

JASFM 分析用標準試料の解説

一般社団法人 日本繊維状物質研究協会

まえがき

厚生労働省では、事前調査の不備により適切なアスベストばく露防止対策が講じられなかった事例、東日本大震災の震災被災地でのアスベストの気中モニタリングで把握された隔離空間からの漏えい事例など様々な実例を受けて、建築物又は工作物の解体、破砕等の作業を行うときは、作業者のアスベストばく露を防止するために様々な措置を定めている石綿障害予防規則第3条第2項に基づき、当該建築物等について事前にアスベスト等の使用の有無を調査しなければならない。

その事前調査においてアスベストの有無を適切に判断するために、アスベスト含有の有無が明らかにならなかった場合に実施する分析方法として厚生労働省は「石綿則に基づく事前調査のアスベスト分析マニュアル」を公表している。また、結晶質シリカは「作業環境測定ガイドブック1」に分析手法が記載されており、環境省の環境大気中のアスベスト濃度を測定する上の技術指針として「アスベストモニタリングマニュアル」が公表されており、これらに記載されている分析手法に基づき、当該建材中のアスベスト含有の有無及び結晶質シリカに係る分析と環境大気中のアスベスト濃度測定に係る計数分析を実施することになっている。

そうした分析結果の精度を確保するための分析技術の向上は重要なことである。さらに、当該建材中のアスベスト及び結晶質シリカの定量と環境大気中のアスベスト濃度測定に係る計数分析に必要な分析用標準試料も重要である。

アスベスト分析マニュアル等では、標準試料を基に分析を行うことになっており、従来、アスベストの標準試料は、(公社)日本作業環境測定協会(JAWE)で販売されている標準試料を基に検討されていたが、保有在庫が無くなり販売中止となっている。

その後の法令改正に伴い、新たな標準試料の製造等が可能になり、厚生労働省からの要請により、(一社)日本繊維状物質研究協会(JASFM)が、JAWE標準試料と同じ産地で、かつサイズも同程度のものをX線回折分析用のJASFM標準試料として製造・販売等を行うことになり、当該標準試料を使用することにより、JAWE標準試料の回折X線強度と同様な取り扱いが可能となった。

今回、(一社)日本繊維状物質研究協会(JASFM)では、アスベストの分析を通して分析精度を向上させ、よりの確な環境管理のために、アスベストの定性・定量分析及び結晶質シリカの定性・定量分析に必要な標準試料として、X線回折分析用アスベスト標準試料(クリソタイル、アモサイト、クロシドライト)及び光学顕微鏡法分析用アスベスト標準試料(ケベック産クリソタイル、ジンバブエ産クリソタイル、キャッシャー産クリソタイル、トランスバール産アモサイト、ケープ産クロシドライト)の様に分析の目的別に作製し、頒布することとなった。

また、建材及び粉じん中の結晶質シリカの定性・定量用標準試料(石英、クリストバライト、トリジマイト、微斜長石)も作製し、頒布することとなった。

本書は、これらのJASFM標準試料のキャラクリゼーションの詳細な解説を行い、実際にアスベストや結晶質シリカの分析に携わる作業環境測定士等の分析技術者に利便を供すると共に、定量分析結果の精度向上に資することを目的として編集されたものである。

繊維状物質及び粉じんの分析精度確保のための検討委員会
委員長 名古屋 俊士

<<繊維状物質及び粉じんの分析精度確保のための検討委員会>>

委員長 名古屋 俊士 (早稲田大学名誉教授)
副委員長 神山 宣彦 (前東洋大学教授)
委員 山崎 淳司 (早稲田大学理工学術院教授)
同 富田 雅行 (ニチアス(株))
同 小西 淑人 ((株)エフアンドエーテクノロジー研究所)
同 田吹 光司郎 ((一財)西日本産業衛生会)
同 田村 三樹夫 ((一財)上越環境科学センター)
同 庄司 覚 (秋田環境測定センター(株))
同 岡田 孝之 (中央労働災害防止協会)
同 寺田 和申 ((一社)産業環境管理協会)

オブザーバー 厚生労働省 安全衛生部化学物質対策課
同 環境省 水・大気環境局大気環境課

<繊維状物質及び粉じんの分析精度確保のための検討委員会ワーキング部会>

部会長 小西 淑人 ((株)エフアンドエーテクノロジー研究所)
部会員 山田 勝 (秋田環境測定センター(株))
同 中元 章博 (日本環境分析センター(株))
同 舟田 南海 ((株)分析センター)
同 本間 直人 ((株)テトラス)
同 河野 光雄 ((一財)西日本産業衛生会)
同 加藤 正博 ((一財)上越環境科学センター)
同 小西 雅史 ((株)エフアンドエーテクノロジー研究所)
同 枝 彩花 ((株)日新環境調査センター)
同 山本 弘子 (ニチアス(株))
同 吉本 雅哉 (日本水処理工業(株))
協力者 高島 良子、西岡 秀夫 (日本電子株式会社)

目 次

I. アスベスト分析用標準試料のキャラクタリゼーション	1
1. X線回折分析用標準試料	2
(1) クリソタイル (JASFM Chr.11、カリフォルニア産)	2
(2) アモサイト (JASFM Amo.11、トランスバール産)	7
(3) クロシドライト (JASFM Cro.11、ケープ産)	12
2. 光学顕微鏡分析用標準試料	17
(1) クリソタイル (JASFM Chr.21①、ケベック産)	17
(2) クリソタイル (JASFM Chr.21②、ジンバブエ産)	21
(3) クリソタイル (JASFM Chr.21③、キャッシャー産)	25
(4) アモサイト (JASFM Amo.21、トランスバール産)	28
(5) クロシドライト (JASFM Cro.21、ケープ産)	28
II. 結晶質シリカ分析用標準試料のキャラクタリゼーション	29
1. 石英標準試料 (JASFM Qtz 11)	29
2. クリストバライト標準試料 (JASFM Qri 21)	32
3. トリジマイト標準試料 (JASFM Tri 31)	35
4. 微斜長石標準試料 (JASFM Mic 41)	38

I. アスベスト分析用標準試料のキャラクタリゼーション

石綿（アスベスト）は単一の鉱物ではなく、表1に示す6種類の繊維状ケイ酸塩鉱物の総称である。

表1 石綿（アスベスト）の種類

		石綿名	鉱物名
石綿 (アスベスト)	蛇紋石族石綿	クリソタイル (温石綿、白石綿)	クリソタイル
		アモサイト (茶石綿、褐石綿)	グリユネライト (グリユネ閃石)
	クロシドライト (青石綿)	リーベッカイト (リーベック閃石)	
	角閃石族石綿	アンソフィライト石綿 (直閃石石綿)	アンソフィライト (直閃石)
		トレモライト石綿 (透閃石石綿)	トレモライト (透閃石)
		アクチノライト石綿 (緑閃石石綿)	アクチノライト (緑閃石、陽起石)

建材等に使用された石綿の定性・定量分析時に標準試料は不可欠である。有機溶剤などの化学薬品は種々の純度の溶液が市販されており、それらを用いて定性・定量分析が行われている。しかし、石綿は同一鉱物名でも産地や採掘後の粉碎処理や選別などにより物性や繊維サイズ（大きさ）、結晶度、純度などが異なるので、石綿の定量に於いては基準となる標準試料が必要である。

従来、日本作業環境測定協会（JAWE）から販売されていた標準石綿試料が枯渇したため、厚生労働省の要請により、（一社）日本繊維状物質研究協会（JASFM）がX線回折分析用と光学顕微鏡分析用の標準試料として、クリソタイル、アモサイト、クロシドライトを新たに準備し販売することになった。

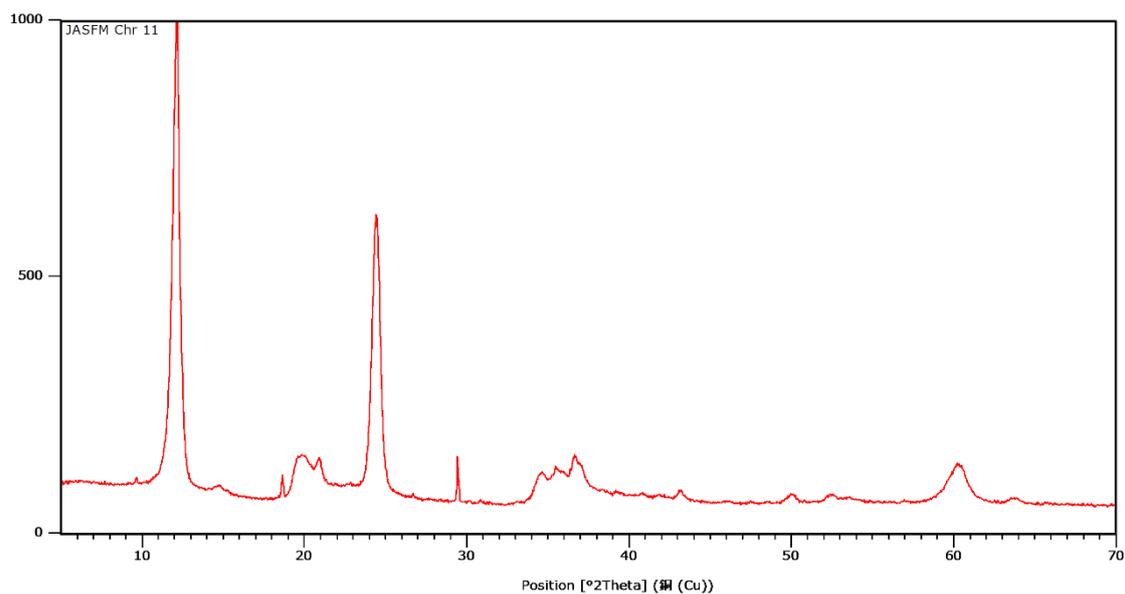
1. X線回折分析用標準試料

(1) クリソタイル (JASFM Chr.11、カリフォルニア産)

① X線回折パターン

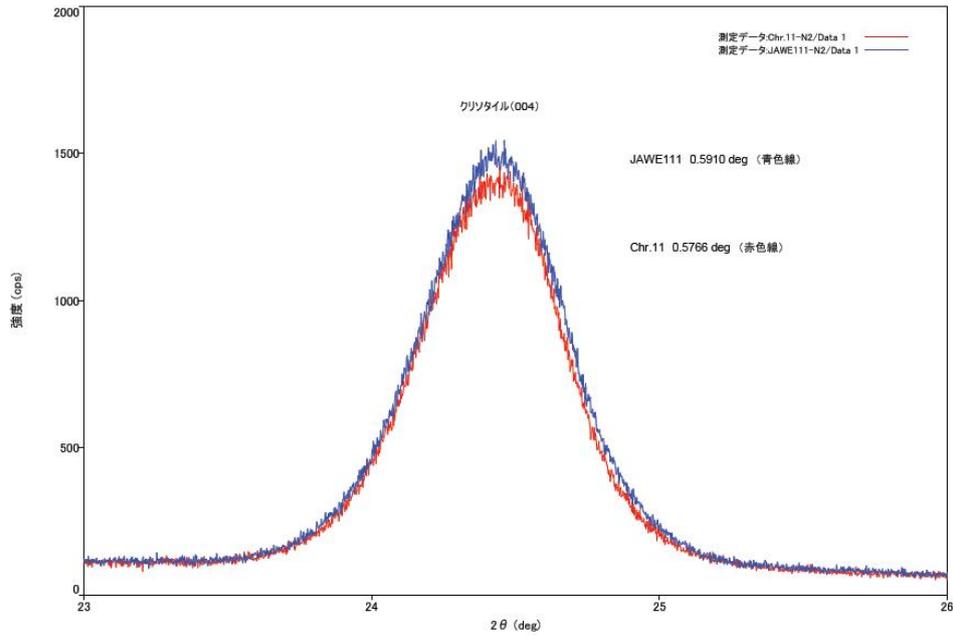
使用装置：PANalytical X'Pert³ Powder、管球対陰極：銅(Cu)、管電圧・電流：40kV・40mA
K_βフィルター使用、走査速度：連続スキニング 13、フルスケール：1000 counts

Chr. 11 の定性X線回折パターンは典型的なクリソタイルを示し、不純物として微量のブルース石 (18~19° 付近) と方解石 (29° 付近) を認める。



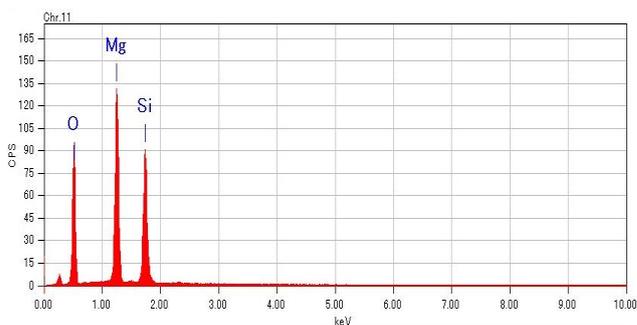
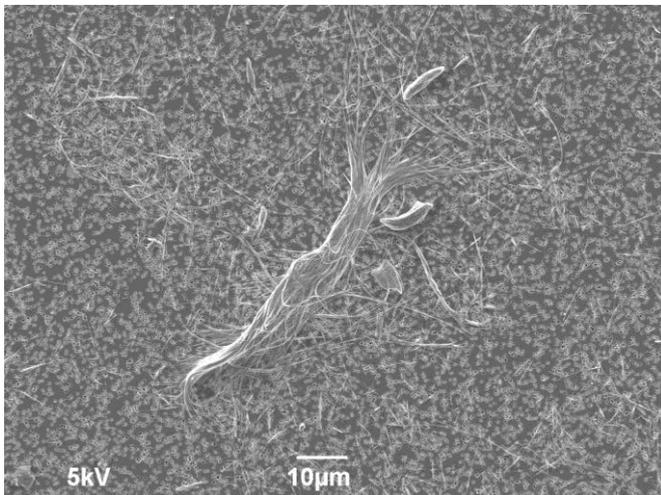
② 結晶度

結晶度は回折ピークの幅で示される。今回、JAWE111 と比較して Chr. 11 の結晶子サイズを推定した。下記の図の様に両者の (004) の回折ピークはほぼ一致したので、JAWE111 の (004) の結晶子は 18nm 程度と報告されているので、Chr. 11 もその程度の結晶子サイズを持つと見られる。



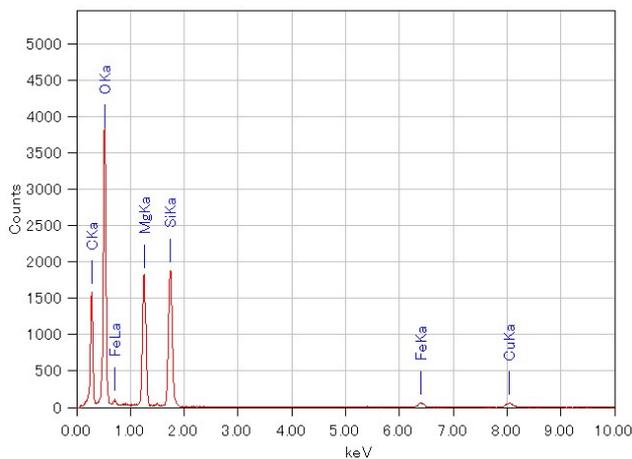
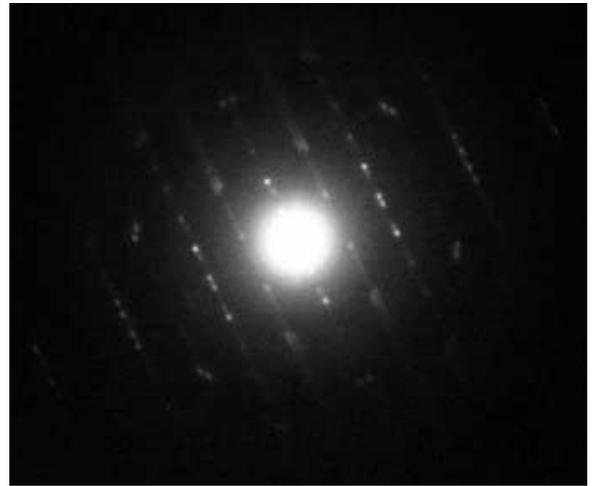
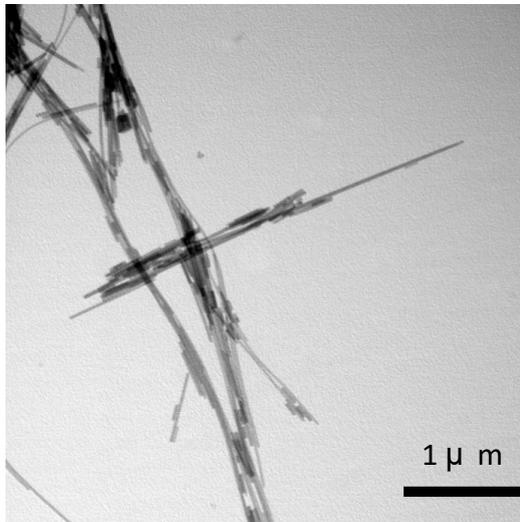
③走査電顕 (SEM) 観察とエネルギー分散X線 (EDX) スペクトル分析

繊維試料はポリカーボネート・フィルターに吸引ろ過捕集し、C蒸着した。繊維形態のSEM観察は加速電圧5kV、倍率2500倍で2次電子像を観察した。EDX分析は15kVの加速電圧で2500倍の倍率で行った。



④分析透過電子顕微鏡(ATEM)観察

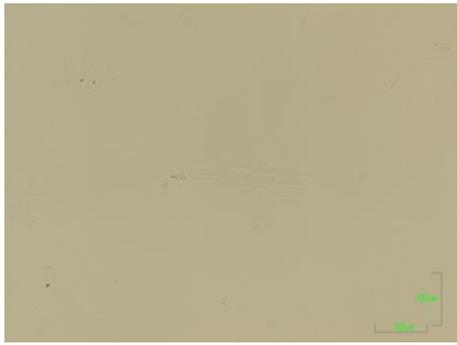
分析透過電顕(ATEM)観察は、加速電圧 120kV で形態観察、電子回折、EDX スペクトル分析を行った。



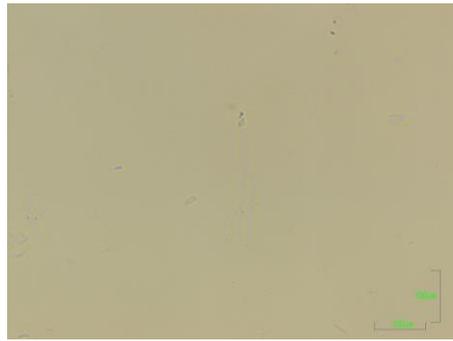
試料は極めて細い繊維から成り、電子回折パターンは典型的なクリソタイルのパターンを示している。EDX スペクトルは Mg と Si がほぼ 1 : 1 の強度比で得られている。また、極く少量の Fe も検出されている。これは②の 15kV の SEM-EDX では検出されていない。

⑤偏光顕微鏡観察

倍率 100 倍で観察。単ニコル (オープンポーラ) では、被検試料はほとんど見えない。直交ニコル (クロスポーラ) で 90° の関係の時に白～灰色の繊維束が観察され、複屈折が小さいことが分かる。鋭敏色検板 1 および 2 でいずれも左 45° の繊維が同じように明るく見え、右 45° の繊維束が暗く見えるので、伸長が正であることが分かる。分散色は、浸液 (カーギルオイル) の屈折率 1.550 で赤紫色 (水平) ~青色 (垂直) である。



オープンポーラ-H



オープンポーラ-V



クロスポーラ-A



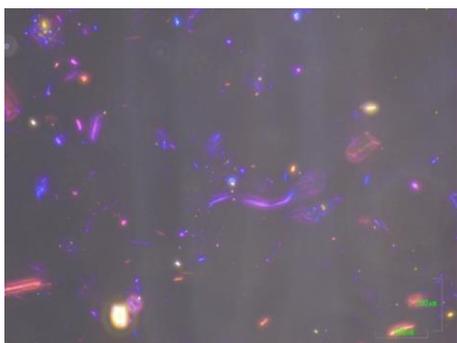
クロスポーラ-B



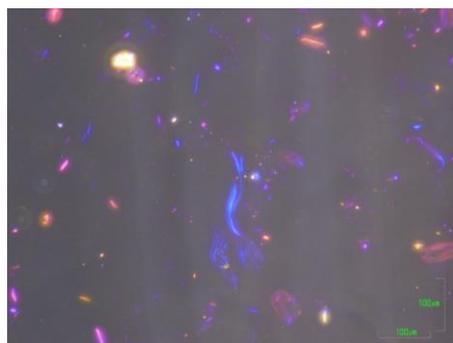
鋭敏色検板-1



鋭敏色検板-2



分散色-155-H

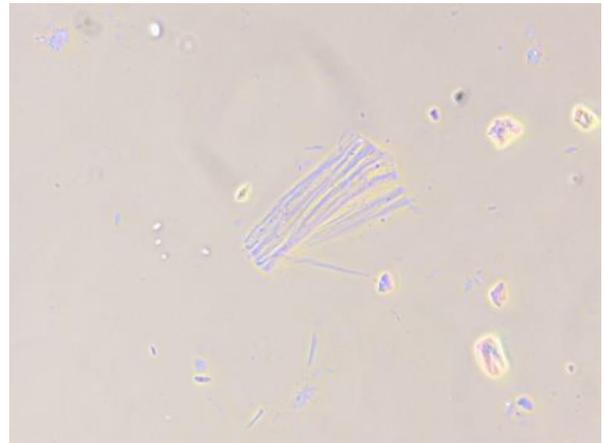
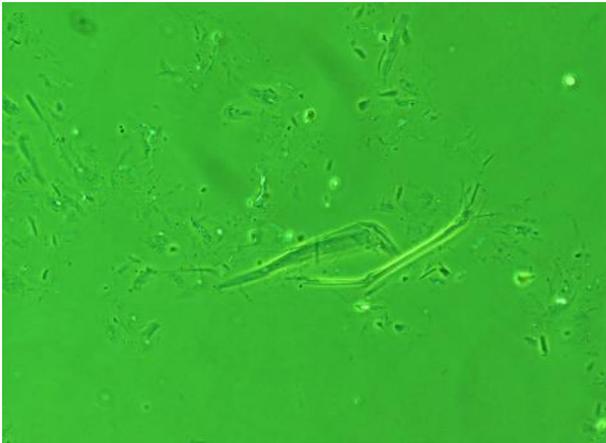


分散色-155-V

Chr.11

⑥位相差顕微鏡観察

屈折率 1.550 の浸液（カーギルオイル）を用いて 100 倍の位相差顕微鏡で観察した。



⑦屈折率

屈折率は屈折率 1.550 の浸液（カーギルオイル）を用いて測定した。

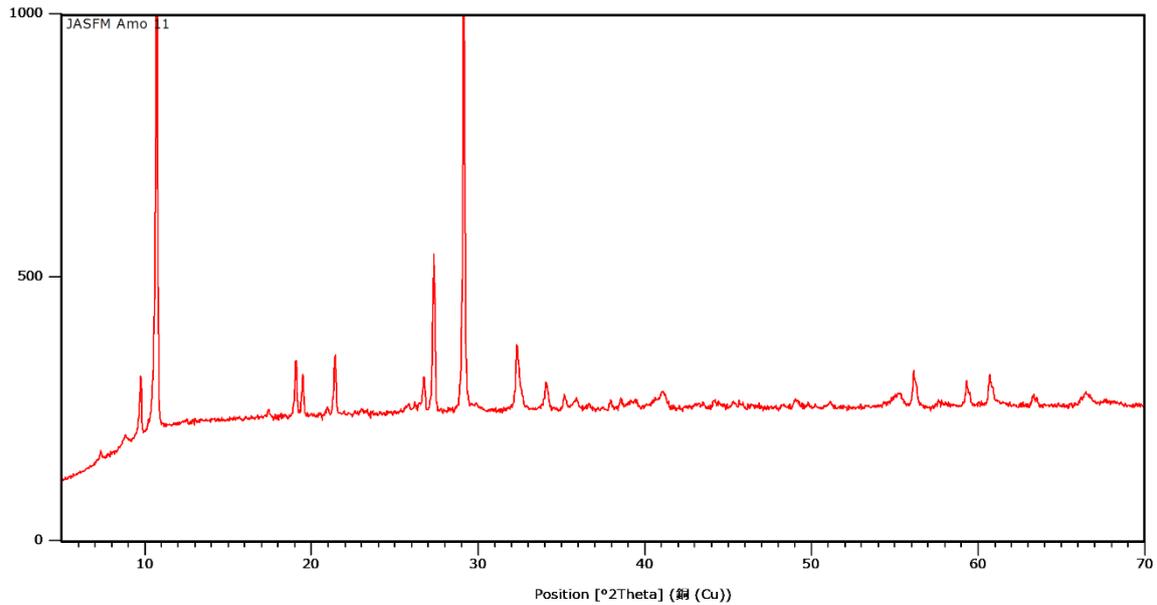
$$n_{\alpha} = n_{\parallel} = 1.548 \sim 1.557$$

$$n_{\gamma} = n_{\perp} = 1.554 \sim 1.561$$

(2) アモサイト (JASFM Amo.11、トランスバール産)

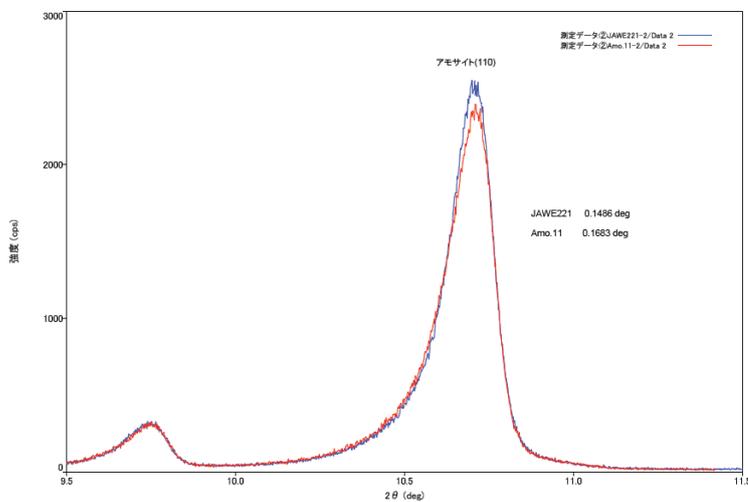
① X線回折パターン

使用装置：PANalytical X'Pert³ Powder、管球対陰極：銅(Cu)、管電圧・電流：40kV・40mA
K_βフィルター使用、走査速度：連続スキャン 13、フルスケール：1000 counts
Amo. 11 の定性X線回折パターンは典型的なグリユネライト(Grunerite)を示し、不純物として微量の石英(26.6° 付近)を認めている。



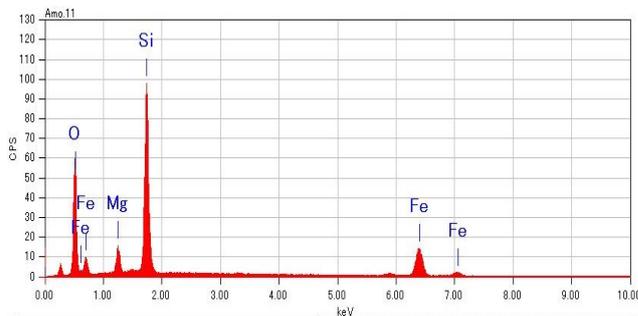
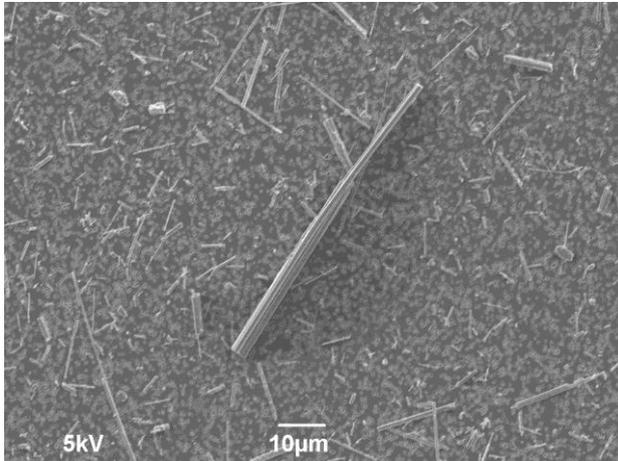
② 結晶度

結晶度は回折ピークの幅で示される。今回、JAWE211 と Amo. 11 の (110) と (310) の回折ピークを比較した。Amo. 11 は JAWE211 よりややブロードであった。JAWE211 の(110)方向の結晶子は73nm程度であるが、Amo. 11 はそれよりやや小さい結晶子サイズを持つと見られる。



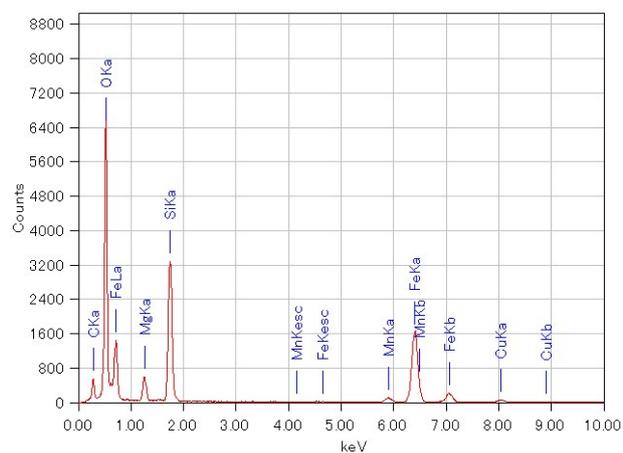
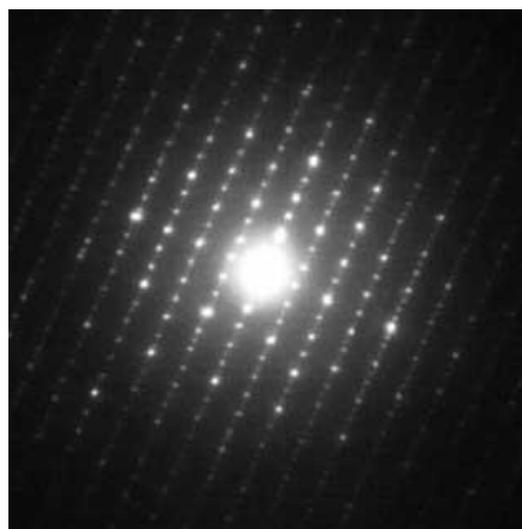
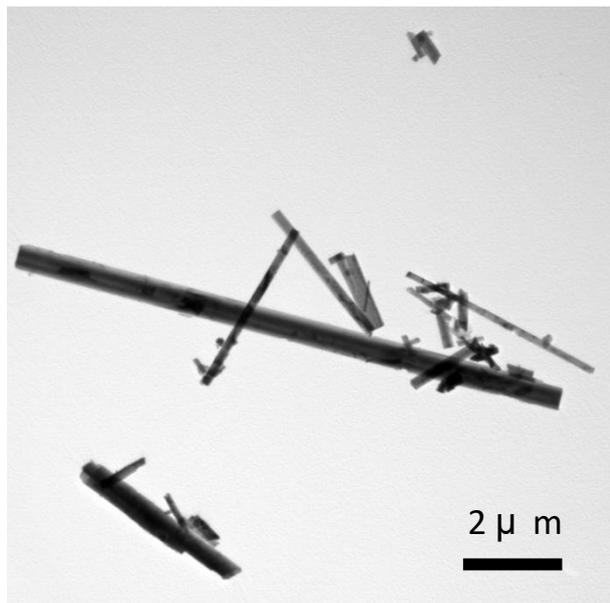
③走査電顕(SEM)観察とエネルギー分散X線(EDX)スペクトル分析

繊維形態の観察は、試料をポリカーボネート・フィルターに吸引ろ過捕集し、C蒸着して、加速電圧 5kV、倍率 2500 倍で2次電子像観察した。EDX 分析は 15kV の加速電圧にして 2500 倍で行った。



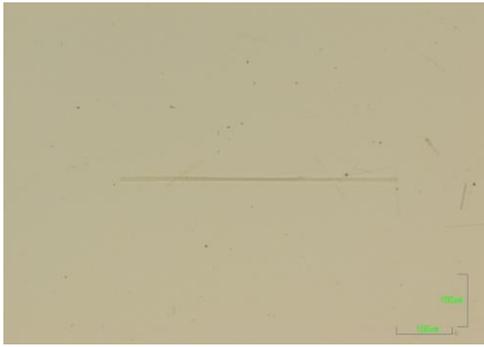
④分析透過電子顕微鏡(ATEM)観察

加速電圧 120kV の分析透過電顕(ATEM)で形態観察と電子回折分析、EDX スペクトル分析を行った。Amo. 11 の繊維形態は、種々の太さ、長さの繊維から成っている。電子回折パターンは典型的な角閃石のパターンを示している。EDX スペクトルは弱い Mg と強い Si と強い Fe の各ピークを示し、典型的なアモサイトの化学組成を示している。



⑤偏光顕微鏡観察

単ニコル（オープンポーラ）で、90° 回しても繊維の色はほとんど変わらず、多色性は弱い。直交ニコル（クロスポーラ）で白～桃色の明るい繊維色を示し、複屈折はやや大きい。鋭敏色検板 1 および 2 を挿入下で、いずれも左 45° の繊維が同じように明るく見え、右 45° の繊維が暗く見えるので、伸長が正であることが分かる。分散色は浸液（カーギルオイル）の屈折率 1.680 で黄金色（水平）～青色（垂直）である。



オープンポーラ-H



オープンポーラ-V



クロスポーラ-A



クロスポーラ-B



鋭敏色検板-1



鋭敏色検板-2



分散色-680-H

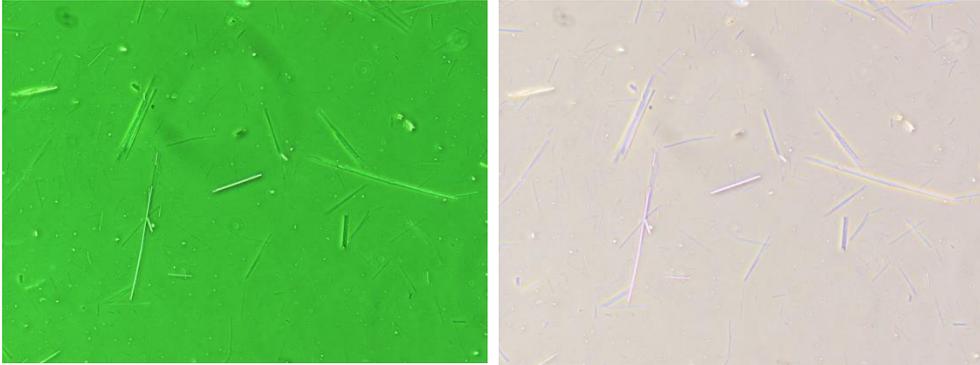


分散色-680-V

Amo.11

⑥位相差顕微鏡観察

屈折率 1.680 の浸液（カーギルオイル）を用いて 100 倍の位相差顕微鏡で観察した。



⑦屈折率

屈折率は屈折率 1.680 の浸液（カーギルオイル）を用いて測定した。

$$n_{\alpha} = n_{\parallel} = 1.679 \sim 1.681$$

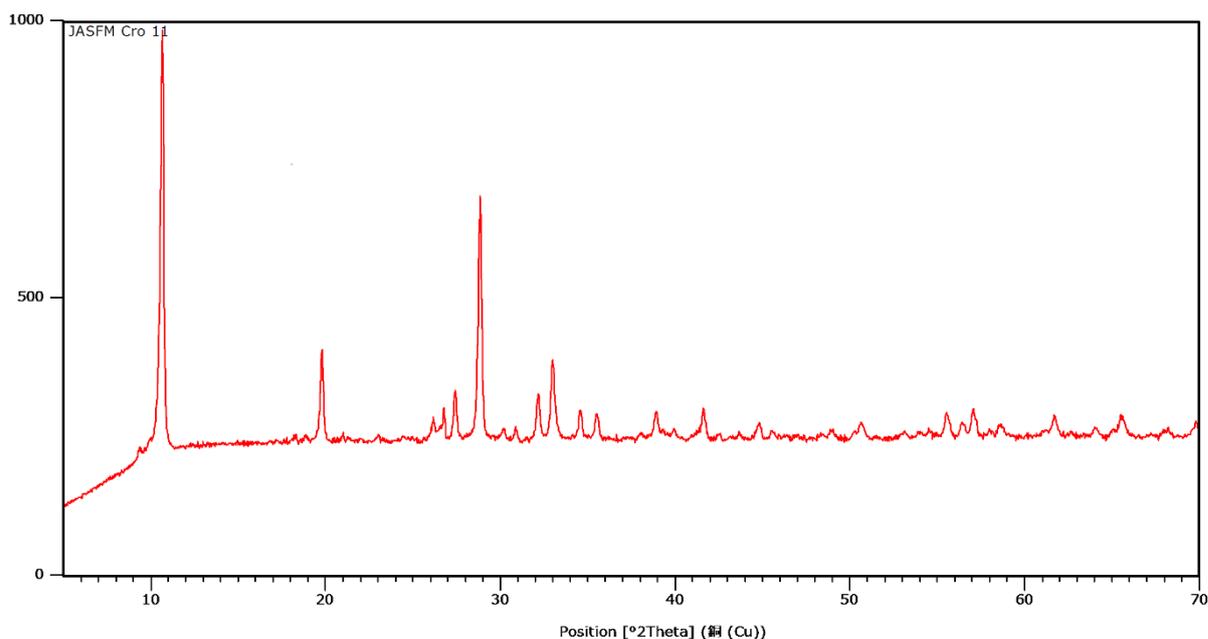
$$n_{\gamma} = n_{\perp} = 1.691 \sim 1.694$$

(3) クロシドライト (JASFM Cro.11、ケープ産)

① X線回折パターン

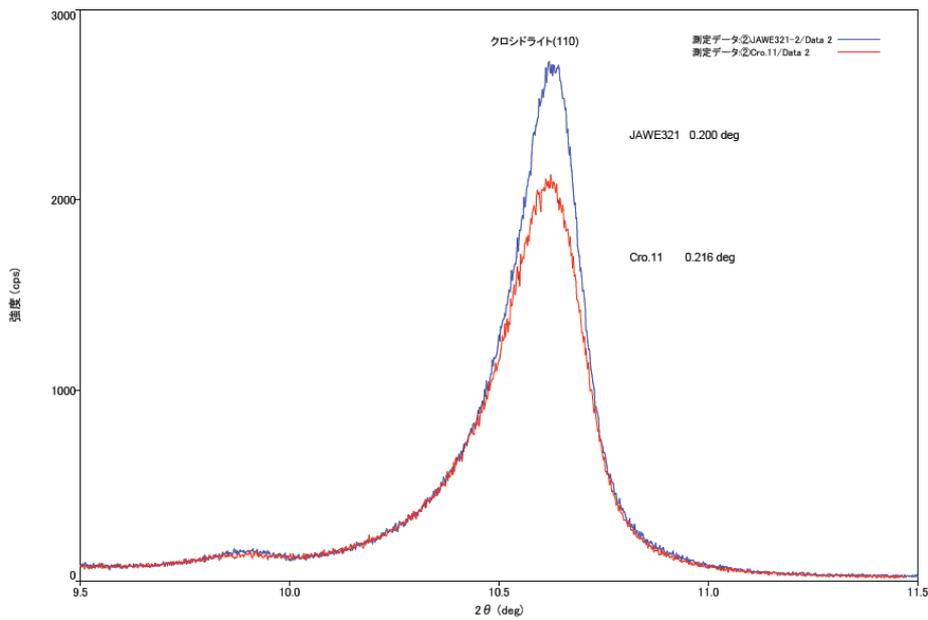
使用装置：PANalytical X'Pert³ Powder、管球対陰極：銅(Cu)、管電圧・電流：40kV・40mA
K_βフィルター使用、走査速度：連続スキニング 13、フルスケール：1000 counts

Cro. 11 の定性X線回折パターンは典型的なリーベッカイト(Riebeckite)を示し、不純物として微量の石英(26.6° 付近)が認められる。



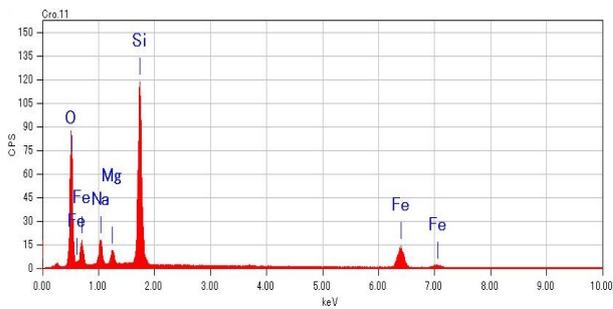
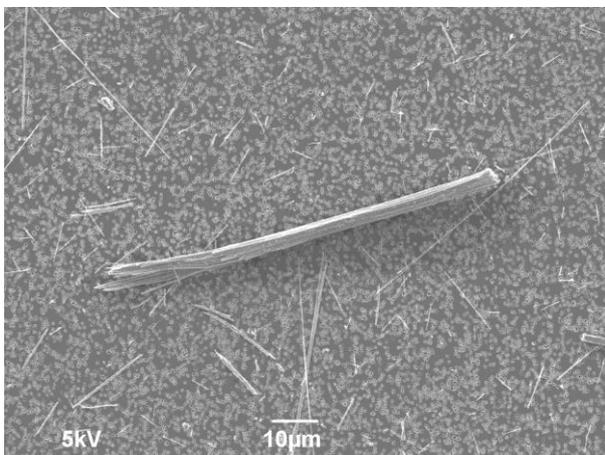
② 結晶度

結晶度は回折ピークの幅で示される。今回、JAWE311 と Cro. 11 の (110) と (310) の回折ピークを比較した。Cro. 11 は JAWE311 よりややブロードであった。JAWE311 の(110) 方向の結晶子は 27nm 程度である。Cro. 11 はそれよりやや小さい結晶子サイズを持つと見られる。



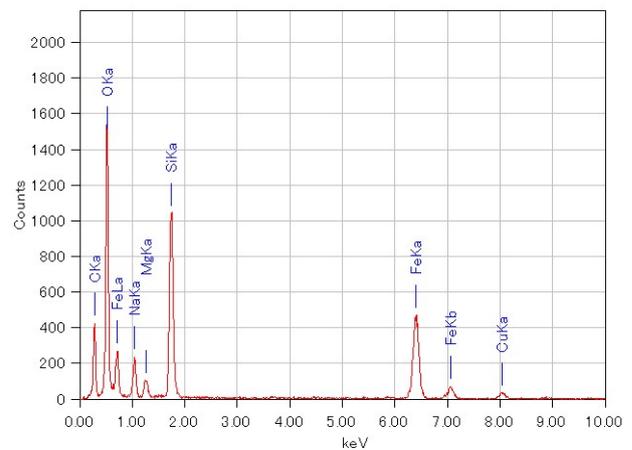
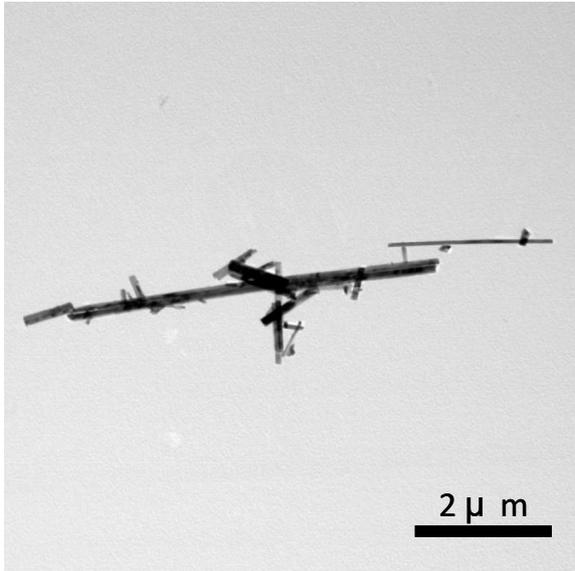
③走査電顕 (SEM) 観察とエネルギー分散X線 (EDX) スペクトル分析

繊維形態の観察は、試料をポリカーボネート・フィルターに吸引ろ過捕集し、C蒸着して、加速電圧 5kV、倍率 2500 倍で2次電子像観察した。EDX 分析は 15kV の加速電圧にして 2500 倍で行った。



④分析透過電子顕微鏡(ATEM)観察

加速電圧 120kV の分析透過電顕(ATEM)で形態観察と電子回折分析、EDX スペクトル分析を行った。Cro. 11 の繊維形態は、種々の太さ、長さの繊維から成っている。電子回折パターンは角閃石のパターンを示している。EDX スペクトルは弱い Na と Mg、強い Si と Fe の各ピークから成り、典型的なクロシドライトの化学組成を示している。



⑤偏光顕微鏡観察

単ニコル (オープンポーラ) で、90° 回すと繊維の色はやや変化し、多色性は強い方である。直交ニコル (クロスポーラ) で黄～青の繊維色を示すが、複屈折は小さい方である。鋭敏色検板 1 および 2 を挿入下で、左 45° の繊維が青暗く見え、右 45° の繊維がやや明るく見えるので、伸長は負である。分散色は、浸液 (カーギルオイル) の屈折率 1.700 で暗青色 (水平) ~青色 (垂直) である。



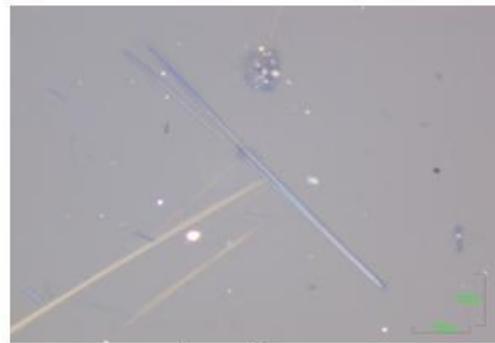
オープンポーラ-H



オープンポーラ-V



クロスポーラ-A



クロスポーラ-B



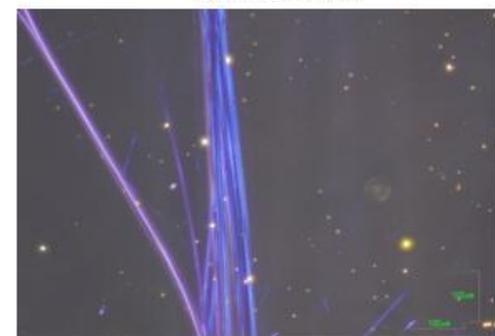
鋭敏色検板-1



鋭敏色検板-2



分散色-170-H

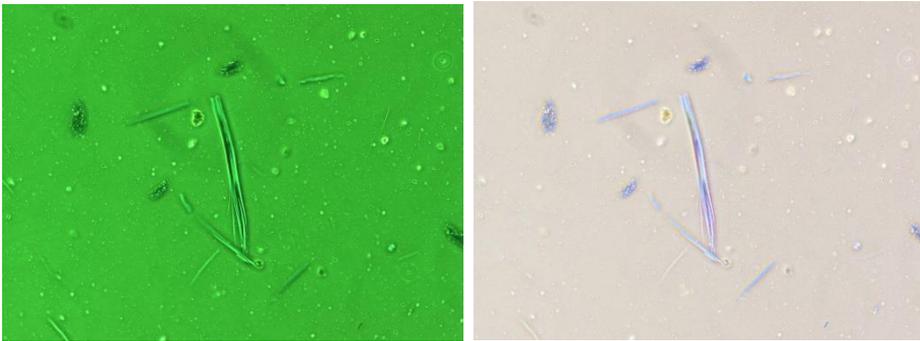


分散色-170-V

Cro.11

⑥位相差顕微鏡観察

屈折率 1.700 の浸液（カーギルオイル）を用いて 100 倍の位相差顕微鏡で観察した。



⑦屈折率

屈折率は屈折率 1.680 の浸液（カーギルオイル）を用いて測定した。

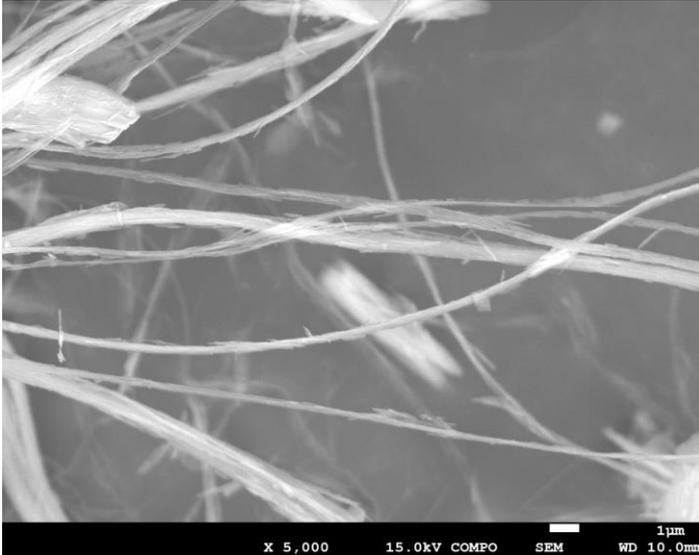
$$n_{\alpha} = n_{\perp} = 1.687 \sim 1.697$$

$$n_{\gamma} = n_{\parallel} = 1.691 \sim 1.703$$

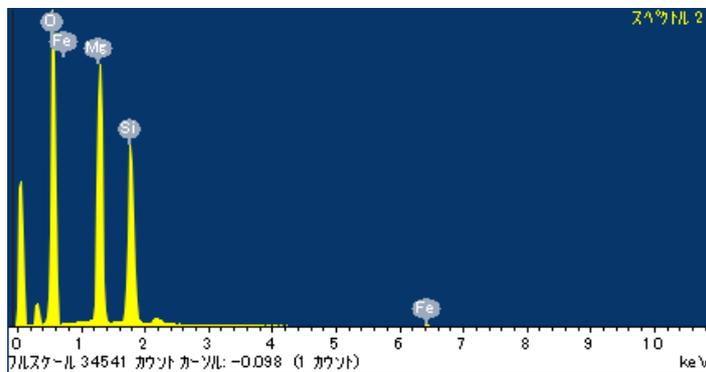
2. 光学顕微鏡分析用標準試料

(1) クリソタイル (JASFM Chr.21①、ケベック産)

①分析走査電顕観察 (SEM+EDX)

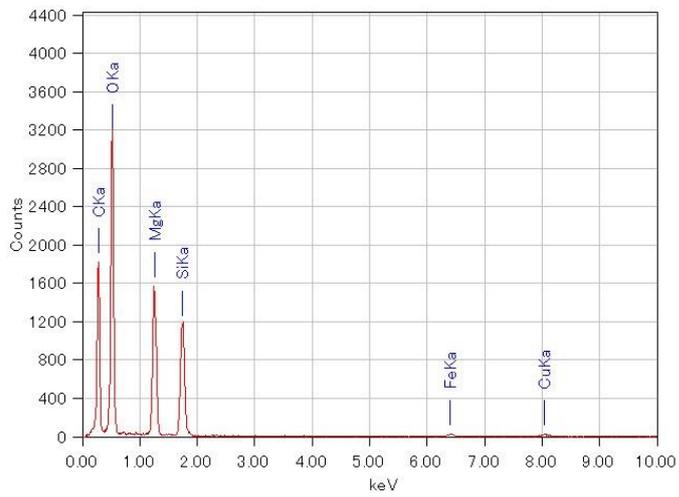
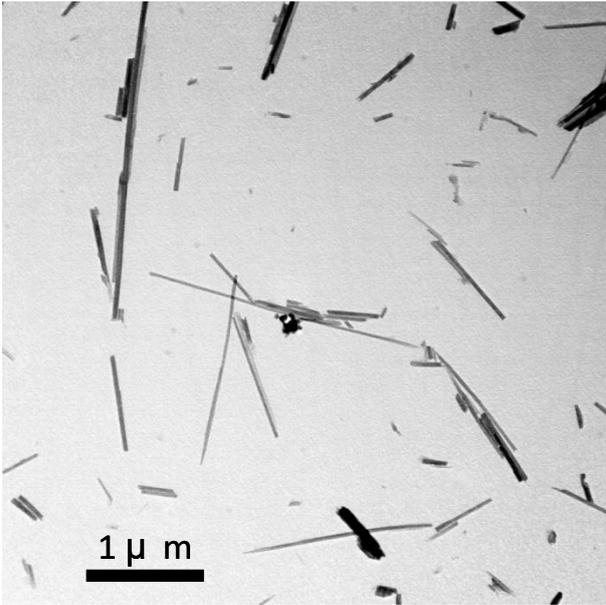


元素	質量濃度 [%]	原子数 濃度[%]
O K	57.63	68.95
Mg K	22.80	17.95
Si K	18.85	12.85
Fe K	0.72	0.25
トータル	100.00	



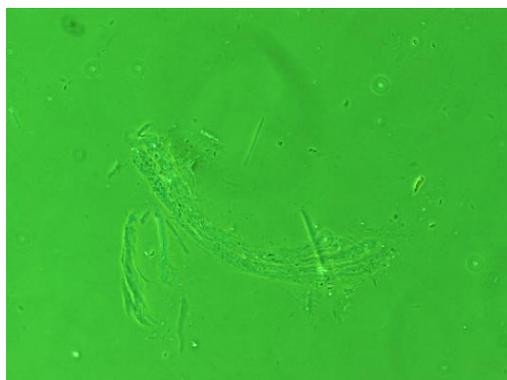
②分析透過電顕観察 (TEM+EDX)

分析電圧 120kV で観察。比較的短繊維が多い。電子回折および EDX は典型的なクリソタイルのパターンを示している。



③位相差顕微鏡観察と屈折率の測定結果

屈折率 1.550 の浸液（カーギルオイル）を用いて 100 倍で観察した。



屈折率は標準的な値を持っている。

$$n_{\alpha} = n_{\parallel} = 1.549 \sim 1.557$$

$$n_{\gamma} = n_{\perp} = 1.554 \sim 1.565$$

④偏光顕微鏡観察

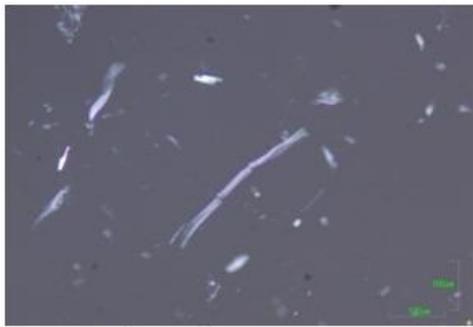
倍率 100 倍で観察。単ニコル（オープンポーラ）では、被検試料はほとんど見えない。直交ニコル（クロスポーラ）で 90° の関係の時に白～灰色の繊維束が観察され複屈折が小さい。鋭敏色検板 1 および 2 でいずれも左 45° の繊維が明るく見え、右 45° の繊維束が暗く見える。伸長が正である。分散色は、浸液（カーギルオイル）の屈折率 1.550 で赤紫色（水平）～青色（垂直）である。



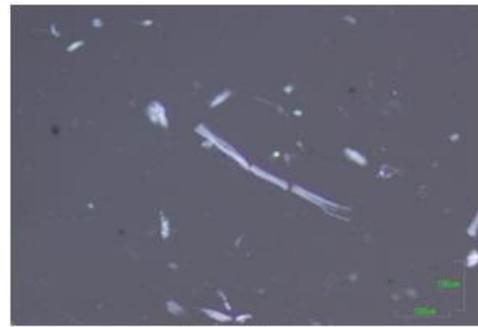
オープンポーラ-H



オープンポーラ-V



クロスポーラ-A



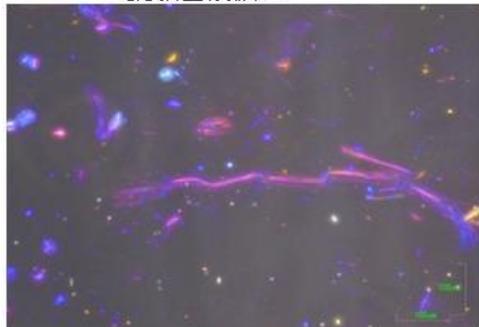
クロスポーラ-B



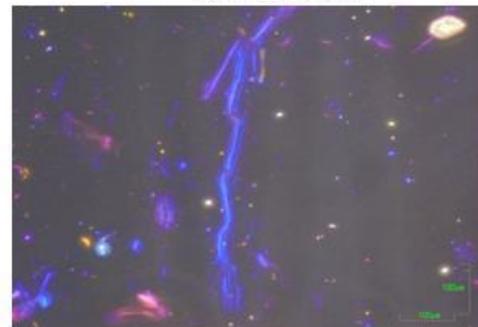
鋭敏色検板-1



鋭敏色検板-2



分散色-155-H

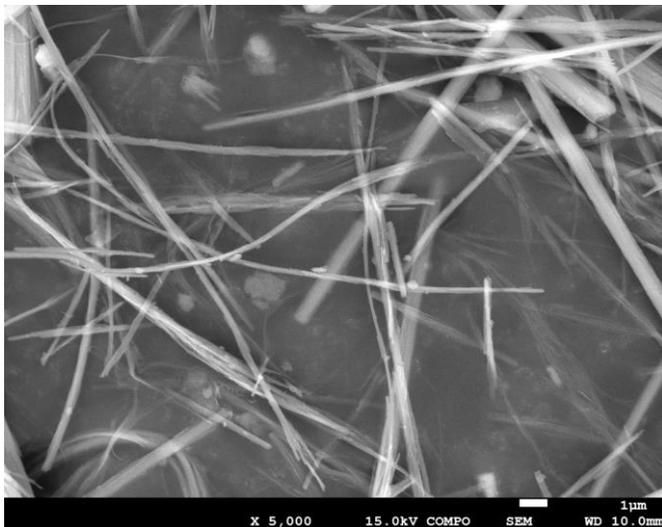


分散色-155-V

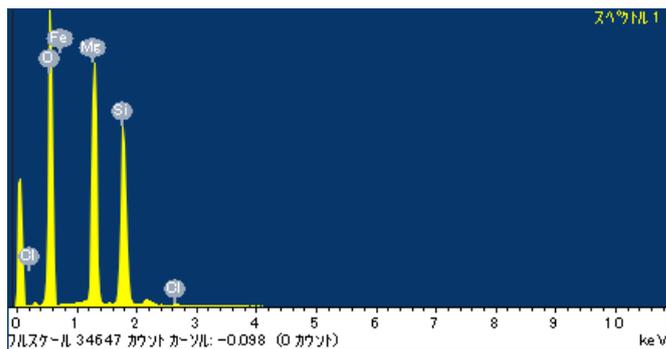
Chr.21-1

(2) クリソタイル (JASFM Chr.21②、ジンバブエ産)

①分析走査電顕観察 (SEM+EDX)

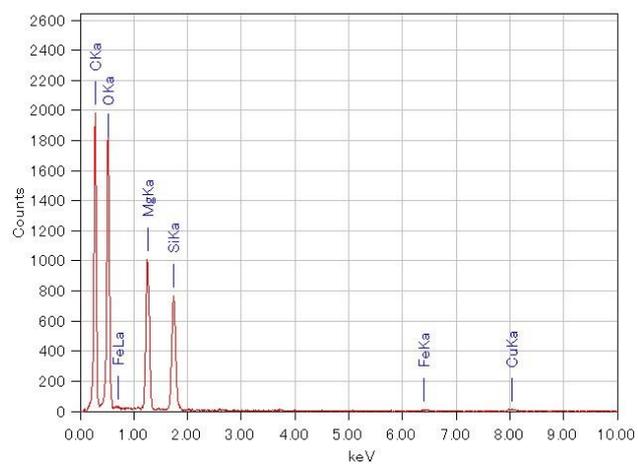
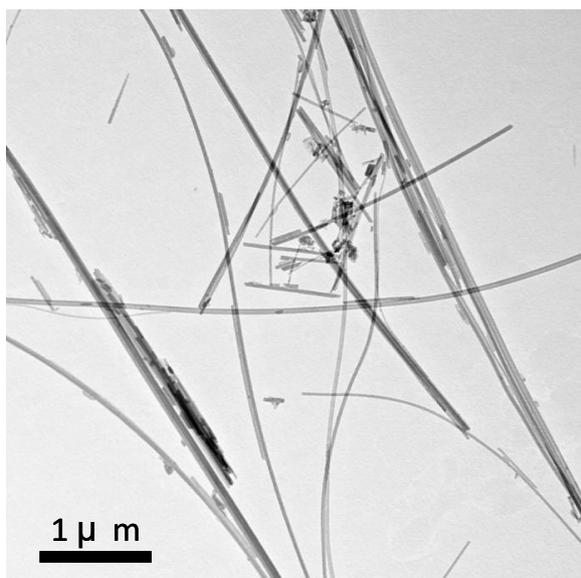


元素	質量濃度 [%]	原子数濃度 [%]
O K	57.38	68.75
Mg K	22.18	17.49
Si K	19.75	13.48
Cl K	0.24	0.13
Fe K	0.45	0.15
トータル	100.00	



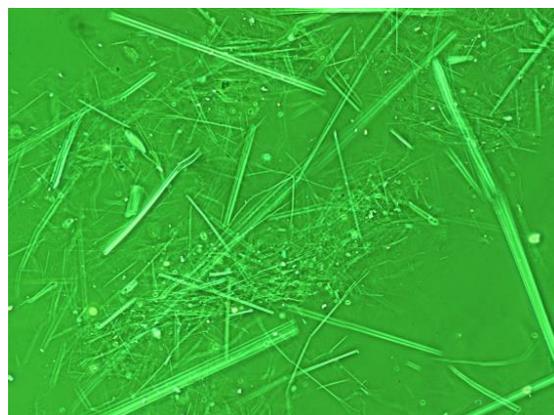
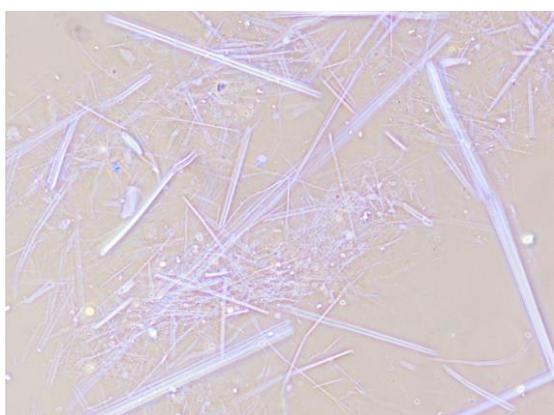
②分析透過電顕観察 (TEM+EDX)

分析電顕 120kV で観察。比較的長繊維が多い。電子回折および EDX は典型的なクリソタイルのパターンを示している。



③位相差顕微鏡観察と屈折率の測定結果

屈折率 1.550 の浸液（カーギルオイル）を用いて 100 倍で観察した。



屈折率は標準的な値を持っている。

$$n_{\alpha} = n_{\parallel} = 1.540 \sim 1.549$$

$$n_{\gamma} = n_{\perp} = 1.541 \sim 1.554$$

④偏光顕微鏡観察

倍率 100 倍で観察。単ニコル（オープンポーラ）では、被検試料はほとんど見えない。直交ニコル（クロスポーラ）で 90° の関係の時に白～灰色の繊維束が観察され複屈折が小さい。鋭敏色検板 1 および 2 でいずれも左 45° の繊維が明るく見え、右 45° の繊維束が暗く見える。伸長が正である。分散色は、浸液（カーギルオイル）の屈折率 1.550 で濃青色（水平）～青色（垂直）である。



オープンポーラ-H



オープンポーラ-V



クロスポーラ-A



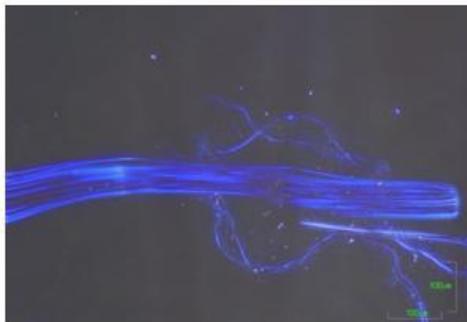
クロスポーラ-B



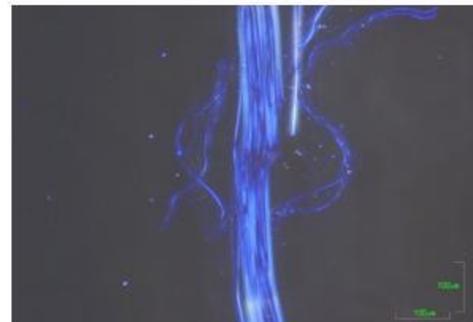
鋭敏色検板-1



鋭敏色検板-2



分散色-155-H

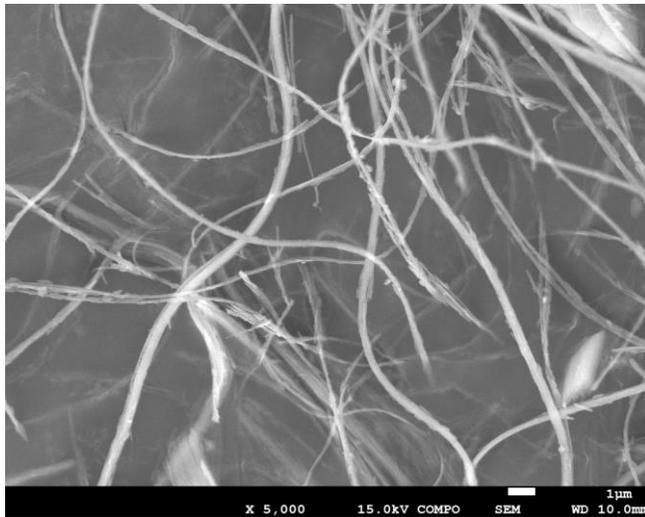


分散色-155-V

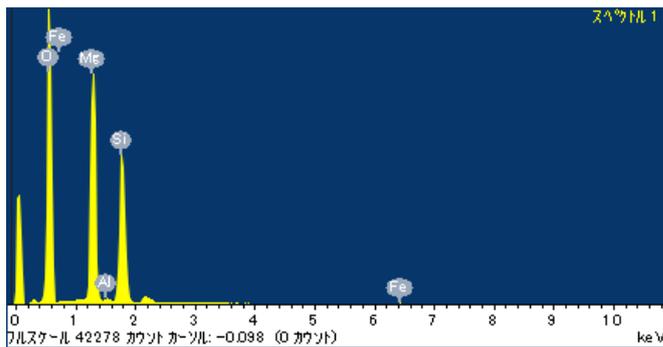
Chr.21-2

(3) クリソタイル (JASFM Chr.21③、キャッシャー産)

①分析走査電顕観察 (SEM+EDX)

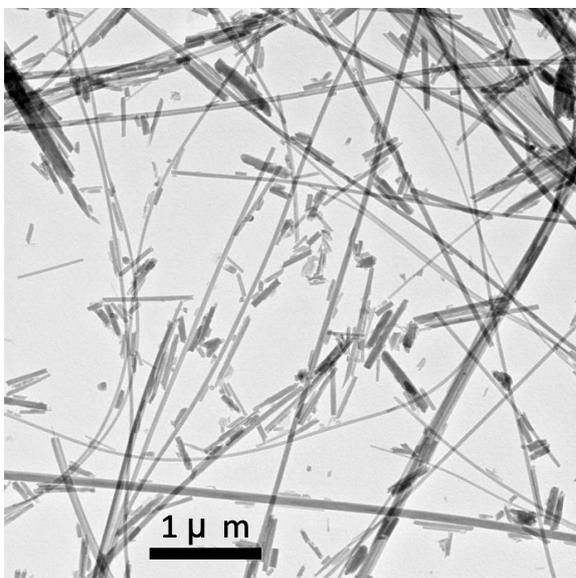


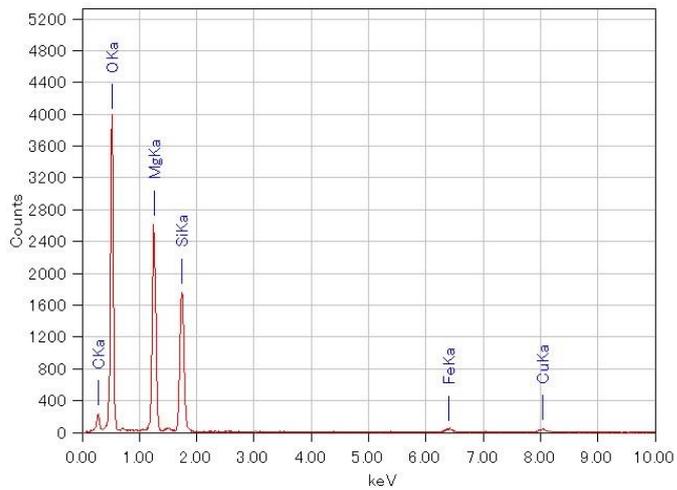
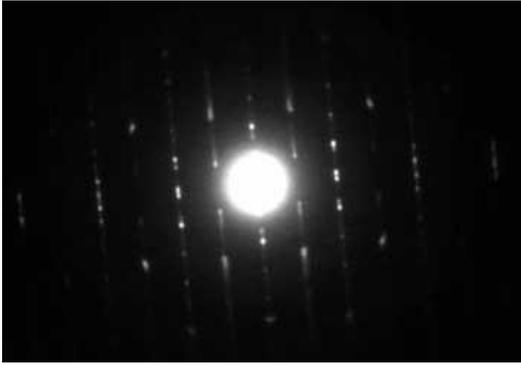
元素	質量濃度 [%]	原子数 濃度[%]
O K	58.81	69.96
Mg K	22.69	17.76
Al K	0.22	0.15
Si K	17.49	11.85
Fe K	0.79	0.27
トータル	100.00	



②分析透過電顕観察 (TEM+EDX)

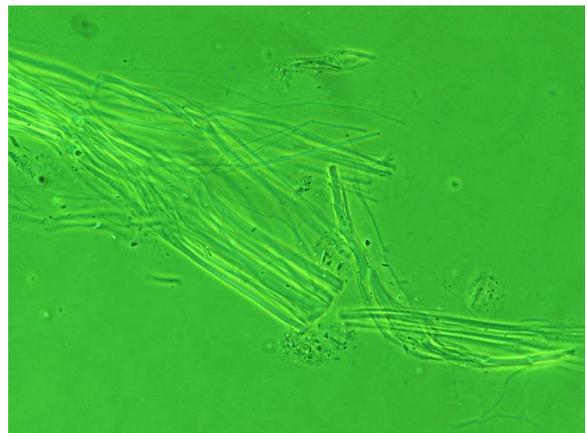
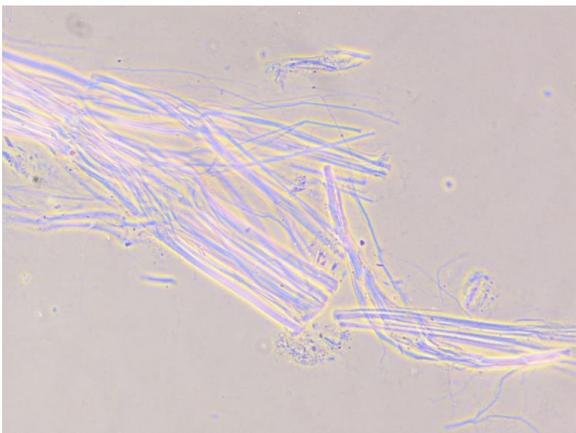
分析電顕 120kV で観察。長繊維～短繊維まで混在している。電子回折および EDX は典型的なクリソタイルのパターンを示している。





③位相差顕微鏡観察と屈折率の測定結果

屈折率 1.550 の浸液（カーギルオイル）を用いて 100 倍で観察した。



屈折率は標準的な値を持っている。

$$n_{\alpha} = n_{\parallel} = 1.548 \sim 1.557$$

$$n_{\gamma} = n_{\perp} = 1.556 \sim 1.572$$

④偏光顕微鏡観察

倍率 100 倍で観察。単ニコル（オープンポーラ）では、被検試料はほとんど見えない。直交ニコル（クロスポーラ）で 90° の関係の時に白～灰色の繊維束が観察され複屈折が小さい。鋭敏色検板 1 および 2 でいずれも左 45° の繊維が明るく見え、右 45° の繊維束が暗く見える。伸長が正である。分散色は、浸液（カーギルオイル）の屈折率 1.550 で赤紫色（水平）～青色（垂直）である。



オープンポーラ-H



オープンポーラ-V



クロスポーラ-A



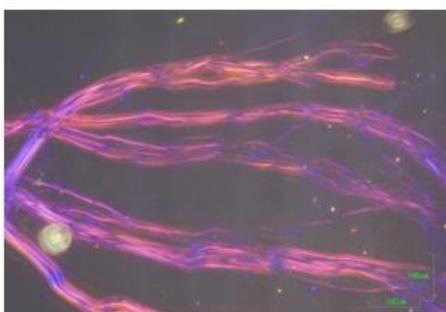
クロスポーラ-B



鋭敏色検板-1



鋭敏色検板-2



分散色-155-H



分散色-155-V

Chr.21-3

(4) アモサイト (JASFM Amo.21、トランスバール産)

(5) クロシドライト (JASFM Cro.21、ケープ産)

光学顕微鏡分析用標準試料の (4) アモサイト Amo. 21 と (5) クロシドライト Cro. 21 は、X線回折分析編で示した (2) アモサイト (Amo. 11、トランスバール産) および (3) クロシドライト (Cro. 11、ケープ産) とキャラクターゼーションは同じであるため省略。

II. 結晶質シリカ分析用標準試料のキャラクタリゼーション

1. 石英標準試料 (JASFM Qtz 11)

試料名 JASFM Qtz 11 の石英標準試料は、りん酸および X 線回折法の両方の分析用標準試料である。

(1) 産地

JASFM Qtz 11 に用いた石英は、ブラジル産石英である。

(2) X 線粉回折分析データ

JASFM Qtz 11 の X 線回折分析図形を図 1 に示した。X 線分析装置及び測定条件は、表 1 に示した。X 線粉末回折図形からは、夾雑物の存在を示すようなピークは認められなかった。

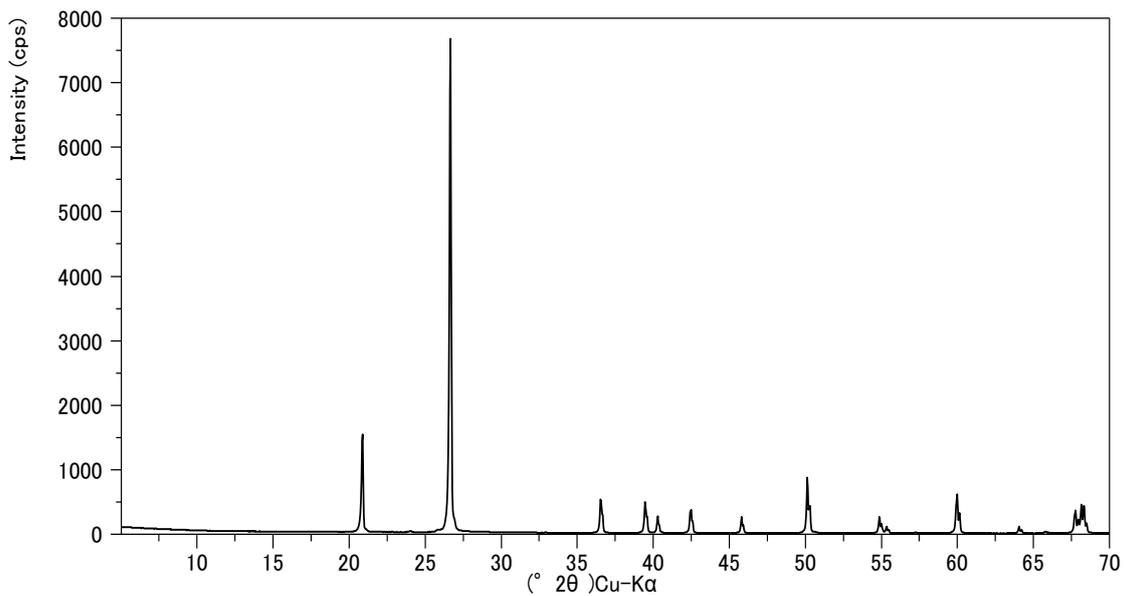


図 1 JASFM Qtz 11 の X 線回折図形

表 1 X線回折測定条件

X線回折装置	PANalytical X'Pert PRO MPD
対陰極	銅 (Cu)
単色化	K-β 除去フィルター : Ni
管電圧(kV)	45
管電流(mA)	40
走査速度(° /min)	2
発散スリット(mm)	5.5 (X'Celerator 検出器用)
散乱スリット(°)	5.5
受光スリット(°)	半導体検出器(開孔径 0.07mm)
走査範囲(2θ°)	5-70
回転試料台	1 回転/秒

(4) 蛍光 X線分析による定性分析

JASFM Qtz 11 の蛍光 X線回折分析による定性分析結果を表 2 に示す。

定性分析は、波長分散型蛍光 X線分析装置 ZSX Primus2 (株式会社リガク製) を用いて求めた。分析条件は、X線出力 3 KW、照射半径 10mm、1 試料あたり測定時間約 37 分である。

表 2 より、主成分の Si の標準試料に占める割合が 99.3%で、ほかに Ca の 0.47%、Fe の 0.13%などであった。

表 2 JASFM Qtz 11 の定性分析結果

元素	重量%
Al	0.037
Si	99.3036
K	0.045
Ca	0.4659
Fe	0.1338
Ni	0.009
Se	0.0052

(5) 粒度分布

JASFM Qtz 11 の粒度分布をレーザー回折／散乱式粒子分布測定装置 LA-950（堀場製作所）を用いて求めた結果を図 2 に示す。

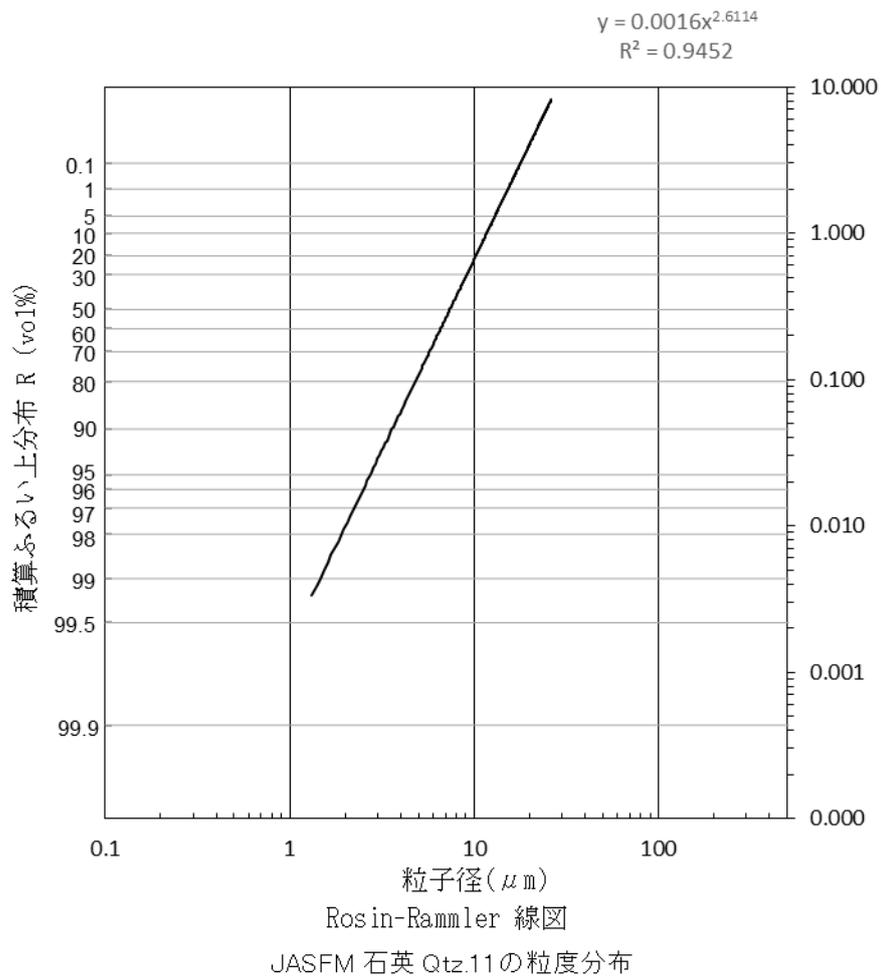


図 2 JASFM Qtz 11 の粒度分布の図

2. クリストバライト標準試料 (JASFM Qri 21)

試料名 JASFM Qri 21 のクリストバライト標準試料は、X線回折法の分析用標準試料である。

(1) 産地

JASFM Qri 21 に用いたクリストバライトは、高温炉の中で、ブラジル産石英を所定の温度で所定の時間加熱し、クリストバライトに転移させて作製した。

(2) X線粉末回折分析データ

JASFM Qri 21 のX線回折分析図形を図1に示した。X線分析装置及び測定条件は、表1に示した。X線粉末回折図形からは、夾雑物の存在を示すようなピークは認められなかった。

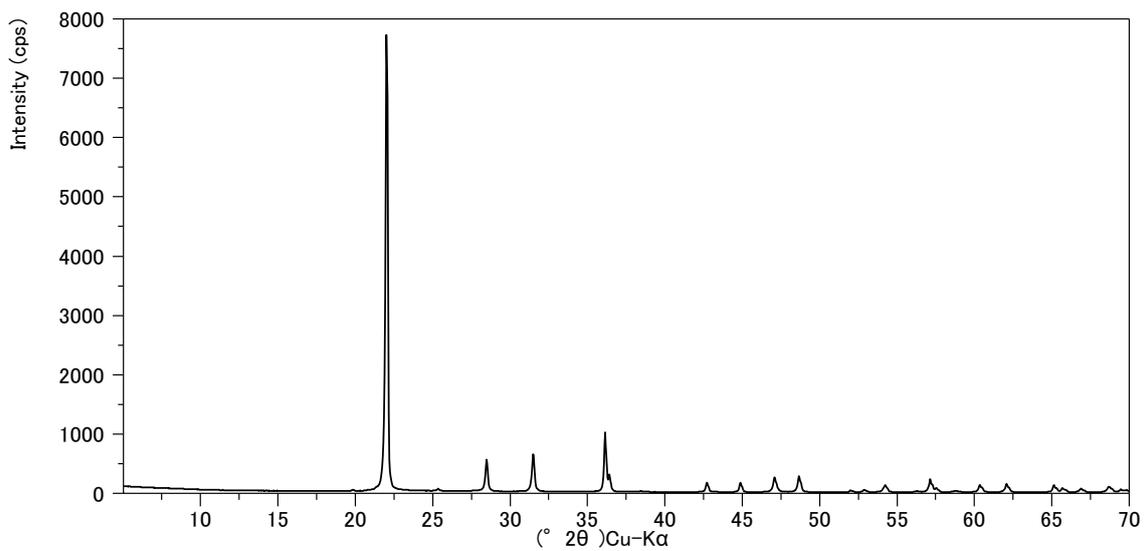


図1 JASFM Qri 21 のX線回折分析図

表 1 X線回折測定条件

X線回折装置	PANalytical X'Pert PRO MPD
対陰極	銅 (Cu)
単色化	K-β 除去フィルター : Ni
管電圧(kV)	45
管電流(mA)	40
走査速度(° /min)	2
発散スリット(mm)	5.5 (X'Celerator 検出器用)
散乱スリット(°)	5.5
受光スリット(°)	半導体検出器(開孔径 0.07mm)
走査範囲(2θ°)	5-70
回転試料台	1 回転/秒

(4) 蛍光 X線分析による定性分析

JASFM Qri 21 の蛍光 X線回折分析による定性分析結果を表 2 に示す。定性分析は、波長分散型蛍光 X線分析装置 ZSX Primus2 (株式会社リガク製) を用いて求めた。分析条件は、X線出力 3 KW、照射半径 10mm、1 試料あたり測定時間約 37 分である。

表 2 より、主成分の Si の標準試料に占める割合が 99.5%で、ほかに Ca が 0.13%などであった。

表 2 JASFM Qri 21 の定性分析結果

成分名	重量%
Na	0.0273
Al	0.0249
Si	99.5108
S	0.0141
Cl	0.0374
K	0.0187
Ca	0.1397
Ti	0.094
Cr	0.0231
Fe	0.0297
Ni	0.0166
Zr	0.0045
Ru	0.0046
W	0.0545

(5) 粒度分布

JASFM Qri 21 の粒度分布をレーザー回折／散乱式粒子分布測定装置 LA-950（堀場製作所）を用いて求めた結果を図 2 に示す。

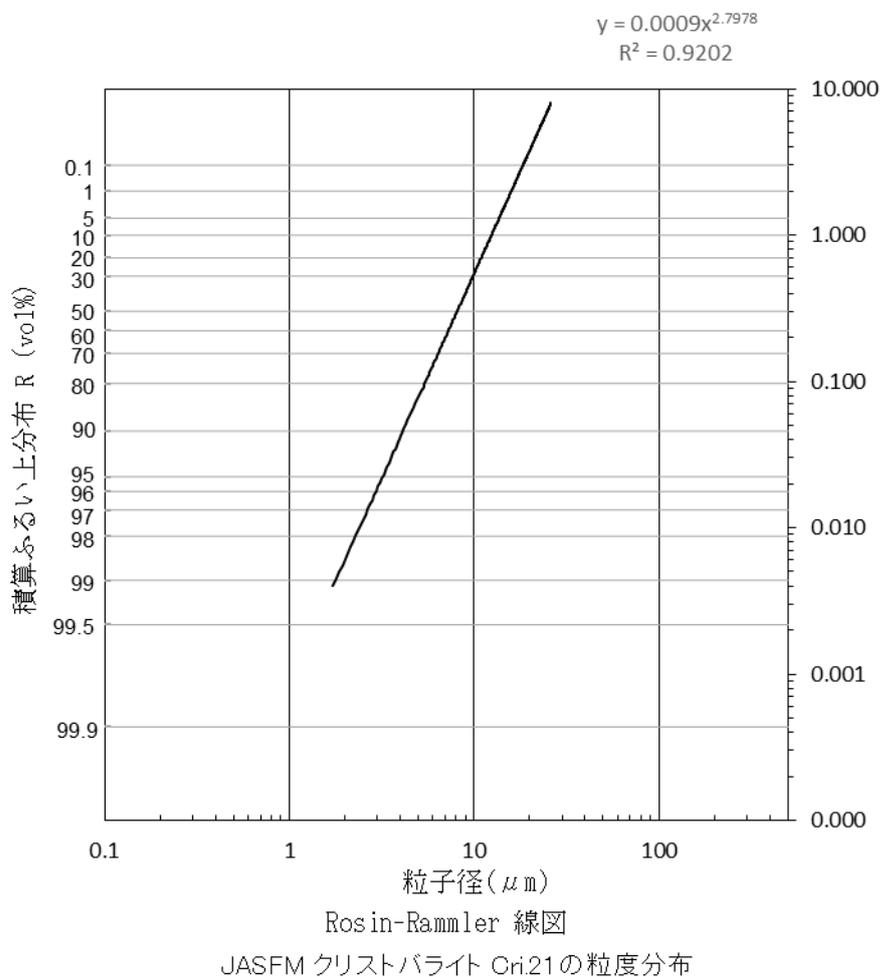


図 2 JASFM Qri 21 の粒度分布図

3. トリジマイト標準試料 (JASFM Tri 31)

試料名 JASFM Tri 31 のトリジマイト標準試料は、X 線回折法の分析用標準試料である。

(1) 産地

JASFM Tri 31 に用いたトリジマイトは、高温炉の中で、ブラジル産石英を所定の温度で所定の時間加熱し、トリジマイトに転移させて作製した。

(2) X 線粉回折分析データ

JASFM Tri 31 の X 線回折分析図形を図 1 に示した。X 線分析装置及び測定条件は、表 1 に示した。X 線粉末回折図形からは、夾雑物の存在を示すようなピークは認められなかった。

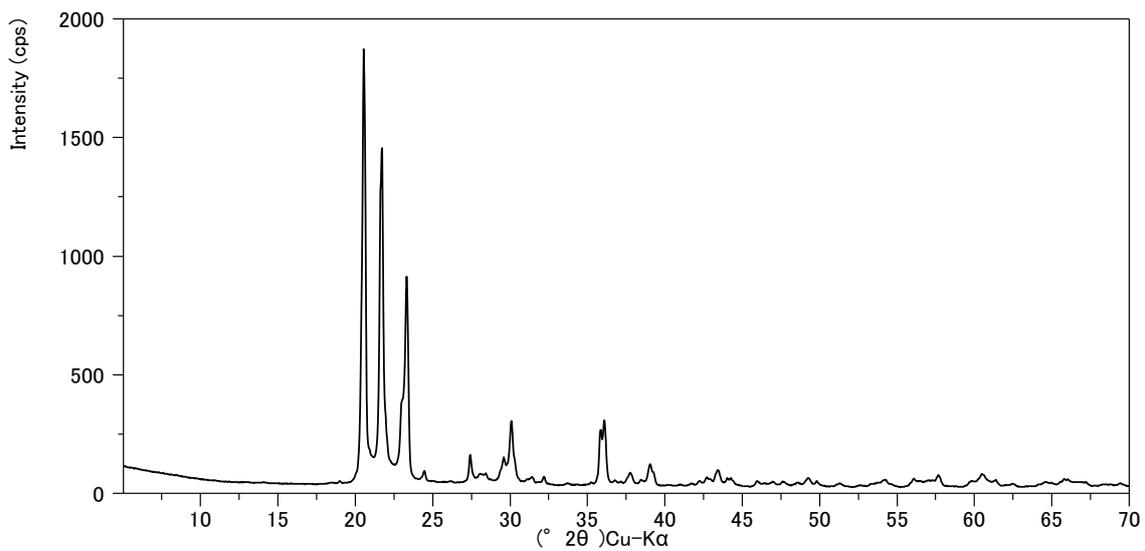


図 1 JASFM Tri 31 の X 線回折分析図

表 1 X線回折測定条件

X線回折装置	PANalytical X'Pert PRO MPD
対陰極	銅 (Cu)
単色化	K-β 除去フィルター : Ni
管電圧(kV)	45
管電流(mA)	40
走査速度(° /min)	2
発散スリット(mm)	5.5 (X'Celerator 検出器用)
散乱スリット(°)	5.5
受光スリット(°)	半導体検出器(開孔径 0.07mm)
走査範囲(2θ°)	5-70
回転試料台	1 回転/秒

(4) 蛍光 X線分析による定性分析

JASFM Tri 31 の蛍光 X線回折分析による定性分析結果を表 2 に示す。定性分析は、波長分散型蛍光 X線分析装置 ZSX Primus2 (株式会社リガク製) を用いて求めた。分析条件は、X線出力 3 KW、照射半径 10mm、1 試料あたり測定時間約 37 分である。表 2 より、主成分の Si の標準試料に占める割合が 94.2%で、ほかに K が 4.5%、Fe が 0.49%などであった。

表 2 JASFM Tri 31 の定性分析結果

成分名	重量%
Mg	0.0282
Al	0.0077
Si	94.1922
P	0.015
S	0.0114
K	4.5276
Ca	0.4258
Ti	0.0797
Cr	0.1439
Fe	0.4963
Ni	0.0589
Cu	0.0103
Ag	0.0028

(5) 粒度分布

JASFM Tri 31 の粒度分布をレーザー回折／散乱式粒子分布測定装置 LA-950（堀場製作所）を用いて求めた結果を図 2 に示す。

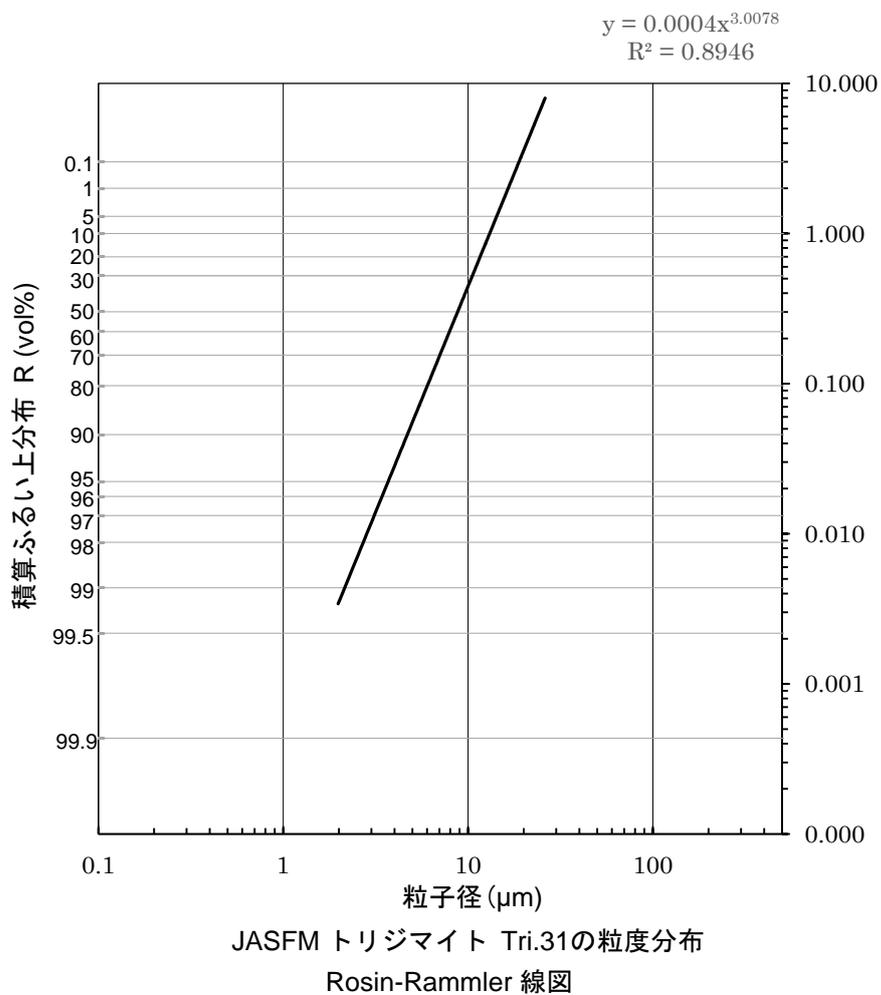


図 2 JASFM Tri 31 の粒度分布図

4. 微斜長石標準試料 (JASFM Mic 41)

試料名 JASFM Mic 41 の微斜長石標準試料は、りん酸法の分析用標準試料である。

(1) 産地

JASFM Mic 41 に用いた微斜長石は、石川山産微斜長石である。

(2) X線粉回折分析データ

JASFM Mic 41 の X 線回折分析図形を図 1 に示した。X 線分析装置及び X 線分析装置及び測定条件は、表 1 に示した。X 線粉末回折図形からは、夾雑物の存在を示すようなピークは認められなかった。

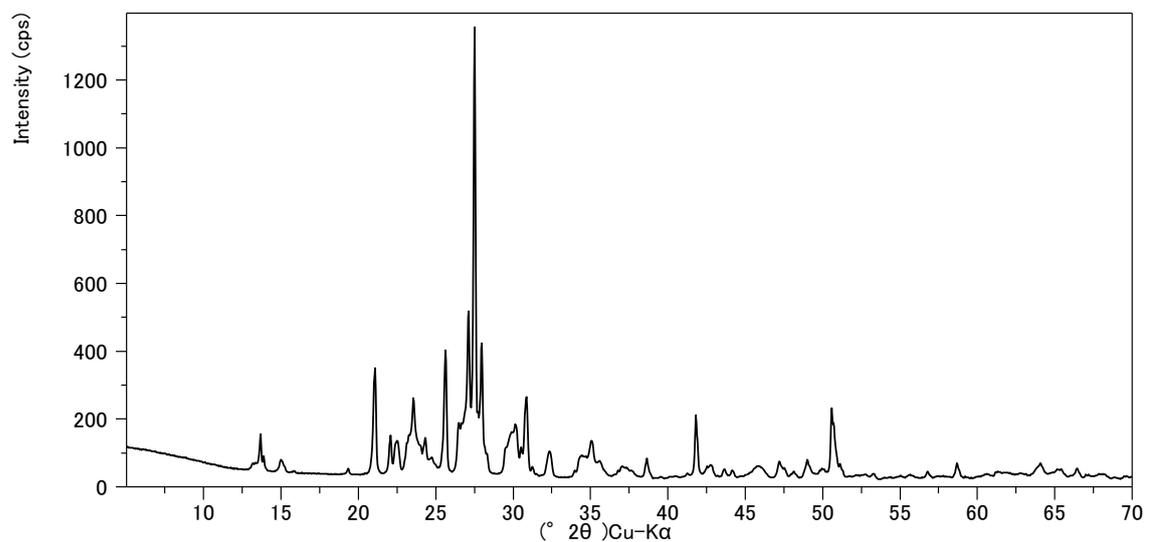


図 1 JASFM Mic 41 の X 線回折分析図

表 1 X 線回折測定条件

X 線回折装置	PANalytical X'Pert PRO MPD
対陰極	銅 (Cu)
単色化	K-β 除去フィルター : Ni
管電圧(kV)	45
管電流(mA)	40
走査速度(° /min)	2
発散スリット(mm)	5.5 (X'Celerator 検出器用)
散乱スリット(°)	5.5
受光スリット(°)	半導体検出器(開孔径 0.07mm)
走査範囲(2θ°)	5-70
回転試料台	1 回転/秒

(4) 蛍光 X 線分析による定性分析

JASFM Mic 41 の蛍光 X 線回折分析による定性分析結果を表 2 に示す。定性分析は、波長分散型蛍光 X 線分析装置 ZSX Primus2 (株式会社リガク製) を用いて求めた。分析条件は、X 線出力 3 KW、照射半径 10mm、1 試料あたり測定時間約 37 分である。

表 2 より、主成分の Si の標準試料に占める割合が 51.1%で、ほかに K が 30.3%、Al が 15.2%、Na が 2.8%などであった。

表 2 JASFM Mic 41 の定性分析結果

成分名	重量%
Na	2.8202
Al	15.2104
Si	51.1993
P	0.031
K	30.3282
Ca	0.1424
Fe	0.0824
Ni	0.0093
Rb	0.0813
W	0.0811
Pb	0.0145

(5) 粒度分布

JASFM Mic 41 の粒度分布をレーザー回折／散乱式粒子分布測定装置 LA-950（堀場製作所）を用いて求めた結果を図 2 に示す。

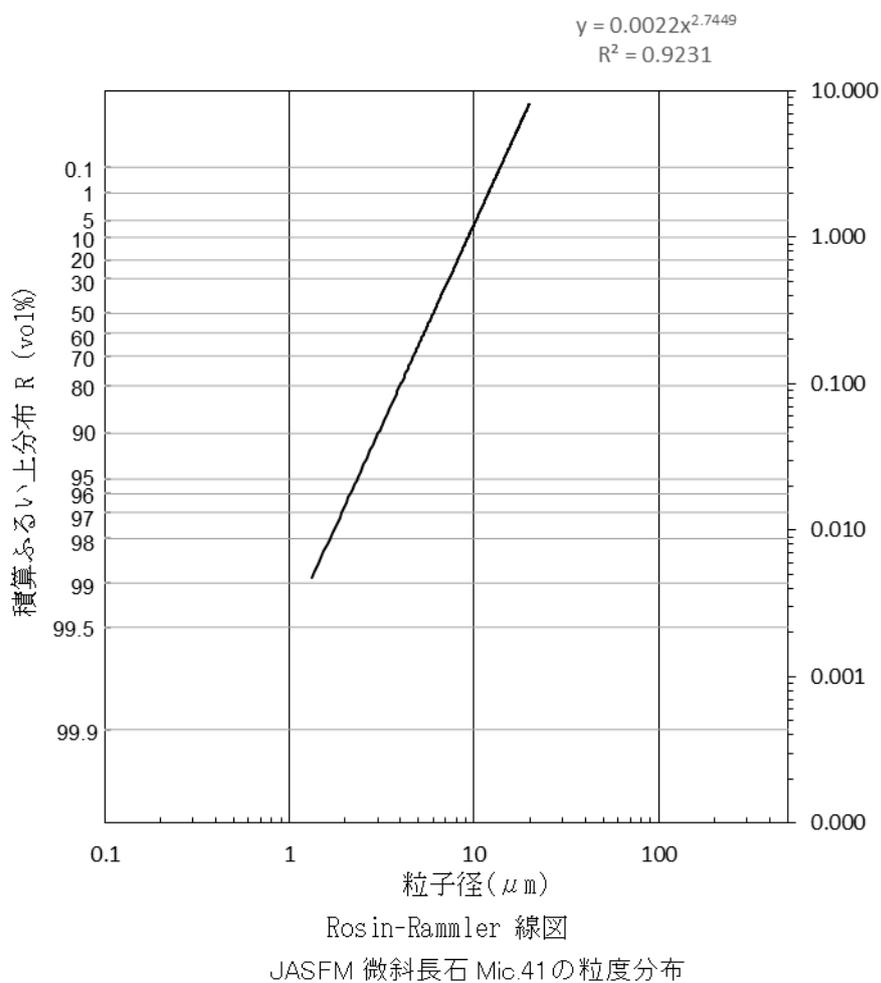


図 2 JASFM Mic 41 の粒度分布

JASFM 分析用標準試料の解説

令和2年5月1日発行（非売品）

編集・発行 一般社団法人日本繊維状物質研究協会

〒243-0211 神奈川県厚木市三田 2-10-10

TEL. 046-243-1112 FAX. 046-241-5612

本書の一部または全部を無断で複写、転記機、磁気媒体へ入力することを禁じます。