Ⅱ　ナノ粒子の粒径 13

担当：加藤 晴久、中村 文子（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、実用試料における評価前試料の前処理法等や実用試料の取り扱い及び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。本年度も2021年度より取り組んでいる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対象とし、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（2021年度は球状カーボンブラック、2022年度はカーボンブラック協会の標準試料、2023年度ならびに2024年度は分散が容易な実材料（モデル材料）評価を実施)。一般に流通しているカーボンブラックをターゲットとし、カーボンブラックの特性に係る試料の調製や分散法を含めた試料前処理の影響を確認するとともに、その特性評価への影響を議論する。

(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は複数の計測法があるが、粒子定義の違いや測定法の違いにより評価すべき値が異なる等の課題が存在しているにもかかわらず、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。RECHAでは登録文書の改定を2020年10月に実施、2023年にEUがナノ材料の定義の改定を実施するなど、特に欧州を中心としナノ粒子の計測法に係る研究開発・方針転換が進捗しており、さらに関連するCENやISO等の関連する規格（ISO26824等）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。

本共同測定では、2021年度より取り扱っている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おり、過去4年間で実施したカーボンブラックとは異なり、実際に市場に流通しているカーボンブラックの中から、カーボンブラック評価に関する課題を抽出しうる特別試料を本共同測定のために作製し、有意義な議論を呈するに資する実材料共通試料として今年度も選定した。このため、過去4年間のカーボンブラック評価とは異なる課題・特性を有し、実用試料の評価の課題を検討しうる対象を準備していることを付記する。

(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、2種類の粉末試料(各1瓶) を配付予定。

個　　数：参加者一人あたり2瓶。

保存方法：室温（20 ℃前後）で保存。

（備考：試料が足りない場合は、下記問い合わせ先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

共通試料（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。

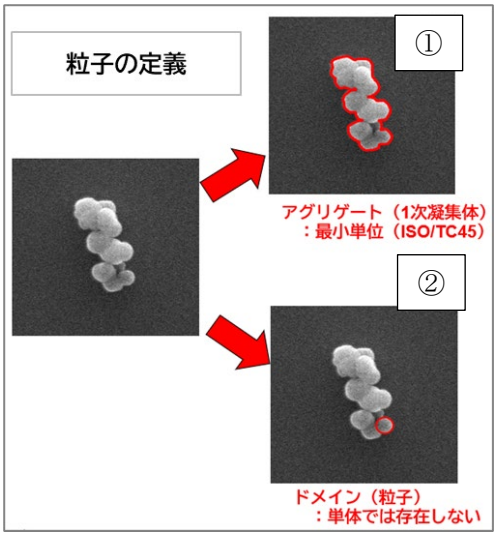
（イ）レーザー回折では、試料（カーボンブラック）の粒子屈折率は約 2.0（実数項）です。ただし、波長により数値は異なり、虚数項についても加味したうえで解析すること（各装置付属のマニュアルをご参照ください。）

(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お願いします。

：今回の試料は非球形且つ凝集体粒子のため、粒子の計測方法は次のページの２種類①アグリゲート（1次凝集体）径、ならびに、②ドメイン（粒子）径、の両方を記載ください。異なる定義の径を評価する際においての同等性評価を実施する予定です。なお粒子径の算出では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。次のページに①アグリゲート径、②ドメイン径の定義を示します。



①アグリゲート（1次凝集体）径：
最適に分散した最小単位（一次凝集体）における粒子径。ISO/TC45ではこれをアグリゲートと定義し、最小単位としています。具体的には左図の①を参照ください。前記の通り、２軸平均径として評価ください。

②ドメイン（粒子）径：
アグリゲートを構成する１次粒子をISO/TC45ではドメインと定義しています。左図の②に示されるように、観測された粒子境界より最小単位として認識できる粒子径がドメイン径となります。なお、アグリゲートは、反応過程でドメインが溶融結合ならびに炭化して生成されたものです。

※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：それぞれの計測装置毎に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13」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。また、提出には代表的な画像をお送りください。

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：050-3521-0298　　E-mail： h-kato@aist.go.jp