

## II ナノ粒子の粒径9

担当:中村 文子、衣笠 晋一、加藤 晴久 (産総研)

### 【共同分析の概要】

#### (1)目的

本共同研究では、ナノ粒子の粒径計測の現状の課題と規制に係る世界動向の情報共有を実施するとともに、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、実用的な粒子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、実試料における評価前試料前処理法等の実試料の取り扱いや解析に着目した実用的評価技術の検討を実施しているところである。本年度は、現行フェーズである実材料を対象とした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。具体的にはナノ顔料の中で流通量がTop 4にカウントされるカーボンブラックを検討試料とし、試料の調製に係る最適な分散剤の探索や分散法を含めた試料前処理を考慮した特性評価を実施する。

#### (2)背景

ナノ材料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存在していることは既知であるにもかかわらず、その使い分けなどの基本的な検証は材料の多岐性も原因となり、解決していない。ECHAではREACH登録文書の改定を2020年10月に実施するなど、特に欧州を中心としナノ粒子の計測法に係る研究開発は順次進捗しており、さらにCENやISO等の関連する規格も開発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。そこで本共同測定では、ナノ材料流通量として上位4材料として挙げられるカーボンブラックを対象とした検討を実施する。カーボンブラック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、タイヤや塗料等の様々な領域で広く利用されていることから、本共同測定における実材料共通試料として選定した。

#### (3)分析項目

平均粒子径及び粒子径分布 (カーボンブラック)

#### (4)試料

材 質 : カーボンブラック

試料種類 : 本共同測定における測定対象試料は、粉末試料ならびに分散液の2瓶を配付する。

個 数 : 参加者一人あたり2瓶(各試料について1瓶)

保存方法 : 室温(20℃前後)で保存(分散液の冷蔵・凍結厳禁:冷蔵保存は分散液の安定性に大きく影響を及ぼす。また凍結は粒子の凝集を誘起する。)

(備考:試料が足りない場合は、下記問い合わせ先【加藤】までご連絡ください。)

#### (5)試料の調製および取り扱いに関して

##### 試料A(分散液)

測定装置にて推奨される濃度に、配付された分散液原液を適宜希釈してご使用ください。

希釈手順は下記をご参考ください。

1. 配布試料ボトルを測定使用前にシェイク等により均質化する。その後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:超純水もしくは0.2 μm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”は、“イオン交換フィルターや0.2 μm以下のフィルターで精製された、電気抵抗率17 MΩ・cm以上で有機炭素濃度が5 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。

### 試料B(粉末試料)

粉末試料は、適切な分散剤との配合を各位でご検討ください。

分散液の調製は、液が均質且つ最小粒径になるまで分散処理を行ってください。

分散の完了については、DLS等で粒径が変化しなくなる事で判断することを推奨します。

### (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(たとえば遠心沈降法、原子間力顕微鏡、小角 X 線散乱等)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500個以上の計測を推奨します。

③留意事項: (ア)電子顕微鏡では粒子径に応じた適切な倍率の選択が推奨(計測の不確かさを減らすため)。倍率によって、1ピクセルがどの程度のサイズに一致するか等で判断ができる。  
(イ)レーザー回折では、試料(カーボンブラック)の粒子屈折率は約 2.0(実数項)です。ただし、波長により数値は異なり、虚数項についても加味したうえで解析すること(各装置付属のマニュアルをご参照ください。)

### (7)報告値の表現

平均粒径と累積粒径分布をnm(ナノメートル)で、有効数字を考慮したうえで報告ください。

※顕微鏡法は個数基準での記載を推奨します。

: 今回の試料は非球形粒子のため、2軸平均径(JIS H 7804をご参照のこと)の記載を必須とし、それ以外の粒子径(円相当径等)の追加記載は自由とします。

※レーザー回折法、遠心沈降法、小角X線散乱法は体積基準での記載を推奨します。

: 報告値は球相当径を必須とします。

※動的光散乱法は光強度基準での記載を推奨します。

: 報告値は球相当径を必須とします。

### (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9」として、電子メールにて分析分科会事務局(bb\_kai-ml@aist.go.jp)にご報告ください。必要に応じてシートは適宜追加ください。

- ②画像： SEM、又はTEMで測定した場合は、電子メールにて分析分科会事務局(bb\_kai-ml@aist.go.jp)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、画像作成時に生成ください。
- ③フローシート： 粉末試料の分散方法等を記述してください。(自由形式、WORDファイル)

(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、試料または測定法ごとに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、結果の良し悪しによって、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。

【本件に関する問い合わせ】

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 加藤 晴久  
TEL:029-861-4895 E-mail: h-kato@aist.go.jp