

第 68 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	金属 3D プリンタ用アルミニウム合金粉末
II	材料評価	ナノ粒子の粒径 13

実施日程

分析技術共同研究参加申込締切	6 月 6 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 27 日（水）

※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 中央事業所3群
担当者：宮本 綾乃・桐原 木綿子
TEL：080-2302-3818（宮本）／080-2214-8899（桐原）
E-mail：bb_kai-ml@aist.go.jp

I 金属 3D プリント用アルミニウム合金粉末

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マグネシウム、②鉄、③チタン、④けい素の合計 4 項目とする。

2. 試料

金属 3D プリント用アルミニウム合金粉末、粉末状、約 50 g 1 瓶

金属 3D プリント用アルミニウム合金粉末を容器にあけ（乾燥処理なし）、秤量しながらポリ瓶に約 50 g ずつ充填し、計 90 本を調製している。小分け順は瓶番号の順番とした。各ポリ瓶をラミジップに入れ、フードセーバーを使用して減圧密封されている。

3. 分析方法

JIS H 1306 アルミニウム及びアルミニウム合金の原子吸光分析方法、JIS H 1307 アルミニウム及びアルミニウム合金の誘導結合プラズマ発光分光分析方法、JIS H 1352 アルミニウム及びアルミニウム合金中のけい素定量方法、JIS H 1353 アルミニウム及びアルミニウム合金中の鉄定量方法、JIS H 1357 アルミニウム及びアルミニウム合金中のマグネシウム定量方法、JIS H 1359 アルミニウム及びアルミニウム合金中のチタン定量方法、他の分析方法を参考に実施する。なお、ラミジップを開封後は、試料はポリ瓶ごとシリカゲル入りデシケーター内に保管することを推奨する。分析のための試料前処理の際の乾燥は不要とする。

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@orist.jp、nakashima@orist.jp

及び

分析分科会事務局（産総研）

宮本 綾乃

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

II ナノ粒子の粒径 13

担当：中村 文子、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（予定）。

保存方法：室温（20℃前後）で保存。

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、レーザー回折散乱や動的光散乱。粒子追跡法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所定の提出先に報告する。SEM、又はTEM等の顕微鏡的手法で測定した場合は、電子メール等にて所定の提出先に提出する。ファイルは、tif形式とする。

7. 試料や分析に関する問合せ先

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