



写真1 高分解能ガスクロマトグラフ質量分析装置



写真2 PCB分析前処理設備



写真3 絶縁油の採油キット

## 高分解能ガスクロマトグラフ質量分析法によるPCB短納期分析

### Rapid Determination of Trace PCBs by Gas Chromatograph High-resolution Mass Spectrometry (GC-HRMS)

#### はじめに

PCB廃棄物には、トランスなどに使用された絶縁油やPCB廃棄物の保管・処理施設から排出される二次汚染物があり、平成24年のPCB特別措置法施行令の改正により、平成39年3月末までに処理することが義務づけられました。また、PCB廃棄物は、一般廃棄物、低濃度PCB汚染物、高濃度PCB汚染物の3種類に分類され、その濃度に応じた処理が行われます。そのため、濃度が判明するまで保管することになり、保管期限や保管場所の制限などから迅速な定量分析が求められています。

#### 当社の PCB 分析の特徴

絶縁油はもとより、固体汚染物に指定されている紙くず、汚泥、廃塗料、感圧紙など、全ての試料を対象に高分

解能GC-MS (GC-HRMS)を用いた迅速分析法を実用化しました(写真1、2)。

絶縁油中のPCB分析には、一般的にGC-ECD法が使用されていますが、ECD法は試料中の有機物による妨害に弱く、測定前の試料精製に長時間を要します。また、PCBに類似したPCNs (ポリ塩化ナフタレン) などが共存すると、精製が困難になります。それに対して、高分解能GC-MSは質量分離能が高く物質の選択性に優れていることから、高度な精製を必要としません。当社ではこの利点に着目し、硫酸シリカゲルなどを用いた簡便な精製法を実用化することで、PCB分析時間の大幅な短縮を可能としました。また、当社独自の採油キット(採取ビン、スポイト、安全保護具など;写真3)を提供することで試

料の受入や調整作業を画一化し、最短納期を翌営業日とする迅速分析体制を構築しています。

#### おわりに

当社では、絶縁油のPCB分析技術をベースに様々なPCB迅速分析サービスをご提供しています。化成品の製造過程で非意図的に生成するPCBの定量や、PCB処理施設等での作業環境測定、橋梁等の塗膜中に可塑剤として添加されたPCBの定量分析など、いずれも高分解能GC-MS測定をベースとした、信頼性の高い迅速分析サービスです。お気軽にご相談ください。

お問い合わせ先:

ソリューション本部(川崎) 先端有機分析部  
望月 正

mochizuki@jfe-tec.co.jp

## “最短納期3営業日”でのダイオキシン類分析(公定法)

ソリューション本部(川崎)先端有機分析部  
望月 正  
mochizuki@jfe-tec.co.jp

### はじめに

ダイオキシン類(DXN)は、焼却炉施設などでの発生源調査をはじめ、労働安全衛生法に基づく作業環境測定、更には、大気・水質・土壌などの環境調査等、様々な分野において調査・分析の対象となっています。そして、いずれの分野においても、その分析納期が長いことが長年の課題となっておりましたが、この度公定法に基づくDXN短納期分析法を開発しました。

### 迅速分析技術の開発

DXN分析は、試料を分析可能な状態に整えた後、有機溶剤を用いてDXNを抽出することから始まります。この抽出工程に通常1週間以上の期間が掛かりますが、当社では独自に改良した高速ソックスレー抽出器を用いることにより、1日でその処理を可能としました。また、高速ソックスレー抽出器の大型化を図り、従

来適用が困難であった排ガス試料や作業環境測定への適用を可能としています。

抽出工程で得られる抽出液は、自動前処理装置により短時間に効果的に精製し、測定で妨害となる化合物を除去します。そして、高分解能ガスクロマトグラフ質量分析計(高分解能GC-MS)で測定し毒性等量(TEQ)を算出しています。当社は4台の高分解能GC-MSを保有し、これらを効率的に運用することにより、“最短納期3営業日”でのダイオキシン類分析を実現しました。

また、本迅速分析法を各種試料に適用した結果を表1に示します。繰返し測定のパラッキ、公定法との差は、いずれも5%以内にあり、本法の信頼性が高いことが確認されています。

### おわりに

当社は、平成4年にDXNの採取・分析事業を開始し、大手分析機関の一翼を担ってきました。短納期分析は焼却炉性能試験、土壌調査など様々な調査・分析にご利用可能です(表2)。お気軽にご相談ください。

表1 迅速分析法による各種試料の分析結果

試料	公定法 (ng/g)	迅速分析法 (ng/g)		
		n=1	n=2	n=3
ばいじん No.1	190	190	190	190
ばいじん No.2	2,500	2,600	2,500	2,500
土壌 No.1	3.3	3.4	3.4	3.4
土壌 No.2	18	19	19	19
底質 No.1	4.0	4.1	4.0	4.0
底質 No.2	21	20	19	19

表2 短納期分析のご利用例

利用例	分析対象試料
<ul style="list-style-type: none"> <li>◆焼却炉解体工事</li> <li>◆廃棄物含有試験など</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>◆焼却炉性能試験</li> <li>◆土壌汚染調査</li> </ul>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>◆一般環境大気</li> <li>◆土壌</li> <li>◆ばいじん、焼却灰</li> </ul>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>◆底質</li> <li>◆公共用水水質</li> <li>◆排水</li> </ul>
	<ul style="list-style-type: none"> <li>◆地下水質</li> <li>◆排気ガス</li> <li>◆作業環境</li> </ul>

## Analysis of Nickel Content Released from Materials, Daily Use Articles, and Accessories Based on EN1811

### 極微量分析技術(9)

～材料、日用品、装身具からのニッケル溶出試験(欧州規格EN1811)～

ソリューション本部(千葉)分析部  
内田 絵里香  
e-uchida@jfe-tec.co.jp

### はじめに

ニッケル(Ni)製品の人体への影響は広く知られており、皮膚などへの長期間の接触によって、アレルギーなどを引き起こす可能性があります。そのため欧州では、皮膚に直接かつ長期間接触する可能性のある製品の使用や、流通させる場合の規制基準が設けられています。製品からのNi溶出量が基準を満たすかどうかは、欧州規格「EN1811」に規定された標準試験法によって評価されます。

### ニッケル溶出試験の概要

試験対象となる試料を人工汗に浸漬させ(図1参照)、恒温槽内で30±2℃で1週間(168±2時間)保持します。人工汗中に溶出したNiは、ICP質量分析法など、濃度レベルに応じた分析方法で定量し、単位表面積あたりの溶出量

( $\mu\text{g}/\text{cm}^2/\text{week}$ )を算出します。表1に、検査対象となる製品の具体例と、Ni溶出量の規制値を示しますが、装身具等以外にも、人体に直接接触する可能性のある電気・電子製品等の評価事例が増えています。

### まとめ

当社では、様々な組成・形状の製品を対象にした溶出試験を実施しておりま

す。また、前処理から測定まで、分析操作の大部分を、汚染の少ないクリーンルーム内で実施することが可能です。さらに、試験条件や報告書様式は、規格に準拠したものだけでなく、ご要望に沿ったものをご提案させていただきますので、まずはお気軽にご相談ください。



図1 浸漬時の様子

表1 Ni溶出量の規制値(EN1811)

( $\mu\text{g}/\text{cm}^2/\text{week}$ )

対象製品例	規制値
ピアス穴への挿入部材	<0.2
<ul style="list-style-type: none"> <li>・イヤリング</li> <li>・ネックレス、ブレスレット、チェーン、アンクレット、指輪</li> <li>・腕時計(本体、バンド、留具)</li> <li>・リベット(ボタン、留具、ジッパー)</li> <li>その他衣服に利用される金属製品</li> </ul>	<0.5

## リチウムイオン二次電池の分析・評価技術(3)

～4極セルを用いた抵抗分離測定～

ソリューション本部(千葉)電池・材料解析評価センター  
真下 優  
s-mashimo@jfe-tec.co.jp

リチウムイオン電池(以下LIB)においては性能向上のために内部抵抗の低減が課題となっています。LIBは正極、負極、セパレータ、電解液など多くの部材で構成されています。そのため、サイクル充放電試験や高温・低温充放電試験を行った際に発生する性能低下が、どの部材の内部抵抗上昇によるものかを把握することが重要です。その場合、電池全体の抵抗を各部材の抵抗に分離した形で、正確に捉えることが課題となります。当社では抵抗分離測定を図1のような構造の電気化学セルを用いることで簡易に測定できるようにいたしました。

本報でご紹介する4極セルは、2つの参照極(リチウム金属)を電極付近に配置することにより、解体せずに正極、

負極、電解液(セパレータ)の抵抗分離測定を行うことができます。また、単一の電気化学セルで充放電試験後に伴う電極抵抗の変化を測定することが可能です。

図2は4極セルを用いた電圧降下の測定例です。放電開始直後(1秒後)の正極-正極側参照極間の電圧降下 $\Delta V1$ が74.3mV、正極-負極側参照極間の電圧降下 $\Delta V3$ が80.7mVであることから、電解液及びセパレータによる電圧降下が6.4mVと計算できます。放電時の電流値が10mAであるため、電解液及びセパレータによる直流抵抗は $0.64\Omega$ と見積もることができます。

当社では電気化学測定による電池特性の評価だけでなく、電極塗工か

ら電池試作、評価まで総合的なサービスを提供しておりますので、ご興味をお持ちの方はお気軽にお問い合わせ下さい。

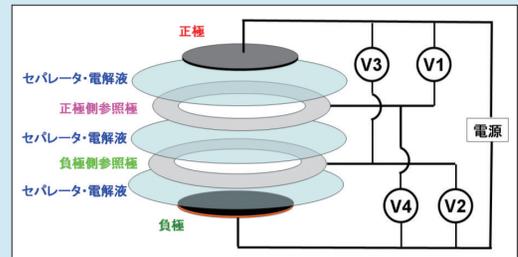


図1 4極セルの内部構造イメージ図

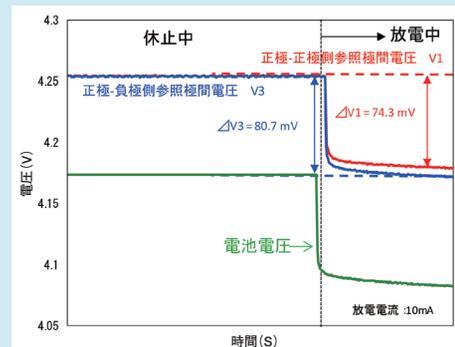


図2 電圧降下の測定結果

## Installing of Fatigue Testing Machines Capable of Keeping Constant Temperature and Humidity Environment

### 樹脂・複合材料の耐久強度評価技術(1)

～恒温恒湿環境下疲労試験機の導入～

ソリューション本部(千葉)樹脂・複合材料評価センター  
今村 秀機  
h-imamura@jfe-tec.co.jp

樹脂および繊維強化樹脂材料は、温度や湿度環境により力学的性質が変動しやすいことがよく知られています。そのため、航空機や自動車の一次構造体への採用が検討される昨今では、正確な疲労強度特性の評価を実施するために、ニーズの少なかった温湿度環境一定下での試験が強く望まれる状況になってきています。その背景には、繊維強化樹脂材料のマトリックスとして吸湿性を持つナイロンを代表とする熱可塑性樹脂の採用があります。

当センターでは、そのようなお客様のご要望にお応えすべく、恒温恒湿度環境下での疲労試験が可能な装置(島津製作所製サーボバルサ®、写真1)を2015年11月より複数台導入いたしました。そこで、今回はその疲労試験機の仕様について

概略をご紹介します。

最大荷重50kNのロードセルを備え、繊維強化樹脂材料の中でも高強度である一方向性タイプの試料にも対応可能な試験機となっています(表1)。試験時の変位量により試験可能周波数は変化しますが、最大約40Hzまで可能な仕様となっています(事前に予備検討を行い、対象試料の試験可能周波数を確認することをお奨めします)。また、つかみ具は繊維強化樹脂材料専用用を備えています。

本試験機の最大の特徴である恒温槽の仕様ですが、まず湿度制御を行わない場合には、 $-60^{\circ}\text{C} \sim 250^{\circ}\text{C}$ の範囲で温

度制御が可能であり、樹脂材料の評価温度域としては十分な範囲をカバーしています。次に湿度制御を行う場合ですが、温度条件により最小湿度は異なりますが(20もしくは40% RH)、最大 $85^{\circ}\text{C} \times 95\% \text{RH}$ が可能であり、高温高湿下での疲労特性評価にも対応できる仕様になっています(図1)。

以上、当社で導入いたしました恒温恒湿度環境下疲労試験機は、お客様の樹脂および繊維強化樹脂材料の開発、評価に対して必ずお力になれる装置であると考えていますので、ぜひお気軽にお問い合わせください。



写真1 疲労試験機外観

表1 疲労試験機仕様

メーカー名	島津製作所
試験機名	サーボバルサ®
型式	EHF-EV101K1-020-1A 特形
動的最大試験力	ロードセル: $\pm 50\text{kN}$ 試験機: $\pm 100\text{kN}$
アクチュエータストローク	$\pm 25\text{mm}$
振幅と周波数の関係	・片振幅0.1mmの場合約40Hz ・片振幅0.8mmの場合10Hz ・片振幅10mmの場合1Hz
制御	試験力、ストローク

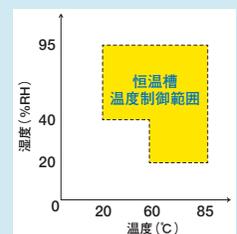


図1 疲労試験機恒温槽温湿度制御範囲

## 樹脂・複合材料の耐久強度評価技術(2)

～クリープ試験機に取り付ける  
恒温恒湿環境チャンバーの導入～

ソリューション本部(千葉)樹脂・複合材料評価センター  
西田 慎太郎  
shi-nishida@jfe-tec.co.jp

近年、車体の軽量化を目的として、自動車構造部材への繊維強化樹脂の採用が進んでおり、樹脂材料のクリープや疲労特性評価が求められています。樹脂の機械特性に対する温度や湿度の影響はモノマー構造により異なり、自動車構造部材への採用が進むナイロンに対してはその影響が大きいことが知られています。樹脂・複合材料評価センターでは、温湿度を制御した環境でクリー

プ試験を行う様にするため、現有クリープ試験機に温湿度環境を一定に制御することができる恒温恒湿槽を取り付ける改造を実施致しました(写真1)。本報では、恒温恒湿環境下で試験可能なクリープ試験機の仕様について概説します。

### 従来試験機の課題

一般的な樹脂用クリープ試験機は最大試験荷重が低いため、高い剛性を有する繊維強化樹脂材料のクリープ特性を評価することが困難でした。一方、金属用クリープ試験機では、繊維強化樹脂が使用される室温～200℃の低温域での温度制御や湿度制御ができないことが課題でした。

繊維強化樹脂材料のクリープ特性評価技術  
金属用クリープ試験機を基に低温域

での温度および湿度制御ができる恒温恒湿槽を新たに開発しました。表1は装置の仕様です。a)温度範囲:40℃～180℃、変動幅±2℃、b)湿度範囲:～90%RH、変動幅±10%RH、c)最大荷重:15kNの仕様を満足させることで、使用環境を再現したクリープ特性評価を実現しました(図1)。

### 荷重モード/試料形状への対応

引張りクリープのほか、治具を工夫することで、曲げ、圧縮、せん断引張り(接着強度)等の荷重モードにおけるクリープ特性評価が可能です。また、広い槽内寸法(350×450×600mm)を活用した、大型サンプルのクリープ特性評価が可能です。

お客様のご要望に個別に対応いたしますので、お気軽にご相談下さい。



写真1 樹脂用クリープ試験機 (9台)



表1 装置仕様

最大荷重	15kN (1500kgf)
荷重方式	天秤式
温度	40℃～180℃
	加湿運転時: 50℃～90℃
	変動幅: ±2℃
湿度	～95%
	変動幅: ±10%RH
槽内寸法	W350×D450×H600
掛け数	6
試験片	JIS K 7162 試験片等

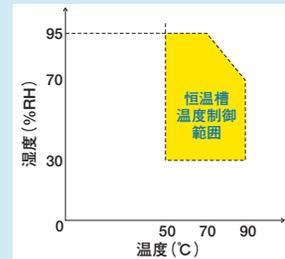


図1 恒温恒湿槽の温湿度制御範囲

## お問い合わせ先

### 【営業本部】

#### 【営業総括部】

TEL:03-5821-6811 FAX:03-5821-6855

#### 【東京営業所】

TEL:03-5821-6811 FAX:03-5821-6855

川崎支所

TEL:044-322-6200 FAX:044-322-6528

宇都宮支所

TEL:028-613-1077 FAX:028-613-1078

東北支所

TEL:022-211-8280 FAX:022-211-8281

九州支所

TEL:092-263-1461 FAX:092-263-1462

#### 【名古屋営業所】

TEL:052-561-8630 FAX:052-561-8650

### 【大阪営業所】

TEL:06-6534-7631 FAX:06-6534-7639

神戸支所

TEL:078-304-5722 FAX:078-304-5723

倉敷支所

TEL:086-447-4621 FAX:086-447-4618

福山支所

TEL:084-945-4137 FAX:084-945-3989

### 【土壌環境部】

営業グループ

TEL:044-322-6537 FAX:044-322-6528

大阪グループ

TEL:06-6534-7637 FAX:06-6534-7639

### 【ソリューション本部(千葉)】

TEL:043-262-2313 FAX:043-262-2199

### 【ソリューション本部(川崎)】

TEL:044-322-6208 FAX:044-322-6528

### 【ソリューション本部(西日本)】

倉敷 TEL:086-447-4621 FAX:086-447-4618

福山 TEL:084-945-4137 FAX:084-945-3989

### 【計測技術本部】

TEL:043-262-4181 FAX:043-262-2665

### 【ビジネスコンサルティング本部】

東京 TEL:03-3510-3389 FAX:03-3510-3476

京浜 TEL:044-322-6479 FAX:044-322-6520

詳しくは、当社ホームページで <http://www.jfe-tec.co.jp>

◆このパンフレットの送付中止、宛名変更は [jfetecsalesmarketing@jfe-tec.co.jp](mailto:jfetecsalesmarketing@jfe-tec.co.jp) へご連絡ください

JFE-TEC News (2016)

No.46

2016年1月発行

発行人/高野 茂

発行所/JFEテクノリサーチ株式会社 営業総括部

〒111-0051 東京都台東区蔵前2-17-4 (JFE蔵前ビル3F)

Tel: 03 - 5821 - 6811