

第 64 回分析技術共同研究実施案内

分析試料、分析項目

I	無機分析	リチウム電池正極材料
II	材料評価	ナノ粒子の粒径 9

実施日程

分析技術共同研究参加申込み期限	6月4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23日(月)

※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: 029-861-4118
E-mail: bb_kai-ml@aist.go.jp
担当者 飯田健次郎・中島清行

リチウム電池正極材料

担当：塚原秀和、中島陽一（大阪産業技術研究所）

1. 分析項目

①リチウム、②ニッケル、③コバルト、④アルミニウムの合計4項目とする。

2. 試料

リチウム電池正極材料、粉末状、約40g 1瓶

開き目150 μ mふるいにかけたリチウム電池正極材料約40g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

JISM8126（鉱石中のニッケル定量方法）、JISM8129（鉱石中のコバルト定量方法）、JISM8239（マンガン鉱石-アルミニウム定量方法）、JISZ3901（銀ろう分析方法）、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、E-mail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

大阪産業技術研究所

塚原秀和、中島陽一

E-mail: tukahara@tri-osaka.jp、nakashima@tri-osaka.jp,

及び

分析分科会事務局（産総研）

飯田健次郎

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

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）

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、公設試験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体試料とし、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出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も顕著に進歩しており、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、ナノ材料計測材料質によっても、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

粒子：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。)

5. 計測手法・その他

対象となる測定技術は林材の粒子径を計測するための技術である、レーザー回折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
加藤 晴久

E-mail: h-kato@aist.go.jp