

第 62 回分析技術共同研究分析実施案内

分析試料、分析項目

I	無機分析	チタン合金粉末
II	材料評価	ナノ粒子の粒径 8

実施日程

分析技術共同研究参加申込み期限	5月24日(金)
分析試料発送	6月中旬～6月下旬
分析結果報告書締切	8月16日(金)

※報告書を提出できない場合、参加を辞退する場合は必ず締切までに事務局に連絡してください。

報告書提出先

分析分科会事務局

(産業技術総合研究所 計量標準総合センター 計量標準調査室内)

〒305-8563 つくば市梅園1-1-1 中央第3

TEL:029-861-4975

E-mail : bb_kai-ml@aist.go.jp

担当者 稲垣真輔

I チタン合金粉末

担当:坂尾昇治(神奈川県立産業技術総合研究所)、城田はまな(神奈川県立産業技術総合研究所)

1. 分析項目

①炭素、②アルミニウム、③バナジウム、④鉄の合計4項目とする。

2. 試料

チタン合金、粉末状、約 40 g 1 瓶

150 μ m ふるいにかけたチタン合金粉末約 40 g がポリ瓶に充填されている。さらにそのポリ瓶はナイロン/ポリエチレンラミネート袋に減圧密封されている。

3. 分析方法

JIS H 1622(チタン合金-アルミニウム定量方法)、JIS H 1624(チタン合金-バナジウム定量方法)、JIS H 1614(チタン及びチタン合金中の鉄定量方法)、JIS H 1617(チタン及びチタン合金中の炭素定量方法)、他の分析方法を参考に実施する。

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、電子メールで必要事項とともに分析分科会事務局(bb_kai-ml@aist.go.jp)に報告する。

5. 試料に関する問合せ先

神奈川県立産業技術総合研究所

坂尾昇治、城田はまな

E-mail: ssakao@kanagawa-iri.jp, shirota@kanagawa-iri.jp

及び

分析分科会事務局(産総研)

稲垣真輔

E-mail: bb_kai-ml@aist.go.jp

II ナノ粒子の粒径8

担当:加藤 晴久、中村 文子、衣笠 晋一 (産総研)

1. 目的

本共同研究では、例年通り、ナノ粒径計測の現状の課題と規制に係る世界動向に対して情報共有するとともに、各種計測法の相関や各種計測法の計測適用範囲の理解向上、実用的なナノ材料計測に現存する課題を共通認識化ならびに解決するための検討を行う予定である。2012年度から2016年度では、標準試料を使用した共同分析を実施し、公設試関係者の各種計測法の原理や測定限界等の基本的な技術ならびに知見共有を実施してきた。一方、2017年度より実材料計測特有の問題点の抽出とその解決を検討するフェーズに移行しており、昨年度は実試料における評価前試料前処理法の重要性に着目した実用的評価技術の検討を実施している。そこで本年度は、昨年度に引き続き、実材料の測定技術に関する評価基盤構築に向けた共同分析を実施する。本年度は、特に昨年度の共同分析でナノ粒子の評価において重要な要素として明らかになった試料評価前処理を中心に検討する。具体的には昨年引き続き、ナノ顔料の中で流通量がTop 4にカウントされる炭酸カルシウムを検討試料とし、一次粒子径の違いによる材料分散性の違いと最適な分散剤の探索を実施する。すなわち、一次粒子径の異なる2種類の炭酸カルシウム原末と、昨年度の共同分析により優れた分散剤であると結論付けられた分散剤と国産炭酸カルシウムメーカーが一般的に使用する分散剤の2種類の分散剤を配布し、ナノ炭酸カルシウム分析において整合性の高い試料前処理法の確立を目指す。

2. 背景

ナノマテリアルの安全性とその適正管理は世界における重要トピックとなっており、欧米ではナノ材料登録制度施行(2013-)のみならず、REACH・TSCA等の規制も順次開始している。一方で、ナノ粒子の粒径分析法には複数の計測法があるが、測定法の違いにより測定値が異なる等の各種課題が未だ解決されていない。今もEUではACE NANO PJにおいて、ナノ粒子の計測法に係る研究開発を推進しており、ISOでは関連する規格の開発が進行中の段階である。実際、ナノ材料計測は材質によっても、その取り扱いが異なるケースが散見され、計測法のみならず試料調製まで考慮した粒径の評価法を確立することが重要である。

本共同測定では、非球形且つ、ナノ材料流通量として上位4材料として挙げられるナノ炭酸カルシウムを対象とする。国産石灰石からの精製により生産される炭酸カルシウムは世界に流通する国産ナノ材料の中でも重要な素材・材料である一方、食品や塗料等の様々な領域で利用されており、本共同測定における実材料共通試料として今年度も選定した。

3. 分析項目

ナノ粒子の平均粒子径及び粒子径分布 (炭酸カルシウム)

4. 試料

粒 子 : 炭酸カルシウム粒子

試料種類 : 測定対象粒子は一次粒子径が100 nm以下の粒子をベースとして構成しており、一次粒子径が異なる2種類とする。

性 状 : 粒子は粉末形態として配付。

分散剤 : 分散剤を2種類配付。

個 数 : 粉末試料2種類と分散剤2種類の合計4種類(各試料について1瓶)。

保存方法 : 粉体試料は乾燥した所、分散剤は常温で保存(凍結厳禁!)。

5. 計測手法・その他

対象となる測定技術は材料の粒子径を計測するための技術である、レーザー回折光散乱や動的光散乱などの光散乱的手法、CLS(遠心沈降法)などの分級法、ならびに TEM(透過型電子顕微鏡)や

SEM(走査型電子顕微鏡)などの電子顕微鏡的手法を対象としている。また他の測定方法(たとえば原子間力顕微鏡、小角 X 線散乱等)等も可とする。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する。

6. 報告値と報告方法

平均粒径と粒径分布を 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。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、電子メールで必要事項とともに下記提出先に報告する。SEM、又は TEM 等の顕微鏡的手法で測定した場合は、電子メール等にて下記提出先に提出する。ファイルは、tif 形式とする。

7. 試料に関する問合せ先

国立研究開発法人産業技術総合研究所
計量標準総合センター 物質計測標準研究部門 計量標準基盤研究グループ
加藤 晴久
E-mail: h-kato@aist.go.jp