluene/Emission/Gas Chromatograph-Mass Spectrometer

1 はじめに

シックハウス症候群など室内空気汚染による健康被害が社会問題となるなか、室内の揮発性有機化合物(VOC)濃度を低くすることの重要性が一般の人々にも理解されるようになってきた¹⁾。室内のVOC濃度を上昇させる原因の1つは、建材などから放散するVOCであることから、VOCを放散する材料について、JIS A1901などのVOC放散量測定が行われるようになってきた。しかし、もともとVOCを含有している材料だけでなく、空気中のVOCを吸着しやすい材料も、室内のVOC濃度に影響を及ぼしている要因の1つである。例えば、塗料からのVOC放散がほぼなくなっても、換気が十分な室内のVOC濃度があまり低下しない場合、もともとVOCを含有していなかった材料に吸着したVOCが再放散する影響も無視できない。

これまで、VOCを吸収した材料がVOCを再放散することは知られているが、その測定はあまり詳しく行われてはいない。また、その測定法も確立されていない。そこで本研究では、VOCを吸収した材料のVOC再放散性に関する測定装置及び測定手法の開発を行い、室内にある代表的な材料について、VOC再放散性を評価した。

2 実験

2.1 試料調製

試料として、木材(杉)、石こうボード(天井材)、じゅうたん(ポリエステル)を用いた。試料サイズは20cm角とした。ただし、木材は、18×22cmとした。また、材料に吸着させるVOCには、トルエン(市販試薬特級)を用いた。

2.2 測定容器

試料を入れる容器には、本測定用に作製した容量36Lのステンレス容器(SUS316)を用いた。このステンレス容器は、ふたと容器本体を8本のボルトで固定する構造であり、ふたと容器の密閉に必要なOリングにはテフロンコーティングしたシリコンゴムを用いた。ふたと容器へのVOC吸着を

抑制するために、ふたと容器本体の内面をバフ仕上げ後、電解研磨処理した。ふたには、シリンジ注入口と挿入管を取り付け、気体や液体の注入及び気体の採取が可能になるように設計した。

2.3 定量性評価

メタノールを溶媒とした100 µg/mLのトルエン溶液10.8 µLを36Lステンレス容器に入れ、100ppbトルエン-d8ガスを大気圧+20kPaに加圧されるまで入れた。この36Lステンレス容器に瓶内を真空にした1Lガラス真空瓶を取り付け、36Lステンレス容器内のガスを1Lガラス真空瓶に採取した。これを気体試料濃縮装置付きGC/MS(島津製作所製、VMS-2)にて測定した。この測定を6回繰り返して標準偏差(σ)を求め、検出下限(3σ)及び定量下限(10σ)を算出した。

検出下限及び定量下限を求める操作と同様の方法で回収率測定用試料を調製した。ただし、トルエン溶液10.8 µLのところを108 µLとし、1Lガラス真空瓶でのガス採取の前に、36Lステンレス容器を23℃の恒温室内に24時間静置させた。この測定により得られた結果を理論値と比較して、回収率(%)を求めた。

表1 気体試料濃縮装置付きGC/MSの分析条件

GC/MS分析条件	
注入モード	スプリット(35:1)
トータル流量	87.6mL/分
カラムヘッド圧	100kPa(分析開始時)
カラム	J&W Scientific DB-1 (長さ60m、内径0.32mm、膜厚1.0 µm)
イオン化	EI法(イオン源温度 200℃)
検出器電圧	800V
定量	内標法(トルエン-d8)

気体試料濃縮装置分析条件	
吸引量	50mL(吸引速度25mL/分)
トラップ管	活性炭系充てん剤
トラップ管冷却温度	-10℃
トラップ管加熱温度	280℃

2. 4 トルエン再放散測定

36Lステンレス容器に試料とステンレスシャーレを入れ、トルエン44 μ Lをシリンジにてステンレスシャーレ上に滴下した。その後、ふたをして容器を密閉し、この容器を23 $^{\circ}$ Cの恒温室内に24時間静置した。試料を容器から取り出し、一定期間23 $^{\circ}$ Cの恒温室内に静置した後、この試料を新たな36Lステンレス容器に入れた。ふたをして容器を密閉した後、この容器を23 $^{\circ}$ Cの恒温室内に24時間静置した。静置後、36Lステンレス容器からシリンジで20mLのガスを採取し、高純度空気の入った容量1Lのガラス真空瓶に導入した。この1Lガラス真空瓶に、100ppbトルエン-d8ガスを大気圧+20kPaに加圧されるまで入れた。これを気体試料濃縮装置付きGC/MS(島津製作所製、VMS-2)に接続して分析を行った。表1にその分析条件を示す。この方法で、トルエンのピークが小さく定量できない場合は、以下の方法を行った。36Lステンレス容器に瓶内を真空にした1Lガラス真空瓶を取り付け、36Lステンレス容器内のガスを1Lガラス真空瓶に採取した。この1Lガラス真空瓶に100ppbトルエン-d8ガスを大気圧+20kPaに加圧されるまで入れた。気体試料濃縮装置付きGC/MSにこの1Lガラス真空瓶を接続して分析を行った。

3 結果と考察

3. 1 測定法の検証

表2の検出下限と定量下限は、トルエンの濃度(μ g/L)として得られた結果を、36Lステンレス容器内の総量(μ g)に変換して示したものである。表3のとおり、本測定法では、1000 μ gを超える放散量測定が必要である。一方、時間の十分経過した試料を評価するためには1 μ g程度の放散量測定が必要になる。実験法で示した2つの方法のうち前者のガス採取法では、試料ガスの濃度が1/50に希釈されており、放散量が10 μ g以上の試料について定量が可能であった。一方、放散量が10 μ g未満の試料については、実験法に示した後者のガス採取法で定量が可能であった。

表2のとおり、36Lステンレス容器でのトルエン回収率を求めたところ95%であった。このことから、ステンレス容器内面へのVOC吸着は無視してよいものと考えられる。

表2 測定法の定量性

	検出下限 (μ g)	定量下限 (μ g)	回収率 (%)
容器内のトルエン	0.042	0.140	95.0

表3 トルエン放散量結果

室内に静置 した日数(日)	試料		
	じゅうたん (μ g)	石こう ボード (μ g)	木材 (μ g)
- *	1277.7	760.7	1051.7
2	106.4	39.3	281.4
10	31.9	16.8	274.8
20	2.2	2.1	32.3

* 室内での静置なし

3. 2 各試料のトルエン再放散性

木材の再放散試験については、10ppmのトルエンガス中で木材にトルエンを吸着させた場合、1週間程度経過すればトルエンを放散しなくなることが示されている²⁾。本測定では、約280ppmのトルエンガス中に木材を入れており、比較的高濃度の条件設定である。材料のすぐ近傍で塗料を塗った場合などを想定すれば、本測定のように、比較的高濃度のガス下に材料を置く条件が適当であると考えられる。

表3は、一定期間、23 $^{\circ}$ Cの恒温室内にて静置した試料から24時間に放散されたトルエンの量を示している。いずれの試料についても、トルエン吸着直後の放散量が多く、室内での静置日数が長くなればトルエン放散量が低下していくことがわかった。しかし、その低下の度合いは試料によって大きく異なった。じゅうたんと石こうボードでは、20日後には、トルエン吸着直後の放散量の0.3%以下に低下しているのに対し、木材では、20日後でも、トルエン吸着直後の放散量の約3%までしか低下していない。20日後のトルエン放散量を試料間で比較した場合、木材では、じゅうたんと石こうボードの15倍以上のトルエンが放散されている。このように、木材では高濃度のトルエンガスを吸着してしまうと、トルエンが比較的長期にわたって放散し続けることがわかった。

4 まとめ

本測定により、高濃度のトルエンガス下にじゅうたん、石こうボード、木材を置いた場合、木材に吸着したトルエンが最も長期間残存しやすいことがわかった。

参考文献

- 1) 井上雅雄、藤田清臣編：“シックハウス対策の最新動向”，エヌ・ティー・エス(2005)
- 2) 小幡 透ら：鹿児島県工業技術センター研究報告，第18号，29(2004)