

## 第5 4回分析技術共同研究分析手順書

分析試料と分析項目

I	無機分析	リモナイト
II	材料評価1	X線粉末回折
III	材料評価2	重金属含有プラスチック

### I リモナイト

担当：永岡昭二（熊本県産業技術センター）

#### (1)分析項目

①強熱減量(Ig loss)および②鉄 (Fe) , ③マグネシウム (Mg) , ④マンガン (Mn) , ⑤カルシウム (Ca) の4元素、合計5項目とします。

#### (2)試料

粉末試料 粉末 50メッシュパス 300  $\mu$  以下微粉末

参加者1人あたり50gを配布します。

配布試料量内で、上記の分析をお願いします。

#### (3)分析方法

分析方法：分析方法は特に指定しませんが、JIS M8853:1998 セラミックス用アルミノけい酸塩質原料の化学分析方法, JIS R2212-1:2006 耐火物製品の化学分析方法—第1部—粘土質耐火物, JIS R2212:1998 耐火れんが及び耐火モルタルの化学分析方法が参考になります。

試料乾燥：110℃で、3時間以上放置後、分析に供してください。

分析は2回行い、質量百分率(wt%)で、報告値は、有効数字4桁まで報告してください。

#### (4)報告値と報告方法

あらかじめ定められた電子ファイル (EXCEL) の報告書書式に数値を入れ、電子メールにて下記提出先に報告して下さい。数値の丸め方は JIS-Z8401 (数値の丸め方) に従ってください。複数の者が分析を行った場合、必ず報告者ごとに別ファイルとして下さい。

#### 【提出先】

産業技術総合研究所 計量標準管理センター 計量標準計画室 一石節子

TEL: 029-861-4975 FAX: 029-861-4099

E-mail: setsuko-ichiishi@aist.go.jp

#### 【試料に関する問い合わせ】

熊本県産業技術センター 材料・地域資源室 永岡 昭二、永田 正典

TEL: 096-368-2101 (代表) FAX: 096-369-1938

E-mail: nagaoka@kmt-iri.go.jp

## II X線粉末回折

担当：林 茂雄（三重県工業研究所）、衣笠晋一（産総研）

### 1. 目的

これまで平成16年度から平成20年度までに5回のX線粉末回折の共同研究を実施してきました。平成21年度中部イノベーション創出共同体研究開発環境支援事業（経産省）にて「循環型社会を支える環境調和型材料の分析評価技術の確立」分析マニュアルが作成されたことから、本マニュアルをガイドラインとして、酸化チタン結晶相の定量分析を共同研究として実施します。

本共同研究を通じて、参加者が分析マニュアルによりX線粉末回折法による定量分析の特徴を理解し、分析方法を習得することが期待されます。

### 2. 内容

未知試料として2種類の酸化チタンを配布します。その内1種類は非晶質相が含まれることから内部標準物質としてコランダム（酸化アルミニウム）も配布しますので、参加者にて内部標準物質を未知試料に混合してください。平成21年度に作成された酸化チタンの分析マニュアル（下記を参照）を参考にして、X線回折法による定量分析を行います。なお、解析にはリートベルト法を用います。

### 3. 配布物

(1) 未知試料：2種類、内部標準物質（コランダム）：1種類

(2) 手引き書等

- ①共同研究の手引き書
- ②参照する分析マニュアル（※）
- ③解析ソフトウェアのダウンロードとインストール方法の手引き書
- ④X線回折データの変換プログラムの使用方法
- ⑤報告書に添付するデータファイル等の作成方法

(3) 配布ソフトウェア

※参照する分析マニュアル

平成21年度 経済産業省 地域イノベーション創出共同体形成事業「研究開発環境支援事業」  
マニュアル（名古屋市工業研究所ホームページに掲載）

URL：[http://www.nmiri.city.nagoya.jp/info/con\\_h21/con\\_h21\\_01.htm](http://www.nmiri.city.nagoya.jp/info/con_h21/con_h21_01.htm)

### 4. 報告書

指定の書式に必要事項を記入して報告していただきます。

#### 【提出先】

（独）産業技術総合研究所 計量標準管理センター 計量標準計画室 一石節子

TEL：029-861-4975 FAX：029-861-4099 E-mail：setsuko-ichiishi@aist.go.jp

#### 【試料等に関する問い合わせ先】

三重県工業研究所 窯業研究室 林 茂雄

TEL：059-331-2381 FAX：059-331-7223 E-mail：hayass03@pref.mie.jp

### Ⅲ 重金属含有プラスチック

担当：衣笠 晋一、福本 夏生（産総研）、鈴木 昌資（埼玉県産業技術総合センター）

#### (1)分析項目

Cd(カドミウム)、Cr(クロム)、Hg(水銀)、Pb(鉛)、Br(臭素)。ただし、検出される他の元素も参考として報告。

#### (2)試料

形状 直径が3 cmで、厚さが2 mmの円盤状の形状です。

枚数 参加者一人あたり1枚を配布します。

マトリックス ポリプロピレン樹脂をマトリックスとする試料です。ポリプロピレンの化学構造式を図1に示します。組成式は、 $C_3H_5$ と表されます。

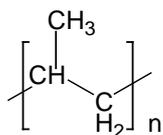


図1. ポリプロピレンの化学構造式

#### (3)保存方法

直射日光の当たらない清浄な場所に室温で保存する

#### (4)分析方法

①分析方法: 蛍光X線分析法(エネルギー分散または波長分散)

②前処理: 乾燥などの前処理は行わず、表面の付着物をブローアなどで除去してそのまま分析する。

③報告値の数: 分析は1回行います。

④解析方法: ファンダメンタル・パラメータ(FP)法を原則とする。他に適当な手法が利用できる場合はそれに依る事も可。

#### ⑤留意事項:

(ア)波長分散型の場合、X線照射による試料の変性・変形が生ずる場合があるので加速電圧・電流、分析時間などを適切に設定する事。

(イ)単純化したモデルとして、薄膜とみなして「X線照射エリア内に存在する分析対象元素の全量が励起され、発生する蛍光X線の全てが試料表面から放出されて検出される」として計算することが考えられる。更に精度を上げるには、より厳密なモデルを用いて解析を行う必要が有るかもしれない。解析方法は報告者の判断に任せる。

#### (5)報告値の表現

試料全体に対する各元素の質量分率をmg/kgの単位で報告する。同時に計算された他の元素の質量分率も参考値として報告する(他の元素はあくまで参考です)。報告値は、整数部分が3桁の場合は小数点以下1桁まで、整数部分が2桁の場合は小数点以下2桁まで報告してください。

#### (6)報告値と報告方法

あらかじめ定められた電子ファイル(EXCEL)の報告書書式に数値を入れ、電子メールにて下記提出先に報告して下さい。数値の丸め方はJIS-Z8401(数値の丸め方)に従ってください。

**【提出先】**

(独)産業技術総合研究所 計量標準管理センター 計量標準計画室 一石節子

TEL:029-861-4975 FAX:029-861-4099 E-mail:setsuko-ichiishi@aist.go.jp

**【試料に関する問い合わせ】**

(独)産業技術総合研究所 計測標準研究部門 計量標準システム科 計量標準基盤研究室 衣笠 晋一

TEL:029-861-4862 FAX:029-861-4618 E-mail:s.kinugasa@aist.go.jp