

X 線回折による結晶性シリカの評価

1. はじめに

近年、粉体材料や工業製品に含まれるシリカ(二酸化ケイ素: SiO_2)の評価は、労働安全の観点から重要性を増しています。特に結晶性シリカは健康への影響が指摘されており、2023 年 4 月 1 日より労働安全衛生規則の規定に基づき「がん原性物質」に指定されました¹⁾。これにより、製品中に「0.1 wt%以上の結晶性シリカ」を含む場合は規制対象となり、定量的な評価が求められています。一方、ガラスのような非晶質シリカは規制対象外であるため、単なる含有の有無ではなく「結晶性」か否かの判別が重要となります。この判別と定量に有効な手法が X 線回折(XRD)測定です。

2. X 線回折(XRD)測定について

XRD 測定は、結晶構造に由来する特有の回折ピークを検出する分析手法です。図 1 に XRD 測定によるガラスと石英(Quartz, SiO_2)の測定例を示します。結晶性シリカの 1 つである石英は、特定角度に明瞭なピークを示し、他成分と区別して検出・定量が可能です。一方、非晶質シリカであるガラスは明確なピークを持たないことから、この違いにより両者を判別できます。

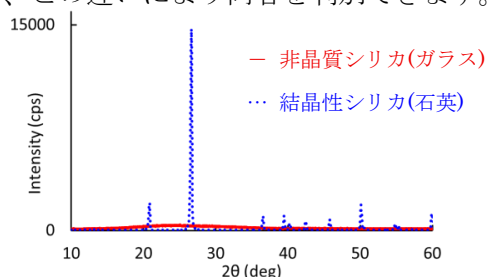


図 1 XRD による結晶性シリカの識別

3. 結晶性シリカの評価事例

結晶性シリカの評価方法の一例として、タルク(Talc, $\text{Mg}_3\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$)を母材とし、石英粉末を指定濃度(1.0, 0.5, 0.2, 0.1wt%)になるよう添加したモデル試料の測定事例を紹介します。

タルクのような結晶性材料で、その化学組成自体にケイ素(Si)を含む材料では、ICP 発光分析法などの元素分析で「ケイ素の含有量」を評価することは可能ですが、「結晶性シリカとして存在しているかどうか」を判別することは困難で

す。これに対し、XRD 測定では、結晶構造の違いに由来するピーク位置の差を利用することで、結晶性シリカの有無やその含有量を判断することが可能となります。

図 2 に示すように XRD 測定では、タルクと石英は異なる位置にピークを示します。各主要ピークの積分強度比と石英添加濃度の関係から検量線を作成することで、他のタルク製品中の結晶性シリカ量を評価できます(図 3)。

一般に、検量線の精度は一致度を示す決定係数(R^2 値)に依存します。特に今回のような非常に低濃度の試料の場合、スペクトルの S/N 比が R^2 値に大きく影響します。そのため、図 2 よりも高精度な定量評価を行うには、あいちシンクロトロン光センターを始めとする放射光利用施設の高輝度・高分解能な装置での測定が有効です。

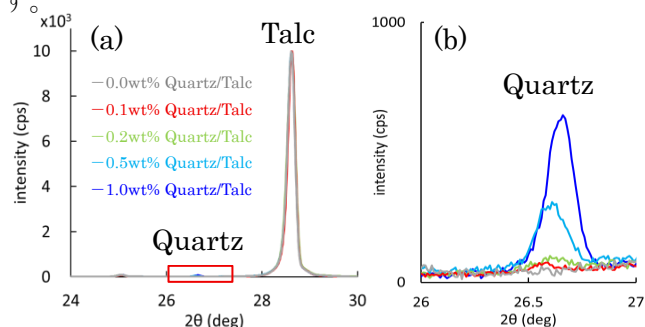


図 2 Quartz 濃度毎の Talc の XRD 測定結果
(a)全体図、(b) Quartz ピークの拡大図

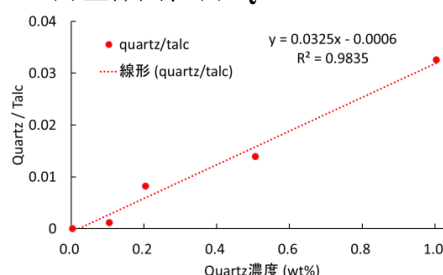


図 3 Talc 中の Quartz の検量線

4. おわりに

産業技術センターでは、XRD 測定をはじめとした様々な分析を実施しております。ぜひご活用ください。

参考文献

- 1) 厚生労働省告示第 371 号(2022 年 12 月 26 日)