

題目	当社マイカ製品へのシリカ含有量の調査 3 (製造方法比較) [あいち SR 粉末 X 線回折]				
分類	安全性	作成者	山口 仁司	作成年月日	2023 年 10 月 19 日

(要旨)

あいち SR ビームライン BL5S2 で粉末 X 線回折測定によって、製造方法の違いによるシリカ含有量の差を確認できた。

引き続き測定の精度や再現性を確認していき、マイカ中の結晶性シリカ含有量測定確立を目指す。

(実施事項)

先回報告では、あいち SR にて、シンクロトロン光を利用した粉末 X 線回折測定 XRD 法を用いて、マイカ中の結晶性シリカの含有量を測定した。AB-25S が非常に少ないシリカ含有であることが見えたため、製法違いによる傾向を見た。

- 測定は、あいち SR ビームライン BL5S2 で粉末 X 線回折測定を行い、測定条件として、入射 X 線 12.4keV にて行い、測定時間は 30 分、分析に用いるデータは、すべて Cu 線源のエネルギーでの角度に変換した。
- 標準試料は、Blank (結晶質シリカ 0%) として、マイカシート (ピュアなマイカ結晶をシート状に加工した製品) を粉砕して用意した。この Blank に、結晶質シリカ粉末を任意の量を配合して、標準試料を作成した。

(結果)

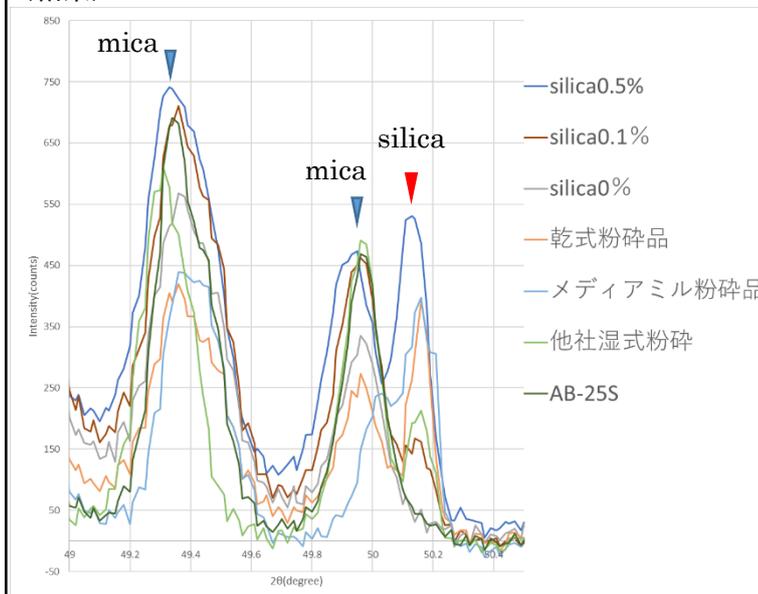


図1 粉末 X 線回折測定結果

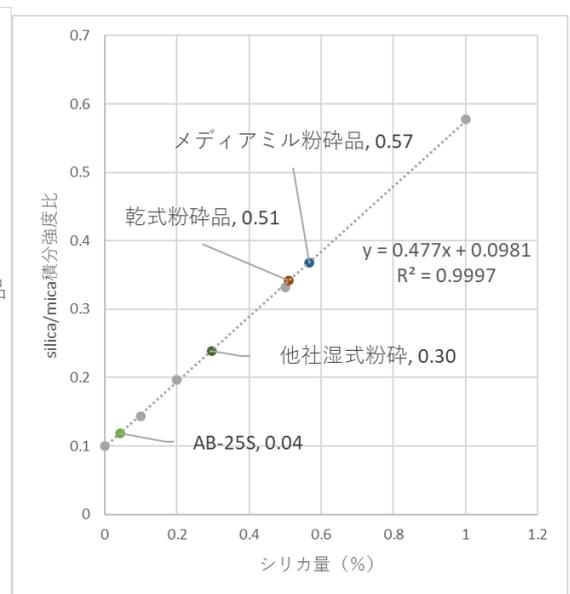


図2 マイカ/シリカの積分強度比とシリカ含有量の相関

測定した結果、シリカの添加量に対して、50.1 付近にシリカのピークを確認した (図 1)。また製造方法による差異が見られた。ヤマグチマイカ式湿式粉碎品である AB-25S では、ほとんどピークは確認できないが、乾式粉碎品やメディアミル粉碎品では、明確にシリカのピークを確認できた。

次に、マイカと結晶性シリカの積分強度を算出し、結晶性シリカの濃度との相関を求めた。非常に高い相関関係が得られた (図 2)。こちらをもとに含有量を算出すると、AB-25S は非常に低く、0.04% と算出された一方で、乾式粉碎品やメディアミル粉碎品では、約 0.5% となった。これは製造方法の違いによってシリカ含有にも差が出ていることが推測される。

ただし測定精度面での課題も出てきた。シンクロトロン光を利用した粉末 X 線回折測定では 10 μm 以下の粒子であることが推奨される。しかし今回測定したマイカは約 20~30 μm であったため、2 次元検出器の回折パターンにはスポットが確認された。今回の測定結果からシリカ含有の傾向は見えている一方で、厳密な精度としては、不十分な可能性があることがわかった。

(まとめ)

あいち SR ビームライン BL5S2 で粉末 X 線回折測定によって、マイカに含有する結晶性シリカについて、添加量に応じた測定結果得られた。そちらをもとにマイカ製品の生産方法の違いによってシリカ含有量にも差異がある可能性が示唆された。当社湿式粉碎法に有意差があると考えている。

引き続き測定の精度や再現性を確認していき、マイカ中の結晶性シリカ含有量測定確立を目指す。