

自動車部品から放散するVOC濃度測定法

Method of measuring concentration of Volatile Organic Compounds (VOC) emitted from car parts

主 管：車両審査実験部
材料開発第二課
制 定：2004年 7月 30日
最終改：2016年 2月 1日

1 適用範囲

この規格は、車室内VOC（揮発性有機化合物）低減を目的として自動車部品から放散されるVOCの測定方法について規定する。厚生労働省の室内VOC指針値で対象とされている物質のうち、ホルムアルデヒド、アセトアルデヒド、トルエン、キシレン、エチルベンゼン、スチレン、テトラデカン、p-ジクロロベンゼン、フタル酸ジブチル、フタル酸ジ（2-エチルヘキシル）の10物質及びTVOCを対象とする。

なお、フタル酸ジブチル、フタル酸ジ（2-エチルヘキシル）はバス用部品のみ対象とする。

2 引用規格

次に掲げる規格は、この規格に引用されることによって、この規格の規定の一部を構成する。これらの引用規格のうちで、発行年を付記しているものは、記載の年版だけがこの規格を構成するものであって、その後の改正版・追補には適用しない。発行年を付記していない引用規格は、その最新版（追補を含む）を適用する。

JASO M 902:2011	自動車部品一内装材一揮発性有機化合物(VOC)放散測定方法
JIS A 1962	室内空気中のホルムアルデヒド及び他のカルボニル化合物の定量ーポンプサンプリング
JIS A 1965	室内及び放散試験チャンバー内空气中揮発性有機化合物のTENAX TA吸着剤を用いたポンプサンプリング、加熱脱着及びMS/FIDを用いたガスクロマトグラフィーを用いた定量
JIS A 1966	室内空気中の揮発性有機化合物(VOC)の吸着捕集/加熱脱着/キャピラリーガスクロマトグラフ法によるサンプリング及び分析ーポンプサンプリング
JIS K 0123	ガスクロマトグラフィー質量分析通則

3 用語及び定義

この規格で用いる主な用語及び定義は次による。

3.1 自動車内装材

自動車内装に用いる部品・材料。

3.2 試験開始

サンプリングバッグを恒温槽に入れた時点。

3.3 サンプリングバッグ

自動車内装材から放散するVOC、ホルムアルデヒド及び他のカルボニル化合物を測定するための、容積10Lの樹脂製の袋。

3.4 試験濃度

試験片を入れて一定時間加熱したサンプリングバッグ内のガスを捕集し、測定した特定のVOC、ホルムアルデヒド及び他のカルボニル化合物の濃度

3.5 ブランク濃度

試験片を入れないで一定時間加熱したサンプリングバッグ内のガスを捕集し、測定した特定のVOC、ホルムアルデヒド及び他のカルボニル化合物の濃度

注記 バッグに封入するガスは、窒素ガスとする。

ブランク濃度は、バッグごとにVOC:0.05 μ g、ホルムアルデヒド類:0.075 μ g以下であること。

3.6 サンプリングバッグ値

試験片から放散するVOC、ホルムアルデヒド及び他のカルボニル化合物によって上昇したサンプリングバッグ内の対象物質の濃度に、サンプリングバッグへのガス封入量を乗じた値。

3.7 試験片

試験対象となる自動車内装材から試験を行うために採取した一部分。

3.8 揮発性有機化合物(VOC)

試験片から放散しサンプリングバッグから検出された有機化合物の内、ホルムアルデヒド及び他の

カルボニル化合物を除いたもの。

注記 この規格で対象にするVOC成分は、次のものであり、これらを総称して対象揮発性有機化合物（又は対象VOC）と呼ぶ。

トルエン、キシレン、エチルベンゼン、スチレン、p-ジクロロベンゼン、テトラデカン、フタル酸ジブチル、フタル酸ジ（2-エチルヘキシル）。

3.9 総揮発性有機化合物(TVOC)

ガスクロマトグラフにおいて分析したn-ヘキサンからn-ヘキサデカンまでの範囲で検出されたVOC。この規格では、ピーク面積の総和を用いてトルエンに換算して求めた値を示す。

注記 ガスクロマトグラフ質量分析計(GC/MS)を用いる場合は、全イオン検出器(TIM)で測定し、全イオンクロマトグラム(TIC)から算出したVOCの値を用いる（JIS K 0123 参照）。

3.10 ホルムアルデヒド及び他のカルボニル化合物

試験片から放散し、サンプリングバッグから検出されたホルムアルデヒド及び他のカルボニル化合物。

注記 次の物質を対象とする。

ホルムアルデヒド、アセトアルデヒド。

4 捕集用機器及びガス

括弧内に推奨品を示すが同等品を使用してもよい。

4.1 サンプリングバッグの材質・容量

サンプリングバッグの材質は、フッ化ビニル（PVDF）製 4フッ化エチレン-6フッ化プロピレン共重合体（FEP）製のフッ素樹脂バッグ、或いはビニルアルコール系ポリマー製のスマートバッグPAなどが望ましい。容量は、10L コック付スリーブ（ジーエルサイエンス(株)製など）とする。（以後「バッグ」と略す）

4.2 窒素ガス

サンプリングバッグに封入する窒素ガスは、含有するVOC、ホルムアルデヒド及び他のカルボニル化合物の濃度が、放散試験に影響を及ぼさない程度の低さとする。（推奨純度：99.999%以上）

4.3 サンプリングバッグのシール

ヒートシール（富士インパルス製ポリシーラーP-300など）または テフロンテープ（中興化学製ASF-110）にて気密を確保する。

4.4 活性炭及び器具

活性炭（和光純薬工業製 活性炭素カラムクロマトグラフ用など）

積算流量計（HORIBA STEC製 SEF-51等）

テフロンチューブ

シリコンチューブ

ポリエチレン製使い捨て手袋（サニメントなど）

4.5 恒温槽

温度の制御は、均一な温度制御のできる恒温槽で行う。

サンプリングバッグを入れる恒温槽は、±1.0℃の範囲内で温度の制御が可能であるものとする。

4.6 捕集管

トルエンなどの捕集：Tenax TAガラス捕集管（以下「Tenax捕集管」と記す）

アルデヒド類の捕集：DNPH-Silicaカートリッジ（以下「DNPHカートリッジ」と記す）

（ジーエルサイエンス(株)InertSep mini AERO DNPH, InertSep mini AERO DNPH-HRまたは 日本ウォーターズ社製 Sep-Pak DNPH-Silicaなど）

注記 捕集管は、JIS A 1962, JIS A 1965 及びJIS A 1966 による。

4.7 吸引ポンプ

ガス捕集用ポンプ（以後「ポンプ」と略す）：100～1000ml/minで捕集可能な装置。

（ジーエルサイエンス(株) SP208-1000Dualなど）

4.8 分析装置

VOCの分析には、水素炎イオン化検出器付きガスクロマトグラフ(GC/FID)、又は質量分析計付きガスクロマトグラフ(GC/MS)を用いる。ホルムアルデヒド及び他のカルボニル化合物の分析には、高速液体クロマトグラフ(HPLC)を用いる。

注記 分析装置は、JIS A 1962, JIS A 1965 及びJIS A 1966 によるが、これらと同等以上の精度を持つ装置を用いてもよい。

5 試験片の準備

測定に使用する試験片は原則として、出荷時荷姿で室温に放置し完成14日後に測定すること。但し、完成後10日間から20日間の間での測定も可とし、完成から測定までの期間及び放置形態を報告のこと。

試験片は、原則として10×10cmに切り出す。幅が10cmに満たないものは、10cm長さに切断する。1つの部品で10cm未満のものは、そのままの形状で分析する。ラミネートなど一体化した複合材料は、構成材料をまとめてサンプリングする。ビス止めなどで分解できるものは、分解し上記寸法に従って切り出す。電装部品などで分解が適当でない部品については、分解せずに組立て部品としてそのまま測定する。測定したサンプル寸法及び面積を報告すること。

6 試験方法

6.1 バッグの準備

- バッグを試験片点数+1点の数を準備する。
+1点は、試験片を入れないブランク用である。
- 窒素ガスラインに活性炭を連結し、活性炭カートリッジの出口に積算流量計を接続する。積算流量計の出口にテフロンチューブを取り付けシリコンチューブを介してバッグと接続する。(図1)

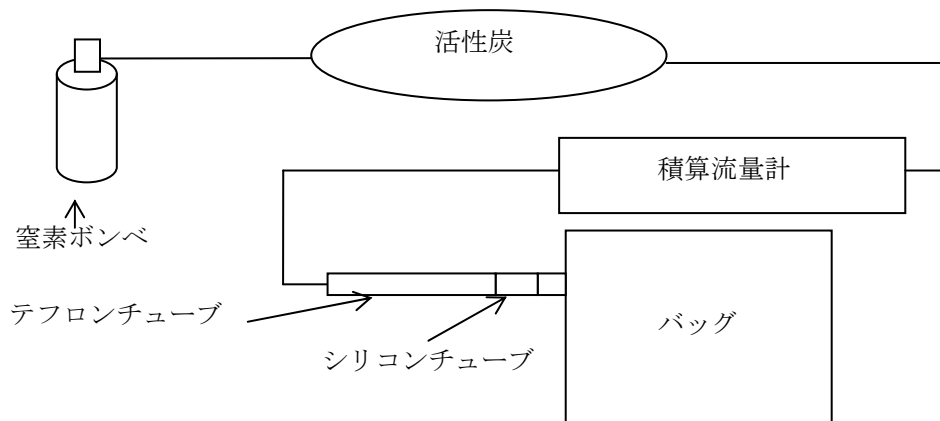


図1 活性炭流量計接続図

- バッグに窒素を約5L充填後、バッグに充填した窒素をポンプで吸引する。バッグのしわを伸ばしながらまんべんなく吸引する。この作業を3~5回繰り返しバッグを洗浄する。試験片を入れるバッグ（試験片バッグ）及びブランクバッグは窒素を抜いた状態で素早く栓をする。
なお、ブランク濃度を低減するため、加熱処理（例えば80℃×30分以上）を行っても良い。ブランク濃度は、3.5項の規定を満足すること。

6.2 試験片の封入

試験片の封入にあたっては次のことに注意する。

- 試験片取扱時はポリエチレン製使い捨て手袋を使用し、素手で扱わない。
- 粘着テープなどのように粘着面があるものはシールを剥がしてバッグ内面に密着させる。

その他の試験片は特に指定のない限り最大面がバッグ内面に密着しないように入れる。

試験片をバッグに封入する方法の例：窒素を抜いた試験片バッグの角を切断し、試験片をバッグの中に入れる。試験片を入れた後、すぐに切断したところを折り返してテフロンテープでシールする(図2)。テフロンテープによるシールに代わり、ヒートシールでシールしても良い。ポンプを使用してバッグ内の空気を抜く。

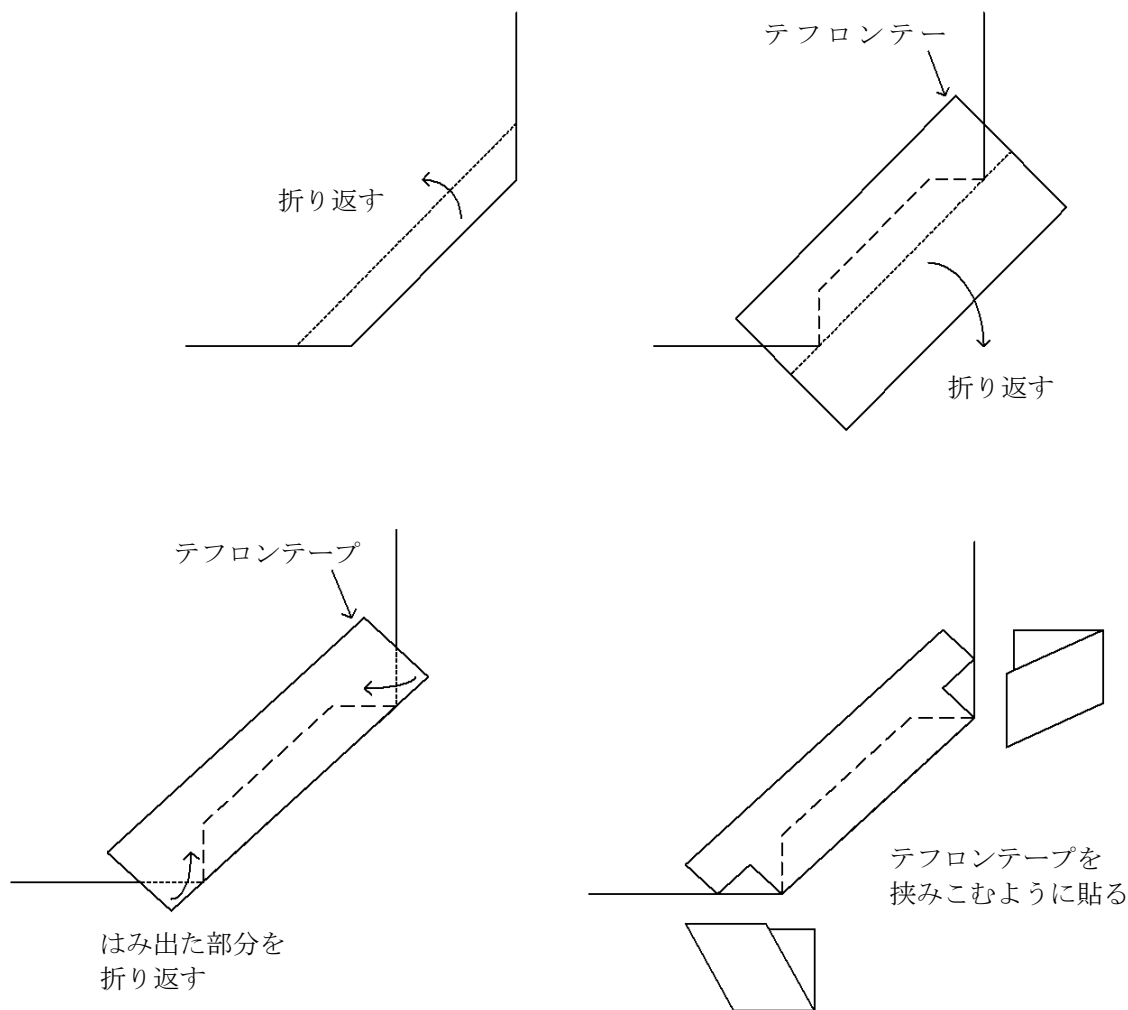


図2 テフロンテープによるシールの方法

6.3 窒素ガス封入

バッグに窒素ガスを正確に5L封入する。機器の接続は図3による。

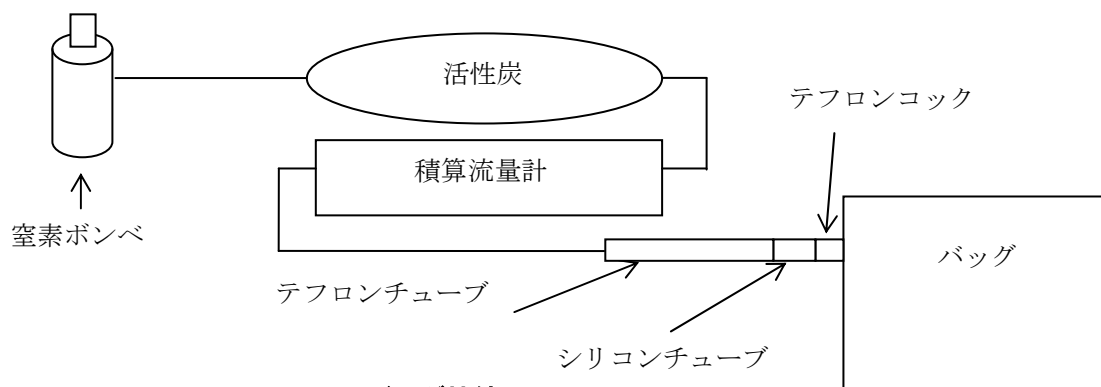


図3 バッグ接続図

6.4 VOC発生と放散ガスの捕集

- 窒素ガスを5L入れた試験片バッグ及びブランクバッグは、予め65°Cにて加熱した恒温槽へ入れ、スリーブに取付けたテフロンチューブを恒温槽の開口部から外に出す。
- 恒温槽内の温度を65±1°Cに保ったまま2時間±5分放置し、VOCを放散させる。

- c) 恒温槽開口部のテフロンチューブとポンプをTenax捕集管に接続する。捕集管の接続は図4による。バッグ内のガスを流量100~250mL/min (250ml/min推奨) で1L 捕集する。(n=2)

注記 Tenax捕集管は、予め焼き出しによる再生処理を行っておく。焼き出し条件は、新品が250℃で6時間以上、再使用品が250℃で2時間以上のこと。

- d) 次にDNPHカートリッジを接続して残り全量(約3L)を流量100~800mL/min (700ml/min推奨) で捕集する。個々の捕集量はポンプの積算流量値を記録する。

注記 DNPHカートリッジは、予め冷蔵庫から使用する分だけ出して室温に戻しておく(室温に10分以上放置のこと)。

- e) サンプルングが終了したらTenax捕集管及びDNPHカートリッジを外しキャップをする。Tenax捕集管は3日以内に分析する。DNPHカートリッジは、サンプルング終了後専用袋に入れて、分析するまで冷蔵庫(10℃以下)で保管し3日以内に分析する。

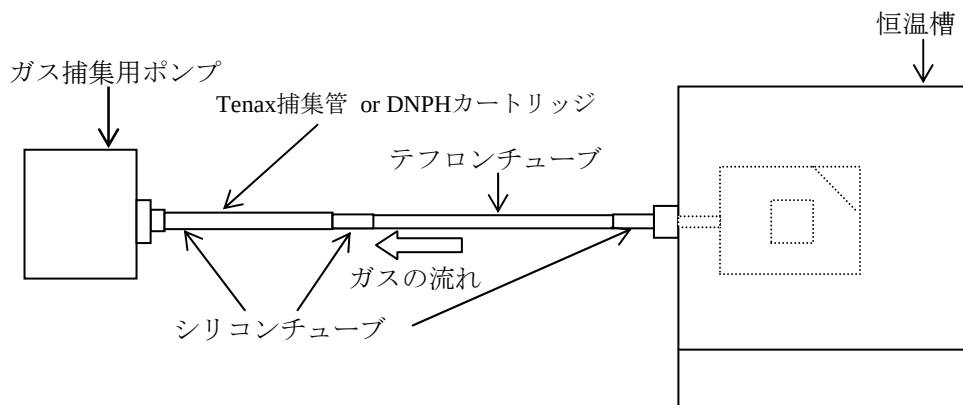


図4 サンプルング状態図

7 捕集ガスの分析方法

JASO M902 9. 分析方法による。

7.1 VOCの分析

VOC捕集管加熱脱着装置(TD)に取り付け、加熱によってVOCを脱離させる。VOCの分析方法はJIS A 1965 及び JIS A 1966 による。試験濃度及びブランク濃度を求める。

注) キシレンは異性体別(オルト, メタ, パラ)の定量を行う必要はなく、合算量として求める。

7.2 ホルムアルデヒド及び他のカルボニル化合物の分析

DNPHカートリッジ内のカルボニル化合物DNPH誘導体は、アセトニトリルなどを用いて溶解して抽出する。ホルムアルデヒド及び他のカルボニル化合物の分析法は、JIS A 1962による。試験濃度及びブランク濃度を求める。

8 サンプルングバッグ値の算出

試験片からのサンプルングバッグ値は、次式によって求める。

$$W=(C_s-C_b) \times V_s$$

ここに、W:サンプルングバッグ値(μg)

C_s:試験濃度(μg /m³)

C_b:ブランク濃度(μg /m³)

V_s:ガス封入量(m³)

Tenax捕集管で捕集したn=2とDNPHカートリッジで捕集したn=1の結果は、全ての値を報告すること。100cm²以下の大きさや組立て状態で1つの部品として測定した試験片は、試験片の形状、寸法、及び100cm²当たりの測定値に換算した放散量を報告すること。

$$X=W \times 100/Y$$

ここに、X:100cm²当たりの値に換算したサンプルングバッグ値

Y:試験片の投影面積(cm²) ※縦・横・高さ方向から見て最大となる面積

また、「5 試験片の準備」で分解したものは、それぞれの分析値及び合算値を報告する。ブランク試験の値も参考値として報告すること。