

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 標準物質分析成績書

標準物質

NMIJ RM 5713-a

No. +++

酸化チタンナノ粒子
(比表面積76 m²/g・小粒子径・イソブチル基表面処理)Titanium(IV) Oxide Nanoparticles
(specific surface area 76 m²/g, small particle size, surface modified with isobutyl groups)

本標準物質は、ISO 17034 および ISO/IEC 17025 の要求事項に適合したマネジメントシステムに基づいて生産されており、比表面積測定 (BET 多点法、77 K 窒素吸着) の精度管理に用いることができる。

【参考値】

本標準物質の参考値は以下の通りである。参考値の不確かさは、合成標準不確かさと包含係数 $k=2$ から決定された拡張不確かさであり、約 95 % の信頼の水準をもつと推定される区間の半分の幅を示す。

物質名	参考値 比表面積 (m ² /g)	拡張不確かさ 比表面積 (m ² /g)
酸化チタン ルチル型 イソブチル基表面処理 (疎水性)	75.7	2.6

【参考値の決定方法】

本標準物質の参考値は、77 K における窒素吸着測定に基づき、JIS Z 8830:2013 (ISO 9277:2010) に規定される BET 多点法により決定したものである。前処理として 120 °C で 20 分間の真空加熱を行った後、およそ 0.1 から 0.2 の相対圧範囲において 4 点以上の測定を行い、分子占有断面積を 0.162 nm² として計算を行った。参考値の妥当性を認証標準物質 BAM-P105 を用いて確認した。

【有効期間】

本標準物質が未開封で下記の【保存に関する注意事項】の条件で保存された場合、本分析成績書は出荷日から 1 年間有効である。

【物質に関する情報】

本標準物質は白色粉末であり、約 5 g がアルミニウムラミネート袋に封入されている。

【保存に関する注意事項】

本標準物質は弱い光触媒活性を有するため、直射日光を避けて 5 °C から 35 °C で保存すること。また、開封後は密栓し清浄な雰囲気のもとで保存する。

【使用に関する注意事項】

前処理条件は、120 °C、10 Pa 以下で 20 分間の真空加熱とする。均質性の観点から一回の測定に使用する試料量は 0.2 g 以上とする。

【取り扱いにおける注意事項】

本物質は、粒径がナノメートルオーダーの粉体である。取り扱いに際しては厚生労働省 基発0331013号「ナノマテリアルに対するばく露防止等のための予防的対応について」を参考すること。安全データシート (SDS) を参考にして取り扱うこと。

【製造等】

本標準物質は硫酸法により製造された酸化チタンナノ粒子である。製造および小分けはテイカ株式会社により行われた。イソブチル基による表面処理が施されており、トナー外添剤用途に調製された代表的製品である。

【参考情報】

本標準物質をISO/TS 16195:2013に定義されるrepresentative test material (“代表的試験物質”)としてナノ粒子を利用した試験 (例えば有害性試験) の試験法開発や妥当性確認に使用する際に必要となる、平均結晶子径に関する情報は以下の通りである。

平均結晶子径

平均結晶子径を粉末X線回折により評価した。平均結晶子径の計算は、シェラーの式による。

$$d = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta}$$

ただし、 d は平均結晶子径 [nm]、 K はシェラー定数 (0.94)、 λ はX線波長 (0.15406 nm)、 β はピーク幅の広がり [rad]、 θ はブラッグ角 [rad]である。NIST SRM640dけい素粉末を参照物質として使用し、ピーク半値全幅(FWHM)における本標準物質との差により β を計算した。

2011年に行った測定結果を下表に示す。均質性の目安として、小分けした200個の試料から小分け順で等間隔に10個を取り出して測定を行い、平均 \bar{d} と実験標準偏差 $s(d)$ を算出した。

ブラッグ角 (rad) 平均	平均結晶子径 (nm)	
	平均 \bar{d}	実験標準偏差 $s(d)$
0.2388	20.0	0.5

また安定性確認のため、一年後 (2012年) に小分け試料から1個を無作為に抽出し、その試料から2検体を採取し測定を行った。その結果、2検体の平均 \bar{d} は17.5 nmであり、 $\bar{d} \pm 2s(d)$ の範囲内であった。

【生産担当者】

本標準物質の生産に関する技術管理者は桜井博、生産責任者は水野耕平、値付け担当者は水野耕平、東康史である。

【情報の入手】

本標準物質に関して参考値の変更等、重要な改訂があった場合、下記ホームページから「標準物質ユーザー登録」を行った購入者に通知する。なお、本標準物質に関する技術情報は、下記連絡先より入手できる。

【分析成績書の複製について】

本分析成績書を複製する場合は、複製であることが明瞭にわかるようにしなければならない。

2020年4月1日

国立研究開発法人 産業技術総合研究所
理事長 石村 和彦

本標準物質に関する質問等は以下にお問い合わせをお願いします。

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
計量標準普及センター 標準物質認証管理室
〒305-8563 茨城県つくば市梅園 1-1-1

電話：029-861-4059、ファックス：029-861-4009、ホームページ：<https://unit.aist.go.jp/qualmanmet/refmate/>

改訂履歴

2015.04.01 組織名称等の変更に伴い、関連する記載内容を変更した。

2018.03.14 参考値と拡張不確かさを修正した。【有効期限】を【有効期間】とし、認証書の有効期間を出荷日から1年間とした。