

# 第56回分析技術共同研究分析手順書 (改訂版)

## 分析試料と分析項目

II	材料評価	ナノ粒子の粒径2
----	------	----------

### II ナノ粒子の粒径2

担当：加藤 晴久、衣笠 晋一、福本 夏生 (産総研)

#### 【共同分析の概要】

##### (1)目的

今回の共同測定はナノ粒子計測の入門的観点から実施するものであり、ナノ粒径計測の現状に対しての共通理解を得るとともに、測定の正確さを向上するための検討を行う予定。特に、前回の共同測定では測定が難しかったレーザー回折法でも測定出来得る、比較的大きなナノ粒子(サブミクロン粒子)を測定対象とし、代表的な測定法の妥当性と他手法間との比較測定の可能性を検討する。

##### (2)背景

ナノマテリアルの安全性と管理については従来から議論され、国内外で自主管理のガイドが出されている。また、最近わが国では管理されるべきナノマテリアルの考え方が検討されており、欧米でも規制に向けた動きが進行中である。このような状況に鑑み、ナノ粒子のサイズ計測に対して信頼性の高い技術力を事前に公設研が有することは、将来に発生する可能性のある計測ニーズに応えるために重要であると考えられる。

##### (3)分析項目

ナノ粒子の平均粒子径、及び粒径分布

##### (4)試料

粒子	ポリスチレンラテックス(以下、PSLと略)粒子
試料種類	2種類(試料A、及び試料B)
性状	粒子を水中に分散した分散液体として配付
濃度	約 10 mg/mL
液量	約 10 mL
個数	参加者一人あたり2瓶(各試料について1瓶)

##### (5)保存方法

冷暗所、又は冷蔵庫で保存(凍結させないこと!) (備考:冷蔵はバクテリア等を繁殖させない処置であり、凍結防止は粒子の凝集等を防止するためである)

##### (6)計測方法

- ①計測手法: レーザー回折光散乱や動的光散乱などの光散乱的手法、又は TEM や SEM などの電子顕微鏡的手法。他の測定方法も可。  
同一機関で複数の方が参加される場合、できるだけ異なった手法で測定されることを推奨します。
- ②測定濃度: 各測定法における試料の希釈調製濃度の推奨値は下表の通りです。

測定法	推奨濃度
電子顕微鏡	約 0.005 mg/mL(約 2000 倍希釈)
動的光散乱	測定装置に推奨される濃度を使用することが望ましいが、約 0.1-0.01 mg/mL (100-1000 倍希釈)
レーザー回折	測定装置に推奨される濃度を使用することが望ましいが、循環式では 1.0 mg/mL(10倍希釈)、回分セル式では約0.1-0.01 mg/mL(約 100-1000 倍希釈)

##### ③希釈手順:

1. ピペッター等で配布試料を採水し、調製用の容器(例えば PP ボトル)へ分注する。  
※ 試料の調製環境は清浄な環境が望ましい。また、測定セルを洗浄するための溶媒、ならびに調製器具は微粒子、特に分散試料中の粒子よりも大きな微粒子を含まない清浄なものが望ましい。  
※使用器具においては通常の容器や分注器を使用してよい。ただし、分散試料の物理化学的状態(例えば pH)を変化させる容器や器具を使用しない事が望ましい。

2. 調製用の容器へ希釈水を加える。  
※ 希釈水:超純水(俗称:ミリ Q)もしくは  $0.2 \mu\text{m}$  以下のフィルターにより濾過された純水を使用することが望ましい。  
※ここで“超純水(俗称:ミリ Q)”は、“イオン交換フィルターや  $0.2 \mu\text{m}$  以下のフィルターで精製された、電気抵抗率  $17 \text{M}\Omega \cdot \text{cm}$  以上で有機炭素濃度が  $5 \text{ppb}$  以下の微粒子を含まない清浄な水”と定義する。
3. 容器を上下にゆっくり転倒混和し均一化する。

- ③報告値の数: 光散乱的手法では、測定回数を3回(調製ごとに1回とする)。  
電子顕微鏡的手法では代表的な画像を3枚撮る。1枚について200個以上の計測を推奨
- ④留意事項: (ア)電子顕微鏡では10万倍以上の倍率が推奨(計測の不確かさを減らすため)。  
(イ)レーザー回折では、試料(PSL)の屈折率を1.59に設定して、解析してください。  
(ウ)配布試料は非常に安定に分散している試料で、仮に各自で再分散を試みる場合でも、手混和(たとえば転倒混和等)にて十分に分散する試料である。超音波処理では粒子が破碎または変質する可能性があるため、実施は厳禁。

#### (7)報告値の表現

平均粒径をnm(ナノメートル)で報告する。有効数字を考慮したうえで報告値を提出する。

#### (8)報告方法

- ①報告シート: 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、ファイル名を「機関番号報告者氏名\_ナノ粒子2」として、電子メールにて下記提出先に報告する。
- ②画像: SEM、又はTEMで測定した場合は、典型的な画像を1つ電子メールにて下記提出先に提出する。ファイルは、tif形式とする。画像中のスケールを後で付け加えず、画像作成時に生成してください。

#### (9)報告値の取扱い

- ①z-スコア: 参加者数が十分で統計的に妥当ならば、測定法ごとにz-スコアを算出し、その結果をもとに参加者に認定証、又は参加証を発行致します。
- ②公表: 結果を分析分科会年会で発表します。また、結果の良しあしによって、論文等に取りまとめ一般に公開することもあります。一般への公開に当たっては、必要に応じて参加者の同意を得ます。

#### 【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 大畑昌輝、鈴木 芳  
〒305-8563 つくば市梅園1-1-1 中央第3  
TEL:029-861-4975 FAX:029-861-4099 E-mail: bb\_kai-ml@aist.go.jp

#### 【本件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  
又は、  
(独)産業技術総合研究所 計測標準研究部門 ナノ材料計測科 粒子計測研究室 加藤 晴久  
TEL:029-861-4895 E-mail: h-kato@aist.go.jp