



X線回折を用いたマイカ中の結晶性シリカの定量【実地研修】

脇田 恭子¹, 杉山 信之²

1 脇田 矧業株式会社, 2 あいち産業科学技術総合センター

キーワード：マイカ，結晶性シリカ，定量分析

1. 背景と研究目的

白雲母（マスコバイトマイカ／含水珪酸アルミニウムカリウム、以下マイカ）は花崗岩を母岩とした石英・長石と共に存在する。従って、板状で積層するマイカの層間に石英（結晶性シリカ）が存在する。結晶性シリカは安全衛生法により SDS 上に表示義務がある為、含有量の測定が不可欠である。ところが、一般的な X 線回折で測定を行ったところ、マイカと結晶性シリカのピークが重なる為、分析が困難であった。そこで、シンクロトロン光を用いた粉末 X 線回折（XRD）測定をあいちシンクロトロン光センターで行うこととした。

2. 実験内容

マイカ粉末（脇田矧業株製品）に、0.1wt%、0.2wt%の結晶性シリカを添加して、マイカ単品とともに測定試料とした。試料はφ0.5mmのガラスキャピラリ（ホウケイ酸ガラス製）に充填し、ビームライン BL5S2 で回折測定を行った。入射 X 線は 12.4keV で、検出器は 2 次元半導体 PILATUS 100K（4 連装）を用い、積算時間は 6 分間とした。

3. 結果および考察

マイカと結晶性シリカでピークが分離しているところを探したところ、Fig.1 のように約 31.9deg に結晶性シリカの添加量に応じてピーク強度が変化するピークを見出すことができた。このピークのピーク強度から、標準添加法でマイカ中に含まれる結晶性シリカ量を算出したところ、0.055wt%となった。ただし、この結果は 31.9deg 付近にマイカ由来のピークがないことを前提としており、マイカ由来のピークがこの位置にある場合は、結晶性シリカの含有量はさらに低くなる。

今回の測定で、シンクロトロン光を用いた粉末 X 線回折は有効であると判断した。今後の測定に当たっては、試料の準備段階で添加する結晶性シリカの粒度（細かくする）を調整する事が必要と考える。又、マイカが板状の性質を持つため、配向の影響の評価をする必要があると考えた。さらに、ノイズを減らすために積算時間を長くすることや、キャピラリ径を大きくするなどの工夫も重要であり、精度の向上のために結晶性シリカの添加量を変化させたり、N 数を増加させることが有効であると考える。

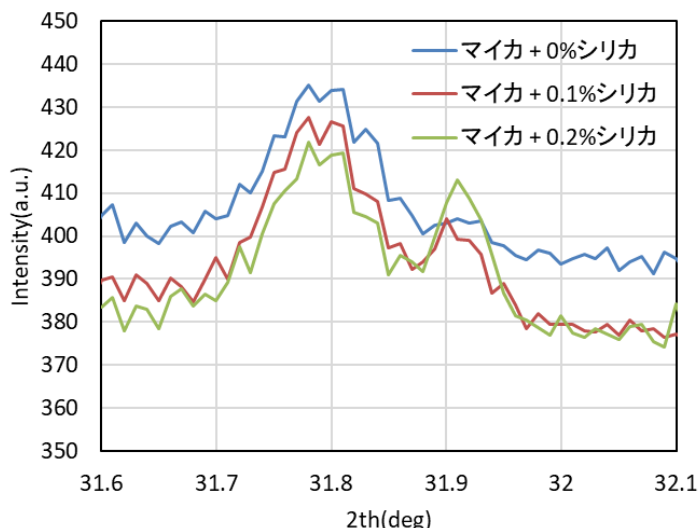


Fig.1 得られた回折プロファイル