



# 鋳物砂における微量結晶性シリカの定量評価

武藤 大夢

伊藤忠セラテック株式会社

キーワード：XRD, 結晶性シリカ, 化学物質管理, SDS

## 1. 背景と研究目的

近年の化学物質の自律的な管理に関する労働安全衛生法関連の改定に伴い、鋳物業界においても各結晶性シリカの含有量についての問い合わせが増えてきている。結晶性シリカは GHS 発がん性区分 1A に該当するため、濃度限界である 0.1%以上含有するかどうかに着目されるが、第三者機関における検査保証値下限は 0.5%である場合も多い。また非晶質シリカやケイ酸塩鉱物であるムライトは発がん性区分対象外であるためシリカの鉱物相毎に定量する必要がある、一般の X 線回折(XRD)装置では測定精度上の不安がある。そこで、当社で製造している鋳物砂のセラビーズについてシンクロトロン光での測定を実施し、改めて結晶性シリカが 0.1%未満であることを確認することとした。

## 2. 実験内容

結晶性シリカの標準試料として、日本繊維状物質研究協会の Qtz.11(Quartz)、Cri.21(Cristobalite-Low)、Tri.31(Tridymite)をそれぞれ用いた。ベース試料として、焼結鋳物砂のセラビーズ(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:61%、SiO<sub>2</sub>:36%、Mullite)と焼結アルミナ(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:99.7%、Corundum)を 45μm 以下に粉砕した物を用いた。ベース試料に、各結晶性シリカを一定量ずつ混合したものを測定し、検量線の作成と定量評価を行った。XRD の測定条件は次のとおりである。測定波長:1.355Å, 2次元検出器, 2θ 法, 10-80deg, 0.01step, 10deg/min

また微量結晶性シリカの分散、配向のバラツキを考慮し、位置を変えて各 3 回測定を実施、検量線はピークの重なりを避けた上で各鉱物相のピーク 3 か所 (Tridymite のみ 2 か所)を用いて算出した。

## 3. 結果および考察

Fig.1 にセラビーズと各結晶性シリカの混合試料より得られた XRD パターンを示す。一例として Fig.1 右上は Quartz(101)面ピーク付近を拡大しているが、当社所有の XRD 装置(BRUKER, D2 PHASER)では 23.07° の Mullite(210)面ピーク裾に紛れてしまう Quartz 添加量 0.1%,0.2%のピークもはっきりと確認された。

これらの測定結果を元に作成した検量線を Fig.2 に示す。いずれの結晶性シリカにおいても決定係数 R<sup>2</sup>≧0.98 であり十分実用範囲だと考える。

最後に、目的としていたセラビーズ中の結晶性シリカ含有量であるが、今回測定したいずれの試料(全 6 Lot.)においても結晶性シリカのピーク自体が確認されず、0.1%以下であることが示された。

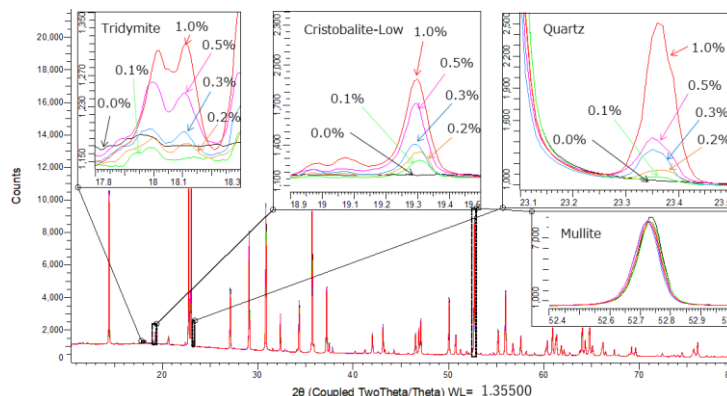


Fig.1 XRD パターン(セラビーズ, 結晶性シリカ添加)

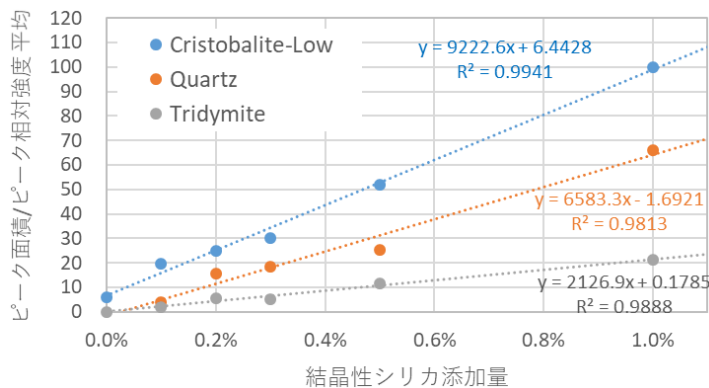


Fig.2 各結晶性シリカの検量線