



月刊名工研

No.830

2021年7月1日発行

※NMIRI : Nagoya Municipal Industrial Research Institute

とぴっくす

- 【研究室紹介】 環境・有機材料研究室の依頼試験について
- 【依頼試験】 ガラスビード試料での蛍光X線分析
高分解能GCMSを用いた同種樹脂材の識別分析
樹脂の短期耐熱性試験
- 【研究紹介】 園芸用パーライトによるアンモニウムイオンの吸着
- 【お知らせ】 1ヶ月間集中型プログラム「Tenkaichi」参加者募集
みんなのテクノひろば2021参加者募集



【研究室紹介】

環境・有機材料研究室の依頼試験について

環境・有機材料研究室では、昨年度(令和2年度)の1年間で約4,900件、2,600万円余りの依頼試験を担当しました。以下に件数で多い順に各試験を挙げます。(割合は全体から見た件数)

1. X線CT (33.1%)

プラスチック内部を、X線を用いて非破壊で観察

2. 紫外・可視・近赤外吸光測定(10.2%)

試料の紫外・可視・近赤外光の吸収性、透過率、反射率を測定

3. 蛍光X線分析(XRF) (7.0%)

試料に含まれる元素を検出

4. 核磁気共鳴スペクトル(NMR) (6.7%)

試料中の有機分子を構造レベルで解析、固体試料も測定可能

5. 熱分析(TG、DSC、TMA) (6.4%)

有機材料のガラス転移温度、融点、熱分解温度、熱膨張性を測定

6. 赤外吸収スペクトル(FT-IR) (5.1%)

試料中に含まれる主要有機成分を推定、付着物なども測定可能

7. 分子量分布測定(GPC) (4.7%)

高分子試料の分子量、重合度を測定

8. ICP発光分光分析 (4.1%)

溶液中に含まれる元素の濃度を正確に測定

9. ガス吸着測定 (4.0%)

多孔材料の比表面積、細孔容積、細孔径を測定

10. 衝撃圧縮試験 (3.3%)

試料に重りを落とし破壊挙動を解析

11. 接触角・表面張力測定 (3.0%)

試料表面の撥水性、親水性、溶液の表面張力を測定

12. ガスクロマト質量分析(GC-MS) (2.8%)

試料中に含まれる物質を推定

その他(密度、粘度、走査電子顕微鏡、試料試作、荷重たわみ温度測定等) (9.8%)

品質管理、開発における技術相談で、これらの中から問題解決に最適な依頼試験を提案します。ぜひお尋ねください。

(環境・有機材料研究室 大岡 千洋)

TEL(052)654-9885

【依頼試験】

ガラスビード試料での蛍光 X 線分析

固体試料の元素分析法の中でも蛍光 X 線分析は最も広く用いられる分析法です。多くの元素が同時に定性分析できるとともに、標準試料無しで分析値が得られる半定量分析が可能です。

この蛍光 X 線分析による半定量分析は、原理的には試料が原子レベルで均一であることを前提とした分析法です。不均一な試料を均一にする方法の一つにガラスビード試料化する方法があります。ガラスビード試料とは、試料をホウ酸リチウム等融剤に溶かし、均一にしたものです。また、融剤による希釈のため、共存元素の影響も抑えられます。したがって、均質化と希釈による両面から分析の信頼性向上が期待できます。



二酸化ケイ素と硫酸カリウムの 1:1 混合物の粉末を、プレスして固めた圧粉体試料と、ガラスビード試料にしたものの分析結果を示します。

成分	蛍光X線 半定量分析結果(%)		理論値
	圧粉体試料	ガラスビード試料	
SiO ₂	34.81	45.31	50.00
K ₂ SO ₄	64.06	53.31	50.00
その他	1.12	1.38	0.00

半定量分析なので理論値と比べ差が生じていますが、圧粉体試料に比べガラスビード試料の分析結果はより理論値に近く、信頼性が高いことがわかります。

当所では、依頼者様から聞き取りを行い、様々な分析法、分析前処理の中から目的に最適な分析方法をご提案させていただいております。

ご興味のある方はお気軽にご相談ください。

(環境・有機材料研究室 柴田信行)

TEL(052)654-9882

【依頼試験】

高分解能 GCMS を用いた同種樹脂材の識別分析

ガスクロマトグラフ質量分析計(GCMS)は、混合ガス成分を時間軸に沿って分離分画し、個々のガス成分としてその質量情報を得ることができます。

当所の**高分解能 GCMS**は、大気圧イオン化型の高分解能質量分析計を備えており、低分子量成分の精密質量を高感度に分析することができます。この特徴により同種の樹脂材料であっても、樹脂中に含まれる添加剤などの低分子量成分が異なれば比較することが可能となります。

一例として、市販のポリエチレンフィルム2種を高分解能 GCMS で分析した結果を右図に紹介します。フィルム X および Y を 280°C で 1 分間加熱した際の発生ガスを分離分析しました。各ガスクロマトグラム(ガス成分の分離情報)を比較すると、それぞれ異なる時間帯(保持時間)にピークが確認できました。さらに特徴的なピークの精密質量を解析したところ、フィルム X ではフェノール系酸化防止剤、フィルム Y ではリン系酸化防止剤の酸化物と予想さ

れる成分がみられました。また、各フィルムには炭化水素鎖長の異なる滑剤類と予想される成分が見られ、配合が異なることがわかりました。

高分解能 GCMS は 200~300°C で分解せず揮発性を有する化合物であれば、詳細に分析できる可能性があります。赤外分析など、汎用的な分析方法で解決が困難な事例があれば、ぜひ一度ご検討下さい。

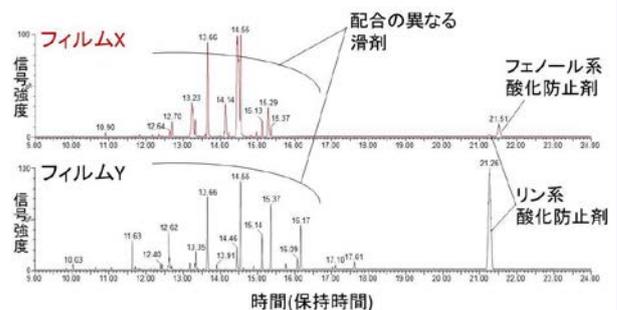


図 高分解能 GCMS 測定例

(環境・有機材料研究室 山中基資)

TEL(052)654-9888

【依頼試験】

樹脂の短期耐熱性試験

樹脂材料の耐熱性を評価する方法として、短期の耐熱性試験には JIS K7191 プラスチック-荷重たわみ温度の求め方-(以下、HDT 試験)や JIS K7206 プラスチック-熱可塑性プラスチック-ビカット軟化温度(VST)試験方法(以下、VST 試験)があります。いずれも試験片に圧子で荷重をかけながら昇温し、規定の変形量に到達したときの温度を測定します。

HDT 試験では図 1 に示すように、短冊形状の試験片に 3 点曲げになるように荷重をかけ、加熱槽で昇温します。図 2 は耐衝撃ポリスチレン(HIPS)の HDT 試験で得られた温度-変位曲線の一例です。昇温に伴い試験片が変形し、88.5 °Cで規定の変形量(たわみ量)である 0.34 mm に到達しました。

当所が保有する [HDT 試験機](#) では HDT、VST の両試験が可能です。各種の昇温速度と試験荷重条件に対応しています。ご興味のある方はぜひお問い合わせください。



図 1 HDT 試験の装置概要

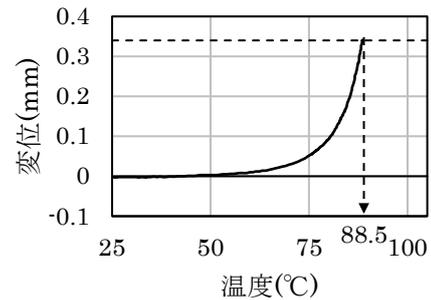


図 2 HDT 試験データ

(環境・有機材料研究室 名倉 あずさ)

TEL(052)654-9950

【研究紹介】

園芸用パーライトによるアンモニウムイオンの吸着

めっき排水規制では平成 28 年 7 月以降に窒素系成分は 300mg/L から 100mg/L へ一律排水基準値が変更されました。めっき排水中の窒素系成分は平均 120mg/L 程度と比較的低濃度ですが、処理容量が多いため、排水基準値を満たすための安価な処理方法が求められています。

本研究では、約 50°C の 4mol/L NaOH 溶液中に安価な園芸用パーライト(SiO_2 , Al_2O_3)を浸し、24, 48, 72 時間かく拌し、比表面積を約 $15\text{m}^2/\text{g}$ 増加させた吸着材を作製しました。図 1 は、作製した吸着材を用いて、アンモニウムイオンの初期濃度 100 mg/L、振とう時間 24 h、室温で行った吸着実験の結果です。元の園芸用パーライトの吸着率が 29 %であったのに対して、処理品は吸着率が 89 %まで向上しました。別途作成した吸着等温線の形から、吸着は単分子層吸着と考えられます。また、吸着時の pH の影響を調査したところ、低 pH 領域、高

pH 領域では吸着率が低下しました。しかし、実際の排水処理では中和処理が入るため、本吸着材は使用できる可能性があります。

本研究内容にご興味ございましたら、下記までご連絡ください。

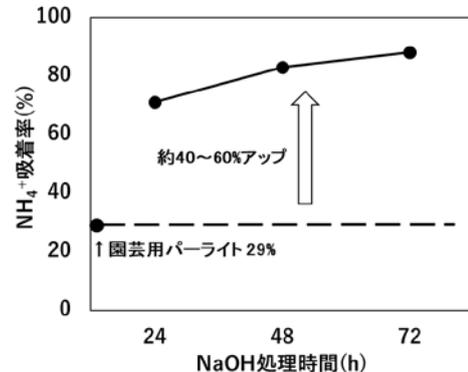


図 1 NaOH 処理時間と NH_4^+ 吸着率の関係

(環境・有機材料研究室 林 朋子)

TEL(052)654-9869

【お知らせ】

■1ヶ月間集中型プログラム「Tenkaichi」参加者募集

「Tenkaichi」は社会に新しい問いを投げかける製品のアイデアを創出するプログラムです。5人でチームを組み、企業の技術シーズを使ったアイデアを練り上げ、試作機器を利用しながらプロトタイプを目指します。

【応募資格】

申込時点で、以下のいずれかに該当していること

- ・技術・ものづくり関連企業もしくは新規事業に関わる社会人
- ・技術系の教育機関(高等専門学校 or 技術系大学)に在籍している学生

【開催期間】 2021年8月20日(金)～9月17日(金)

【申込締切】 7月18日(日)



申込方法、その他詳細は下記 URL をご覧ください。

<https://tenkaichi-1.peatix.com>

※新型コロナウイルス感染状況により中止を含め予定を変更する場合があります。

■みんなのテクノひろば 2021 参加者募集

小学4年生～中学生を対象としたものづくり体験イベントを工業研究所内で開催します。

【日 時】2021年8月12日(木) 10:00～11:30、13:30～15:00

【内 容】ものづくり教室

- A プログラミング体験！君も発明家？たのしい道具を作っちゃおう！！
- B カラフル LED でいろんな色の光を作ろう！
- C プラスチックの加工体験
- D とってもきれいなカラフル化学実験



【申込締切】 7月21日(水) 往復はがき必着

申込方法、その他詳細は下記 URL をご覧ください。

<https://www.nmiri.city.nagoya.jp/hiroba2021.html>

※今年度は申込不要の当日参加企画はありません。

※新型コロナウイルス感染状況により中止を含め予定を変更する場合があります。

(編集・発行)

名古屋市工業研究所

〒456-0058 名古屋市熱田区六番三丁目4番41号

電話: 052-661-3161 FAX: 052-654-6788

URL: <https://www.nmiri.city.nagoya.jp> E-mail: kikaku@nmiri.city.nagoya.jp