

参考資料

標準試料データ(既存データ) 目次

※当該データは参考資料として掲載しております。

これらについて公益社団法人日本作業環境測定協会様への問い合わせ等をご遠慮ください。

目次

クリソタイル標準試料	Jawe111	.....	206
アモサイト標準試料	Jawe211	.....	212
クロシドライト標準試料	Jawe311	.....	218

# 1.1 クリソタイル標準試料

## JAWE 111

### (1) クリソタイル標準試料 JAWE 111

試料名 JAWE 111 のクリソタイル標準試料は、X線回折分析用標準として調整したものである。

分析対象は、主として作業環境中の浮遊粉じんおよびアスベストを含む原料・材料・建材・製品などで、環気中のアスベスト濃度あるいは原材料などに含まれるアスベストの含有率の分析に用いられる。

### (2) 産地と試料調整法

米国カリフォルニア州サンベニト郡南東およびフレズノ郡西方に分布するニューアトリア蛇紋岩体中には、高品位の短繊維クリソタイルが胚胎している<sup>1)</sup>。Union Carbide 社が同地域に鉱山を所有し、種々のグレードのクリソタイル原綿を生産している。JAWE 111 は、Union Carbide 社の Standard Grade 100 シリーズの 1 製品をそのまま用い、特別な試料調整は行っていない。したがって、鉱山での粉碎過程を経て解綿された状態のままのものである。Standard Grade 100 シリーズは、Canadian 7 R と同等品で、ピニールタイルやアスファルト床タイル用として使用されていたものである。

### (3) X線粉末回折分析データ

JAWE 111 は、短繊維クリソタイルであるためそのまま X線回折分析用試料支持板につめることができる。また、水に分散したり空気中に飛散させてメンブランフィルターで吸引ろ過捕集するのにも適している。X線粉末回折図形を図 1 に示し

た。測定条件は、表 1 のとおりである。夾雑物として、ブルーサイト (brucite,  $Mg(OH)_2$ )、石英 ( $\alpha$ -quartz,  $SiO_2$ )、方解石 (calcite,  $CaCO_3$ ) および磁鉄鉱 (magnetite,  $Fe_3O_4$ ) が微量認められたが、いずれも 1% 以下と見積られ、JAWE 111 のクリソタイル含有率は 95% 以上である。X線粉末回折線の  $d$  値 ( $\text{\AA}$ ) を回折角 ( $2\theta$ ) とともに表 2 に示した。

### (4) 化学組成

表 3 に JAWE 111 の化学分析値を、他の産地の

表 1 X線回折分析測定条件

X線源	銅対陰極管球, Cu-K $\alpha$ 線
管電圧・電流	30 kV・40 mA
モノクロメーター	グラフアイトまたは不使用
発散スリット	1°
散乱スリット	1°
受光スリット	0.3 mm
ゴニオメーター半径	185 mm
走査速度	2°/min

表 2 JAWE 111 の X線粉末回折線データ (Cu-K $\alpha$ )

$2\theta$ (°)	$d$ ( $\text{\AA}$ )	$I/I_0$	Impurity
12.1	7.31	100	
18.6	4.77	6	Brucite
19.8	4.48	10	
20.9	4.25	3	
24.4	3.65	85	
29.4	3.04	5	Calcite
34.6	2.592	10	
35.6	2.522	10	
36.7	2.449	10	
43.2	2.099	3	
50.0	1.824	2	
52.4	1.746	3	
60.2	1.537	12	
63.7	1.459	3	

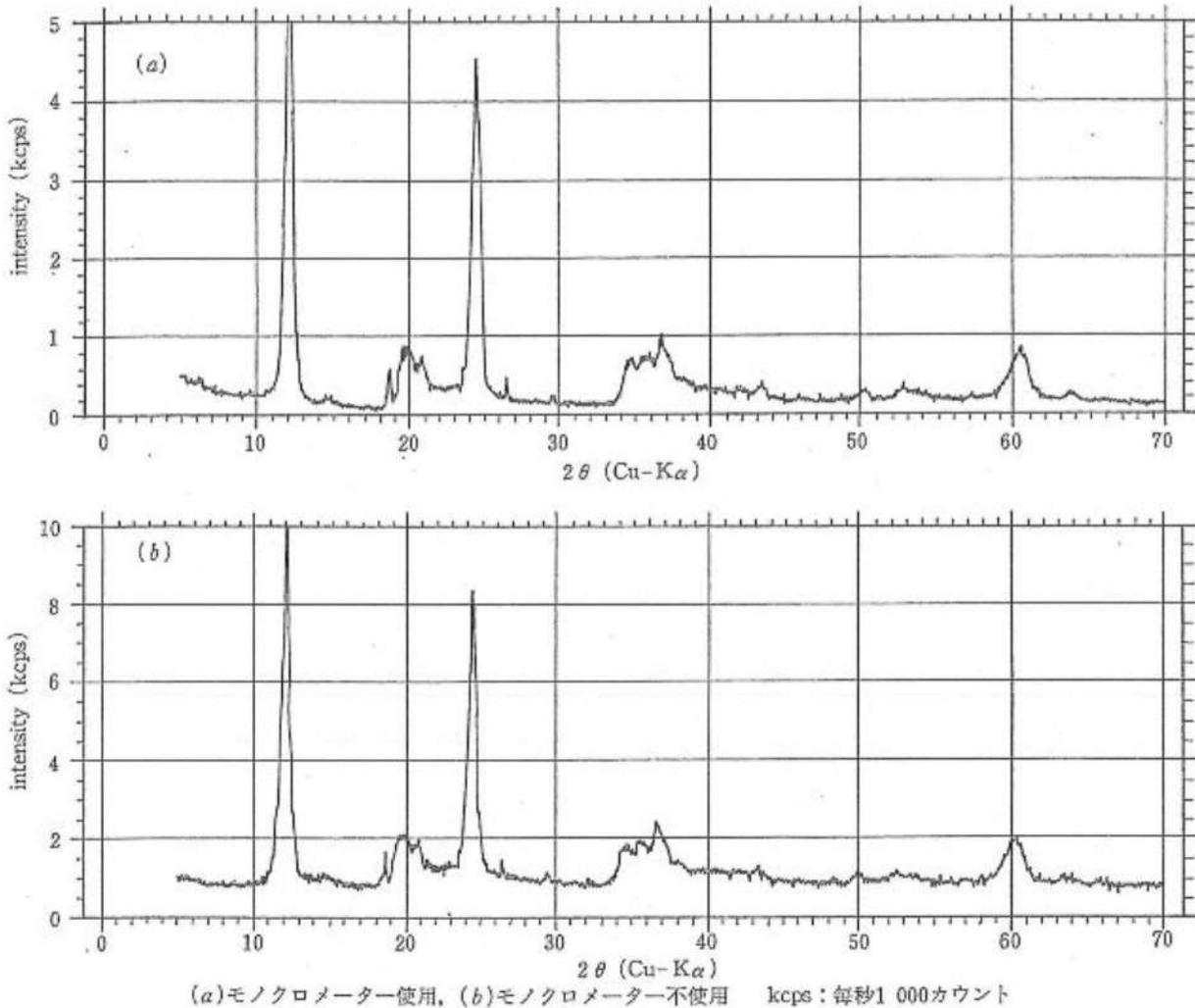


図1 JAWE 111のX線回折図形

クリソタイルと比較して示してある。Si, Mgを主陽イオンとし、微量のAl, Fe, Caなどが存在しているごく標準的なクリソタイルの化学組成を有している。また、クリソタイルの理想化学構造式は、 $Mg_3Si_2O_5(OH)_4$ とされているが、化学構造式の面からもほぼ標準的なクリソタイルであることを示している。しかし、より詳細にみると、本クリソタイルの分析値および同じ産地のクリソタイルの分析値の文献値は、ともに四面体位置のSiの若干の欠損と八面体陽イオンの若干の過剰量があることを示し、カナダ産の長繊維クリソタイルの分析値(表3, Cassiar)は、若干の陽イオン置換はあるもののほぼ理想化学構造式に近い組成を示している。この両者の化学組成の若干の差異がクリソタイル繊維の結晶成長の差異と関連がある

のか鉱物学者間で議論されている。

なお、化学分析方法は付録に簡単に示してある。

### (5) 結 晶 度

結晶の結晶度(crystallinity)は、一般にX線粉末回折図形のピークプロファイルを解析して表わされることが多い。すなわち、結晶の単位胞(unit cell)が広範囲にわたって整然と連続している場合、結晶度はよく、X線回折図形のピークプロファイルは鋭い回折線として検出される。もし結晶が成長する過程で種々の環境条件の変化などによって結晶を構成している単位胞の連続性が妨害されたり、あるいは粉砕される過程で単位胞の連続性がみだされたりすると、いわゆる結晶度の悪い結晶となり、X線回折線もブロードになる。

表 3 クリソタイルの化学組成

	JAWE-111	New Idria	Cassiar	UICC-A	UICC-B
SiO <sub>2</sub>	39.00	39.77	40.75	39.89	38.10
TiO <sub>2</sub>	tr			0.02	tr
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.53	0.66	3.37	0.76	0.40
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2.75	2.02	0.44	1.97	2.39
FeO	0.98	ND	0.28	0.49	1.14
MnO	0.08	0.07	0.03	0.06	0.06
MgO	41.68	40.62	41.28	42.60	43.26
CaO	0.45	0.32	0.35	0.33	0.17
Na <sub>2</sub> O	0.05	tr	0.07	tr	0.02
K <sub>2</sub> O	tr	tr	0.04	tr	0.02
H <sub>2</sub> O <sup>+</sup>	13.43	12.69	12.86	12.58	13.67
H <sub>2</sub> O <sup>-</sup>	0.44	1.54	0.78	0.87	0.66
CO <sub>2</sub>		0.78	0.44		
Total (%)	99.78 <sup>a)</sup>	98.48	100.69	99.85 <sup>b)</sup>	100.04 <sup>c)</sup>
Si	1.88	1.93	1.90	1.89	1.84
Al	0.03	0.04	0.10	0.04	0.02
Σ tetra	1.91	1.97	2.00	1.93	1.86
Al	—	—	0.09	—	—
Fe <sup>3+</sup>	0.10	0.07	0.02	0.07	0.09
Fe <sup>2+</sup>	0.04	—	0.01	0.02	0.05
Mg	2.99	2.94	2.87	3.01	3.11
Σ octa	3.03	3.01	2.99	3.10	3.25
(O <sub>2</sub> OH)	14	14	14	14	14

ND: 検出されず, tr: 痕跡 (<0.01%), 空欄は未分析.

a) NiO: 0.21%, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 0.18%含む, b) NiO: 0.16%, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 0.12%含む.

c) NiO: 0.10%, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 0.05%含む.

JAWE 111 の結晶度を調べ、他の試料と比較した。結晶度測定条件は表 4 に、また、図 2 には (004) 回折線のピークプロファイルを示してある。図中の角度は各クリソタイル試料のピークの半価幅を表し、その値が小さいほど結晶度がよいことを意味している。いずれもほぼ類似の結晶度と考えられる。

実際には、このピークプロファイルには試料の結晶度に由来する因子とともに回折計に由来する機械的因子が混在している。回折線の幅がゼロになると考えられる完全結晶に近似できるようなある基準物質を同様に測定して得られた回折線の幅は機械的因子量と考え、被検試料の回折線の半価幅から差引いて残りの半価幅から試料自身の「結晶子サイズ」(domain) を定量的に表現する方法が、Sherrer によって提案されている (付録参照)。

このようにして JAWE 111 の結晶子サイズを求

表 4 結晶度測定条件

X 線源	銅対陰極管理球, Cu-K $\alpha$ 線
管電圧・電流	40 kV・30 mA
モノクロメーター	グラファイト
スリット系	
発散スリット	0.5°
散乱スリット	0.5°
受光スリット	0.15 mm
ゴニオメーター半径	185 mm
走査速度	ステップスキヤニング: 0.002° きざみ
基準物質	NBS 672 ("Mica")

表 5 結晶サイズ

hkl	結晶子サイズ ( $e$ )
002	177.5 Å
004	179.5 Å
060	128.1 Å

めた結果 (表 5), C 軸方向に約 180 Å (単位胞として約 12~13 個分), b 軸方向に約 128 Å (同 14 個程度) の値が得られた。

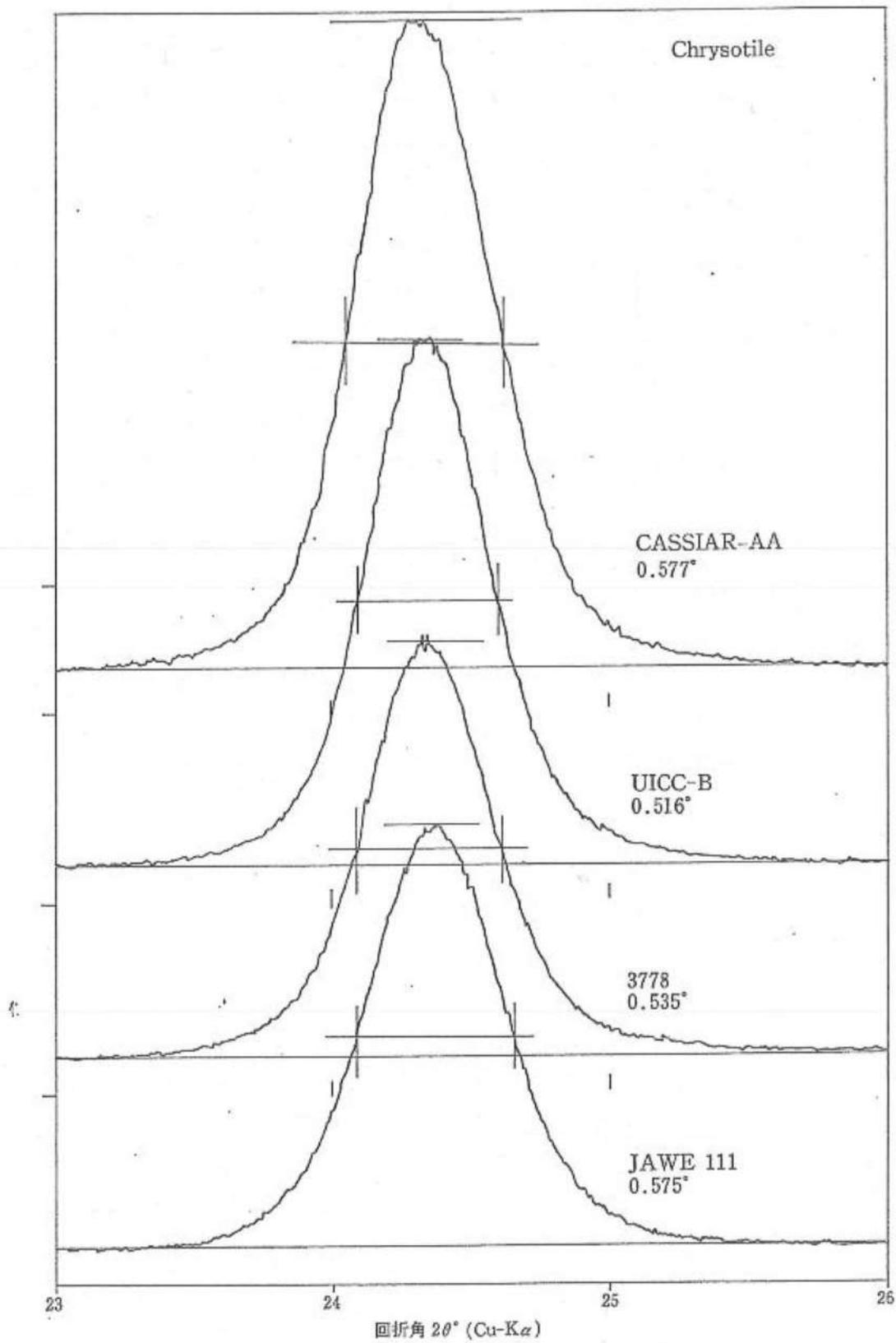


図 2 結晶度の他の試料との比較

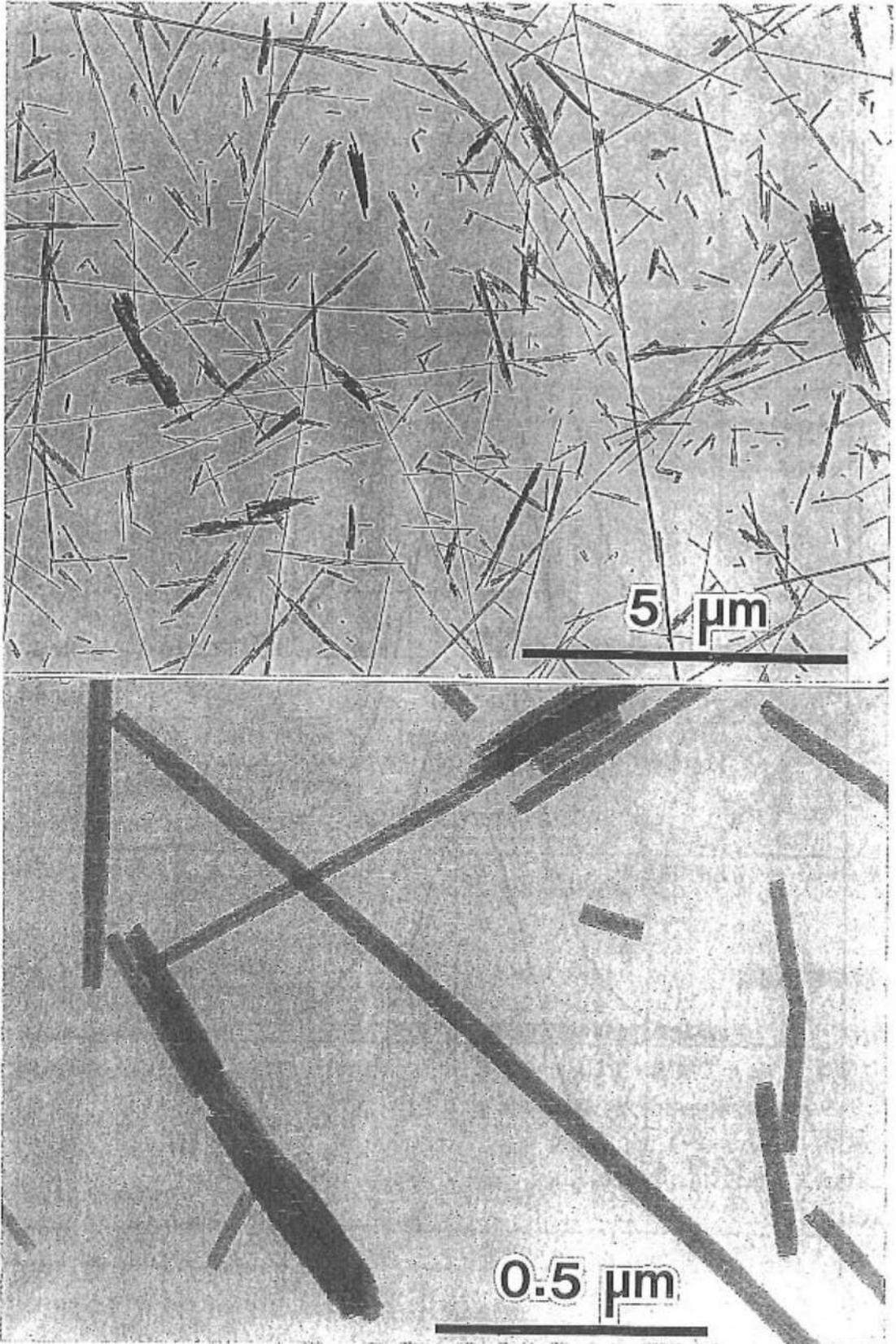


図 3 透過型電子顕微鏡 (TEM) によるクリソタイル繊維の形状

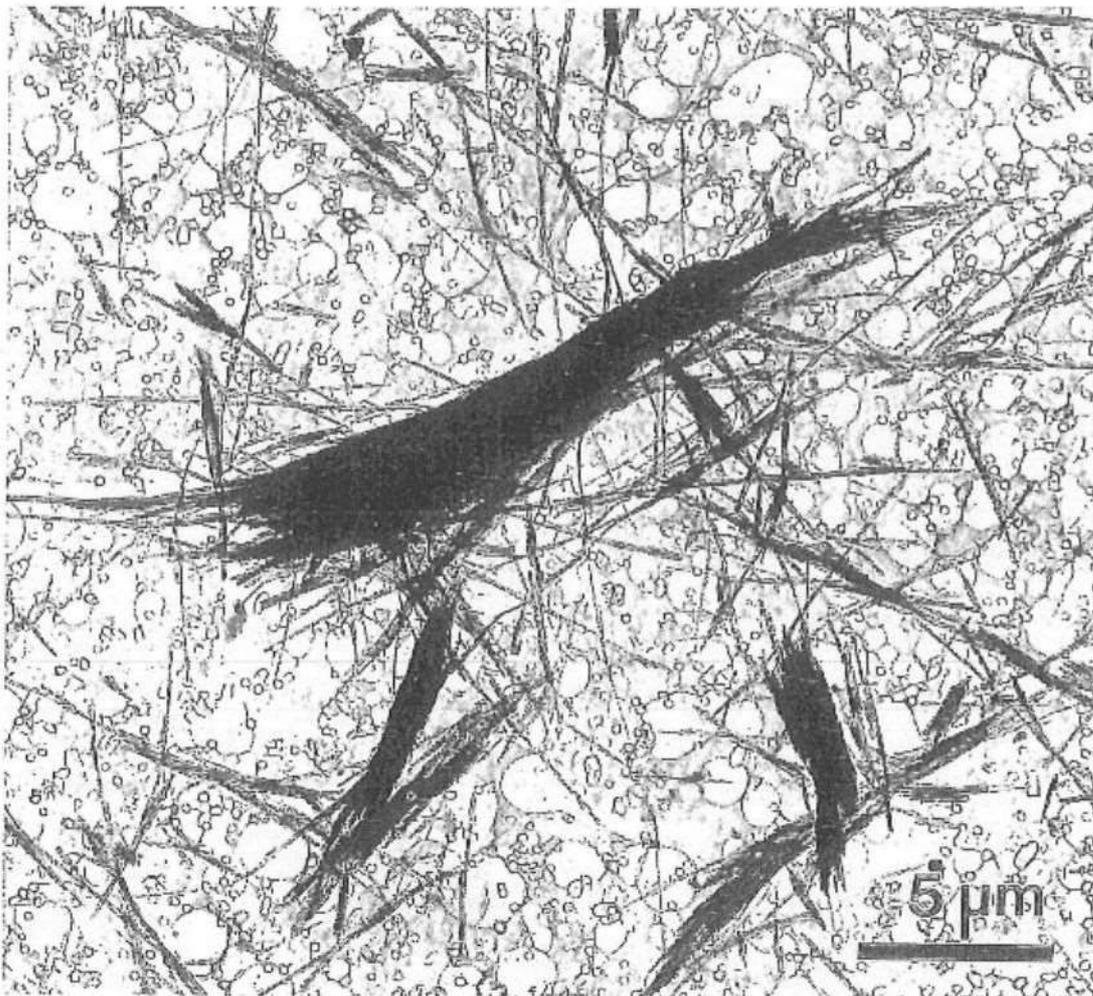


図4 分散処理が劣る場合のクリソタイル繊維の形状 (TEM)

#### (6) 屈折率の測定

屈折率既知のいくつかの浸液に試料を分散浸漬させ、NaD線を光源として室温(20°C)で焦点移動にともなうベッケ線の動きと消失を目印に測定した。その結果、 $\alpha=1.547\sim 1.551$ 、 $\gamma=1.556\sim 1.560$ で、一般のクリソタイルの屈折率とよく一致した値が得られた。

屈折率の詳しい測定方法については付録を参照されたい。

#### (7) 透過型電子顕微鏡観察

透過型電子顕微鏡 (TEM) で観察した JAWE

III クリソタイル繊維を図3に示してある。試料は蒸留水中に超音波分散させ、TEM用グリッド上の親水化処理を施したカーボン補強コロジオン膜上に1滴滴下し風乾してそのまま観察試料とした。図3は極めてよく分散したクリソタイルの単繊維状態を表している。JAWE IIIのクリソタイルは大部分が長さ5 $\mu\text{m}$ 以下で太さ0.02~0.03 $\mu\text{m}$ の微小繊維であることが分かる。

分散処理がやや劣る場合は、図4のように微小繊維の集合状態も多く見られる。

#### 参考文献

- 1) Mumpton, F.A. and Thompson, C.S.: Clays & Clay Miner. 23, 131~143, 1975

## 1.2 アモサイト標準試料 JAWE 211

### (1) アモサイト標準試料 JAWE 211

試料名 JAWE 211 のアモサイト標準試料は、クリソタイル標準試料 JAWE 111 と同様に X 線回折分析用標準試料として調整されたが、再発じんさせてメンブランフィルターに捕集すれば、光顕用のプレパラートの作製にも使用できる。X 線分析の測定対象は JAWE 111 の場合と同様であるので 7 および 8 頁を参照されたい。

### (2) 産地と試料調整法

JAWE 211 に用いたアモサイトの産地は、南アフリカ共和国 Transvaal 州である。

鉾山の粉碎工場で粉碎・解縮し袋づめされて輸入されたアモサイトを、ワイレーミルで 0.5 mm 目開きのメッシュ・スクリーンを使って粗粉碎し、さらに再び 0.1 mm メッシュ・スクリーンに代えて微粉碎したものである。

### (3) X 線粉末回折分析データ

通常の Al 製試料板につめて分析した X 線粉末回折図形を図 1 に示した。図 1 (a) はグラフアイトモノクロメータを使用、(b) はモノクロメータを使用せずに Ni フィルターのみで分析したものである。モノクロメータを使用しないとアモサイトに含まれている鉄の影響で著しいバックグラウンドの上昇

表 1 JAWE 211 の X 線粉末回折線データ (Cu-K $\alpha$ )

$2\theta(^{\circ})$	$d(\text{\AA})$	$I/I_0$	$2\theta(^{\circ})$	$d(\text{\AA})$	$I/I_0$
7.5	11.8	3	35.7	2.515	2
8.7	10.2	3	36.5	2.462	1
9.6	9.2	10	37.9	2.374	3
10.6	8.35	85	38.5	2.338	3
17.3	5.13	2	39.3	2.292	2
18.9	4.70	21	40.5	2.227	1
19.3	4.60	11	41.0	2.201	3
20.9	4.25	2	43.4	2.085	2
21.3	4.17	20	44.0	2.058	2
21.9	4.06	1	45.2	2.006	1
23.0	3.87	1	45.6	1.989	1
25.7	3.466	1	48.9	1.863	4
26.1	3.414	1	49.7	1.834	1
26.6	3.351	9	50.1	1.821	1
27.3	3.273	45	51.0	1.791	2
29.1	3.074	100	55.1	1.67	4
29.7	3.008	1	56.1	1.639	10
30.6	2.921	1	59.3	1.560	10
32.2	2.777	19	60.7	1.527	10
34.0	2.640	4	63.3	1.469	4
35.0	2.560	3	66.4	1.408	3

があり、弱い回折線は見分けにくくなっている。測定条件は JAWE 111 と同様である (8 頁, 表 1)。X 線粉末回折分析では、ほとんど不純物は認められず、含有率は 99% (非晶質分は除く) 程度と見込まれる。X 線粉末回折図形の  $2\theta-d(\text{\AA})-I/I_0$  の値を表 1 に示してある。

#### (4) 化学組成

表 2 に JAWE 211 の化学分析値を、他の産地のアモサイトとともに示してある。JAWE 211 の化学組成は文献にあるアモサイトの化学組成とよく似た極めて一般的なアモサイトであるといえる。すなわち、第 1 鉄 (FeO) を約 35% と多量に含有し、逆に第 2 鉄 ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) は少ない、また JAWE

211 は、やや高い MnO 含有率を示すのが特徴となっている。

表 3 の中では、Penge 鉱山産アモサイトを除く 3 つのアモサイトはいずれもよく似た化学組成を示している。

#### (5) 結 晶 度

JAWE 211 の結晶度を X 線粉末回折線のピーク幅から調べた。測定条件は、JAWE 111 の表 4 と同様で、電圧・電流：40 kV・20 mA、対陰極：銅 (Cu-K $\alpha$ )、スリット系： $1/2^\circ-1/2^\circ-0.15$  mm で行い、基準物質には NBS 675 の“Mica”を使用した。JAWE 211 の測定の際には、配向効果の影響を小さくするために約 1/2 量 (体積比) のシリカゲル

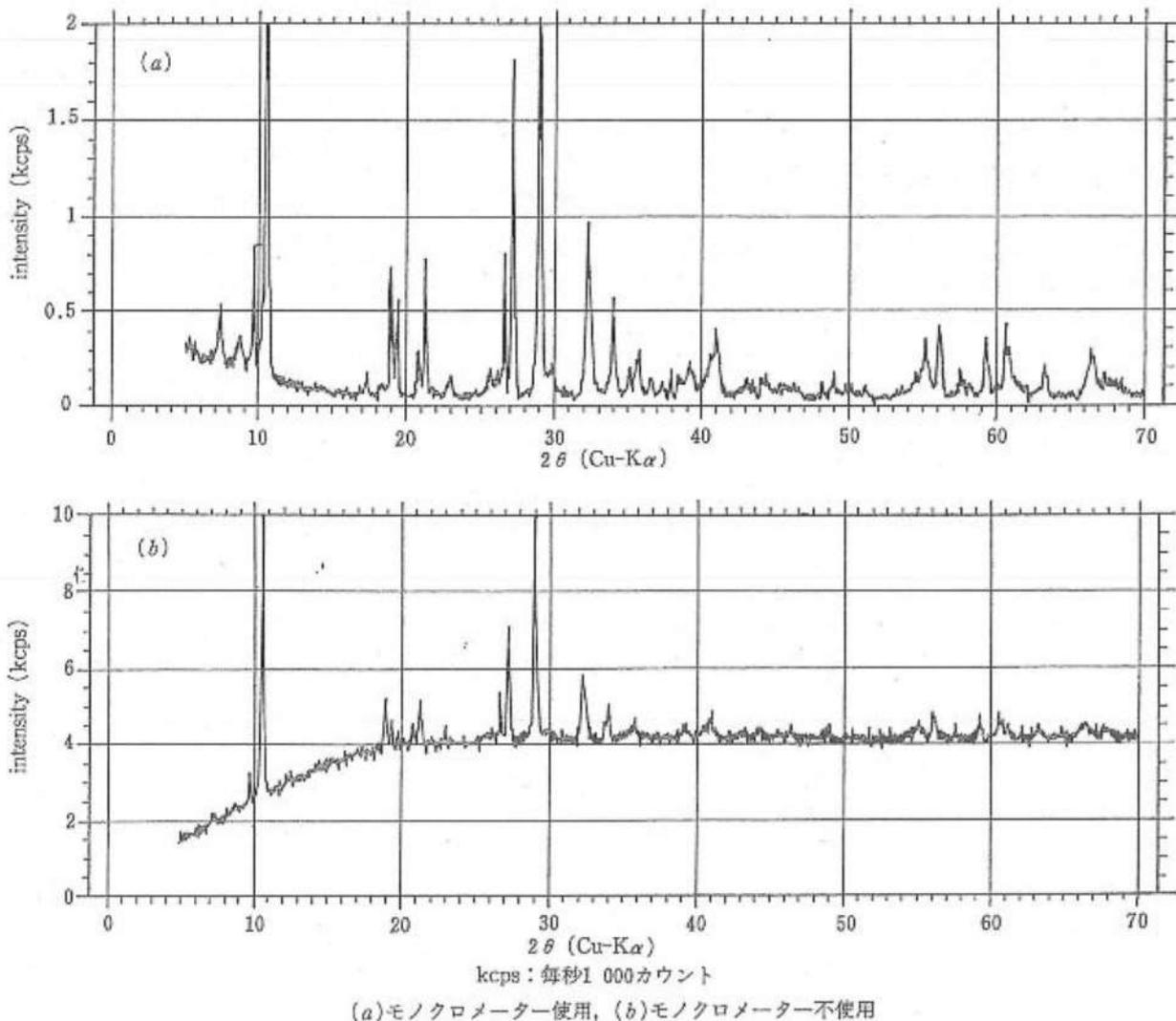


図 1 JAWE 211 の X 線回折図形

表 2 アモサイトの化学分析値

	JAWE211	Penge*	Weltevreden*	UICC
SiO <sub>2</sub>	50.70	49.70	51.30	50.53
TiO <sub>2</sub>	0.04			
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.59	0.40	—	0.55
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.84	0.03	0.90	1.90
FeO	34.93	39.70	35.50	35.34
MnO	2.45	0.22	1.76	1.82
MgO	5.79	6.44	6.90	6.43
CaO	0.39	1.04	0.95	0.51
Na <sub>2</sub> O	0.03	0.09	0.05	0.02
K <sub>2</sub> O	0.38	0.63	0.51	0.27
H <sub>2</sub> O(+)	2.30	1.83	2.31	2.32
H <sub>2</sub> O(-)	0.36	0.09	0.05	0.20
Total(%)	99.82(%)	100.17(%)	100.23(%)	99.93(%)

\* 南ア Transvaal州 (データは文献1)

表 3 アモサイトの化学構造式

	JAWE211	Penge*	Wellevreden*	UICC
Si	8.03	7.90	8.06	7.98
Al	—	0.08	—	0.02
Σtetra	8.03	7.98	8.06	8.00
Al	0.11	—	—	0.09
Fe <sup>3+</sup>	0.22	0.00	0.11	0.23
Fe <sup>2+</sup>	4.63	5.28	4.66	4.67
Mn	0.33	0.03	0.23	0.24
Mg	1.37	1.53	1.62	1.51
Ca	0.07	0.18	0.16	0.09
Na	0.01	0.03	0.02	0.01
K	0.08	0.13	0.10	0.05
Σocta	6.82	7.18	6.90	6.89

\* 南ア Transvaal州

表 4 結晶子サイズ

Mica(NBS675)			JAWE211			
kk1	2θ	βi	kk1	2θ	βi	ε
002	17.950	0.104	200	8.752	0.164	736Å
003	26.959	0.108	020	9.622	0.165	731Å
007	65.558	0.150	110	10.615	0.168	732Å
060	60.558	0.279	400	18.982	0.163	700Å

を混合した。

表 4 に “Mica(NBS 675)” と JAWE 211 の各測定回折線の指数, 回折角, 半価幅 ( $\beta_i$ ) を示した。Mica と JAWE 211 の対応する回折線の角度のずれは補間法により同一角度での  $\beta_i$  を求め, JAWE 211 の  $\beta_i$  から Mica の  $\beta_i$  を差引いた後, Scherrer の式から結晶子サイズ ( $\epsilon$ ) を算出した。その結果,

表 4 に示すように  $a, b$  軸方向に 700 Å 程度の結晶子サイズを持っていると推定される。

図 2 に (110) と (310) のラインプロファイルを UICC のアモサイトと比較して示した。JAWE 211 の  $\beta_i$  は UICC の  $\beta_i$  よりやや鋭く, UICC よりも結晶度がややよいことを示している。

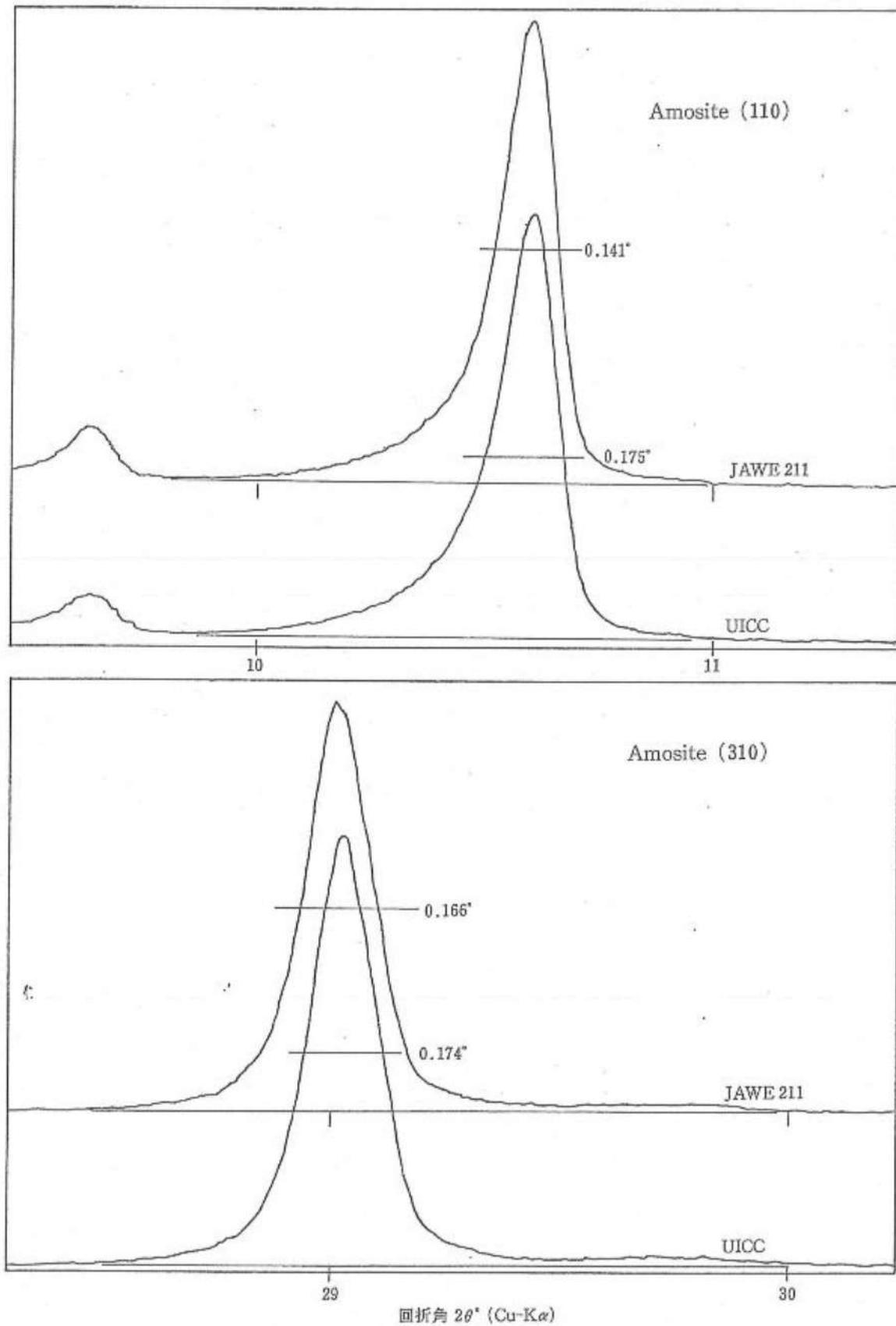


図 2 結晶度の他の試料との比較

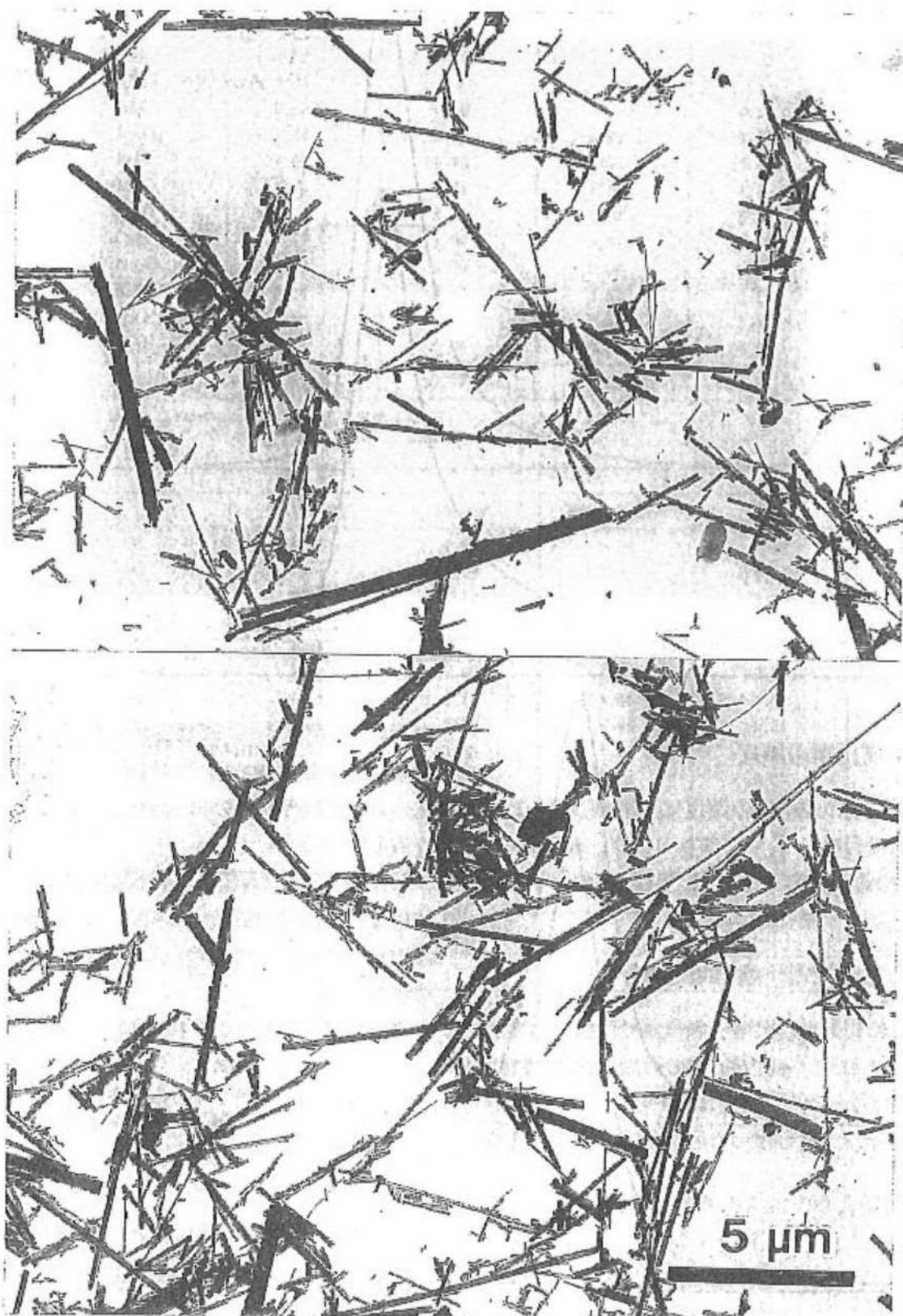


図 3 JAWE 211 の透過型電子顕微鏡写真

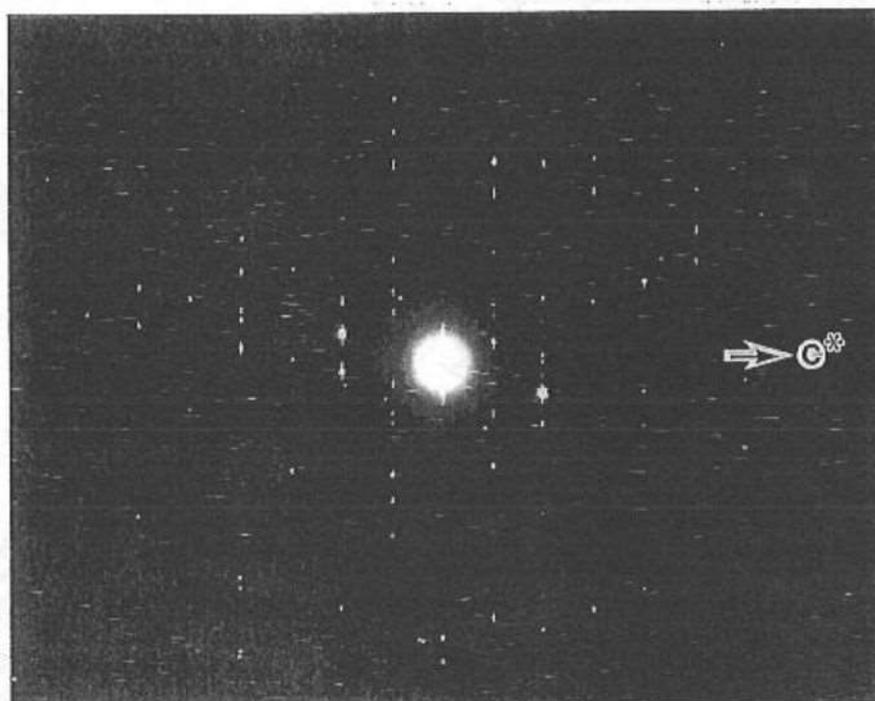


図4 JAWE 211の電子線回折図形

#### (6) 屈折率の測定

JAWE 211の屈折率の測定は、JAWE 111と同様の方法で行い、 $n_x=1.671\sim 1.674$ 、 $n_y=1.689\sim 1.692$ の値が得られた。この値は、アモサイトの文献値とよく一致している。

#### (7) 透過型電子顕微鏡観察

JAWE 211を透過型電子顕微鏡で観察し、繊維状粒子の大きさ、非晶質物質の有無、共存鉱物の検索などを行った(図3)。繊維長は $1\sim 10\ \mu\text{m}$ 、幅は $0.1\sim 0.2\ \mu\text{m}$ 程度のものである。しかし、 $1\ \mu\text{m}$

以下の微小粒子片も多数認められ、一方 $100\ \mu\text{m}$ 以上の長繊維も粉砕されずに残っている。 $100\ \mu\text{m}$ 以上の長繊維粒子は、水ヒによって除去されてしまうものもある。

したがって、JAWE 211の懸濁液を作ってX線回折分析用の検量線を作る際、長い繊維状粒子の沈でんを防ぐようにしないと誤差が大きくなる可能性がある。

電子線回折パターンを図4に示した。

#### 参考文献

- 1) Michaels, L. and Chissick, S.S. (eds) (1979) *Asbestos*, vol.1, p.80~81, John Wiley & Sons, Chichester.



## 1.3 クロシドライト標準試料 JAWE 311

### (1) クロシドライト標準試料 JAWE 311

試料名 JAWE 311 のクロシドライト標準試料もクソソタイル標準試料 JAWE 111 およびアモサイト標準試料 JAWE 211 と同様に X 線回折分析用標準試料として調整されたものである。分析の対象も JAWE 111, 211 と同様である。

### (2) 産地と試料調整法

JAWE 311 に用いたクロシドライトの産地は、南アフリカ共和国 Cape 州である。

試料は JAWE 211 と同様の方法で調整した。すなわち、鉱山で解締・袋づめされて輸入されたクロシドライトの繊維（超長繊維が多い）をまず 0.5 mm 目開きのメッシュ・スクリーンをつけたワイレーミルで粗粉碎し、再び 0.1 mm 目開きメッシュ・スクリーンを用い微粉碎した。

### (3) X 線粉末回折分析データ

JAWE 311 を Al 製試料板につめて通常の X 線粉末回折計で得た粉末回折図形を図 1 に示した。図 1(a) は、グラファイトモノクロメーターを使用

表 1 JAWE 311 の X 線粉末回折線データ (Cu-K $\alpha$ )

$2\theta(^{\circ})$	$d(\text{\AA})$	$I/I_0$	$2\theta(^{\circ})$	$d(\text{\AA})$	$I/I_0$
9.3	9.5	1	42.5	2.217	1
10.6	8.35	100	43.2	2.094	1
18.2	4.87	1	43.7	2.074	1
18.8	4.72	1	44.7	2.027	4
19.7	4.51	24	45.5	1.993	1
20.9	4.25	2	46.3	1.961	1
23.0	3.88	1	46.9	1.937	1
24.5	3.63	1	48.4	1.881	1
24.9	3.58	1	48.9	1.863	2
26.1	3.414	4	50.2	1.817	1
26.7	3.339	11	50.7	1.800	4
27.4	3.261	11	53.1	1.725	2
28.8	3.211	65	53.9	1.701	1
30.1	2.969	2	54.5	1.684	1
30.9	2.898	3	55.5	1.656	6
32.1	2.788	11	56.4	1.631	3
33.0	2.718	17	57.2	1.612	7
34.5	2.600	6	58.0	1.590	1
35.5	2.529	6	58.6	1.575	2
38.0	2.368	2	61.7	1.503	6
38.9	2.315	6	64.0	1.455	3
39.9	2.259	1	65.7	1.421	6
41.5	2.176	6	68.1	1.379	2

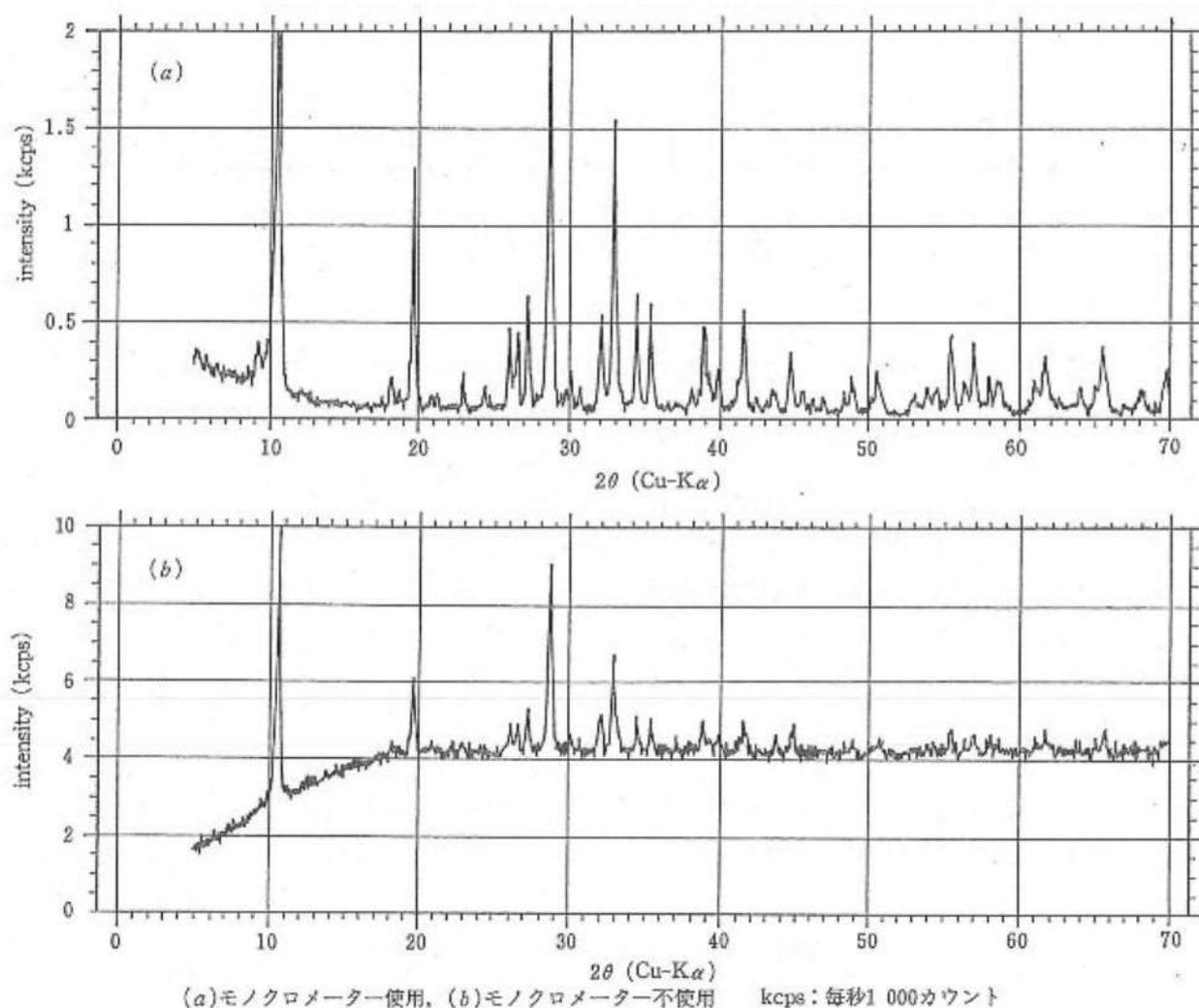


図1 JAWE 311のX線回折図形

して、図1(b)は、モノクロメーターを使用せずにNiフィルターのみの測定したものである。モノクロメーターを使用しないと試料中に成分として含まれている鉄のため、Cu-K $\alpha$ 線では白色X線によるバックグラウンドの上昇が著しく、特に弱い回折線は見にくくなる。測定条件はJAWE 211の測定条件と同様である。共存鉱物などの不純物はほとんど認められず、試料中のクロシドライト含有率は99%（非晶質分は除く）程度と推定される。X線粉末回折図形の $2\theta-d(\text{\AA})-I/I_0$ の値を表1に示した。

#### (4) 化学組成

表2にJAWE 311の化学分析値を、他の産地のクロシドライトとともに示した。クロシドライト

の化学組成の特徴はSiとFeの他にNaを比較的多く含んでいることである。アモサイトとクロシドライトとはNaとMgの量によって区別することができる。すなわちJAWE 311は、5.31%のNa<sub>2</sub>Oと3.23%のMgOを含有しているが、アモサイトの項の表2に示されているように、JAWE 211ではそれぞれ0.03%と5.79%である。また、アモサイトの鉄はほとんどが第1鉄(FeO)であるのに対しクロシドライトの鉄は、第1鉄と第2鉄の比がほぼ1:1になっており、アモサイトに比べて第2鉄が多い。また、MnOはJAWE 211に比べ少ない。

JAWE 311は、Kuruman 鉱山のクロシドライトとよく似た化学組成を持っている。

化学構造式を、表3に示してある。

表 2 クロシドライトの化学分析値

	JAWE311	Kuruman*	Pomfret*	UICC
SiO <sub>2</sub>	50.92	50.70	52.00	48.84
TiO <sub>2</sub>	<0.01			0.02
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.08	0.70	—	0.06
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	17.86	18.30	16.05	19.07
FeO	18.59	17.50	17.65	19.95
MnO	0.09	0.06	tr.	0.11
MgO	3.23	3.05	4.28	2.32
CaO	0.94	1.30	1.20	1.08
Na <sub>2</sub> O	5.31	5.30	6.21	5.58
K <sub>2</sub> O	0.08	tr.	0.06	0.06
H <sub>2</sub> O(+)	2.35	2.53	2.43	2.33
H <sub>2</sub> O(-)	0.25	0.29	0.26	0.34
Total(%)	99.71	99.73	100.14	99.76

\* 南ア Cape州 (データは文献1)

表 3 クロシドライトの化学構造式

	JAWE311	Kuruman*	Pomfret*	UICC
Si	7.87	7.82	7.94	7.68
Al	0.01	0.17	—	0.01
Σ tetra	7.88	7.99	7.94	7.69
Fe <sup>3+</sup>	2.08	2.13	1.85	2.26
Fe <sup>2+</sup>	2.40	2.26	2.25	2.63
Mn	0.01	0.01	—	0.02
Mg	0.74	0.70	0.97	0.54
Σ octa	5.23	5.10	5.07	5.45
Ca	0.16	0.22	0.20	0.18
Na	1.59	1.59	1.84	1.70
K	0.02	—	0.01	0.01
Σ 2M4	1.77	1.81	2.05	1.89

\* 南ア Cape州

表 4 結晶子サイズ

Mica(NBS652)			JAWE311			
hkl	2θ	βi(2θ°)	hkl	2θ	βi(2θ°)	z(Å)
002	17.95	0.104	020	9.54	0.161	751
003	26.96	0.108	040	19.71	0.163	701
007	65.56	0.150	110	10.55	0.250	269
060	60.56	0.279	310	28.73	0.228	313

## (5) 結 晶 度

JAWE 311 の結晶度を X 線粉末回折線のピークプロファイルを解析して調べた。測定条件は、JAWE 111 の場合と同様で(10 頁の表 4 および 40 頁の付

録を参照) 機械的因子を補正するための基準物質には“Mica”(NBS 675)を使用した。

また、JAWE 211 の測定のとおり同様 JAWE 311 の繊維結晶の配向効果の影響を小さくするために、シリカゲルを混合した。表 4 に JAWE 311 の各測

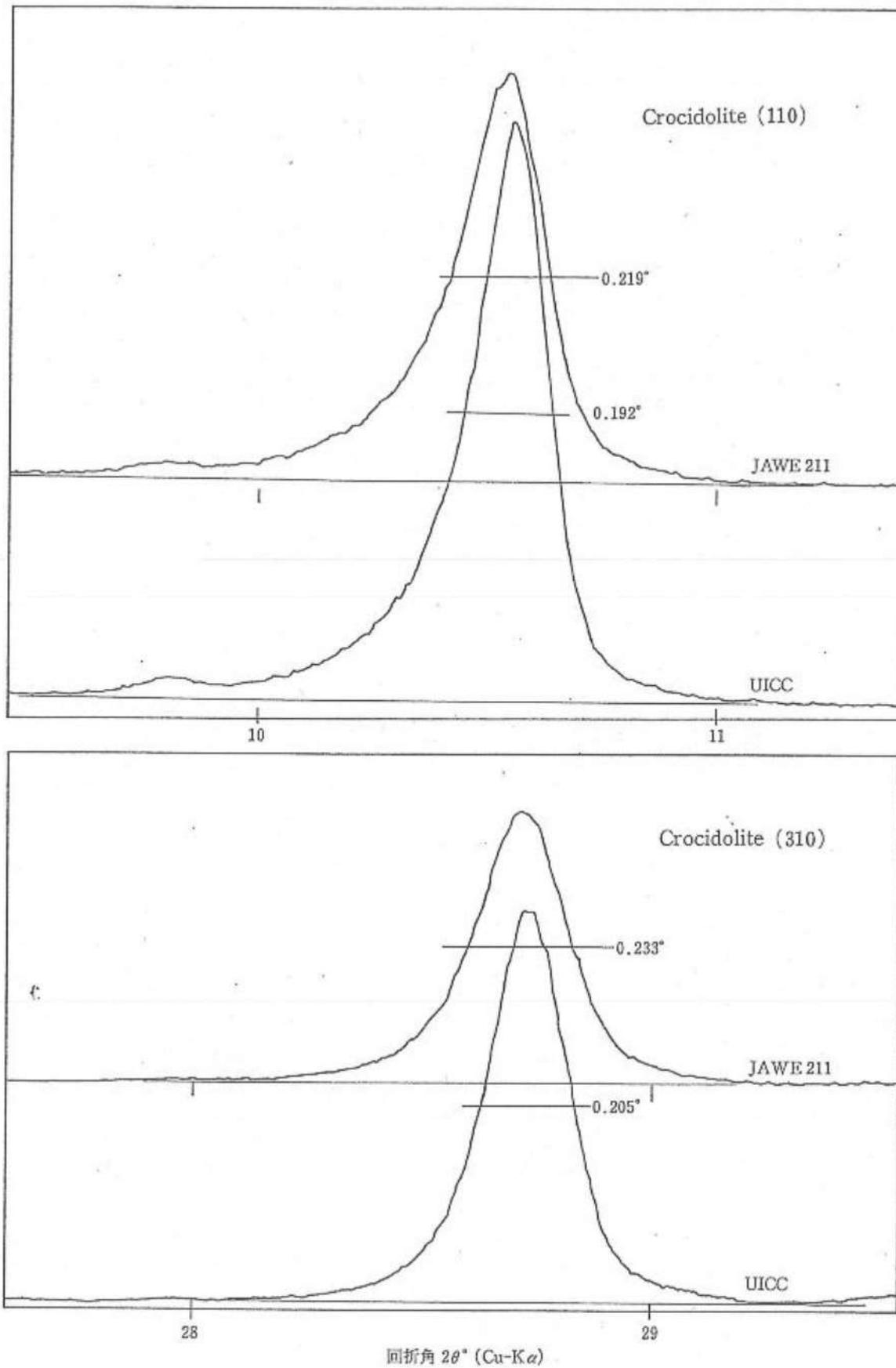


図 2 結晶度の他の試料との比較

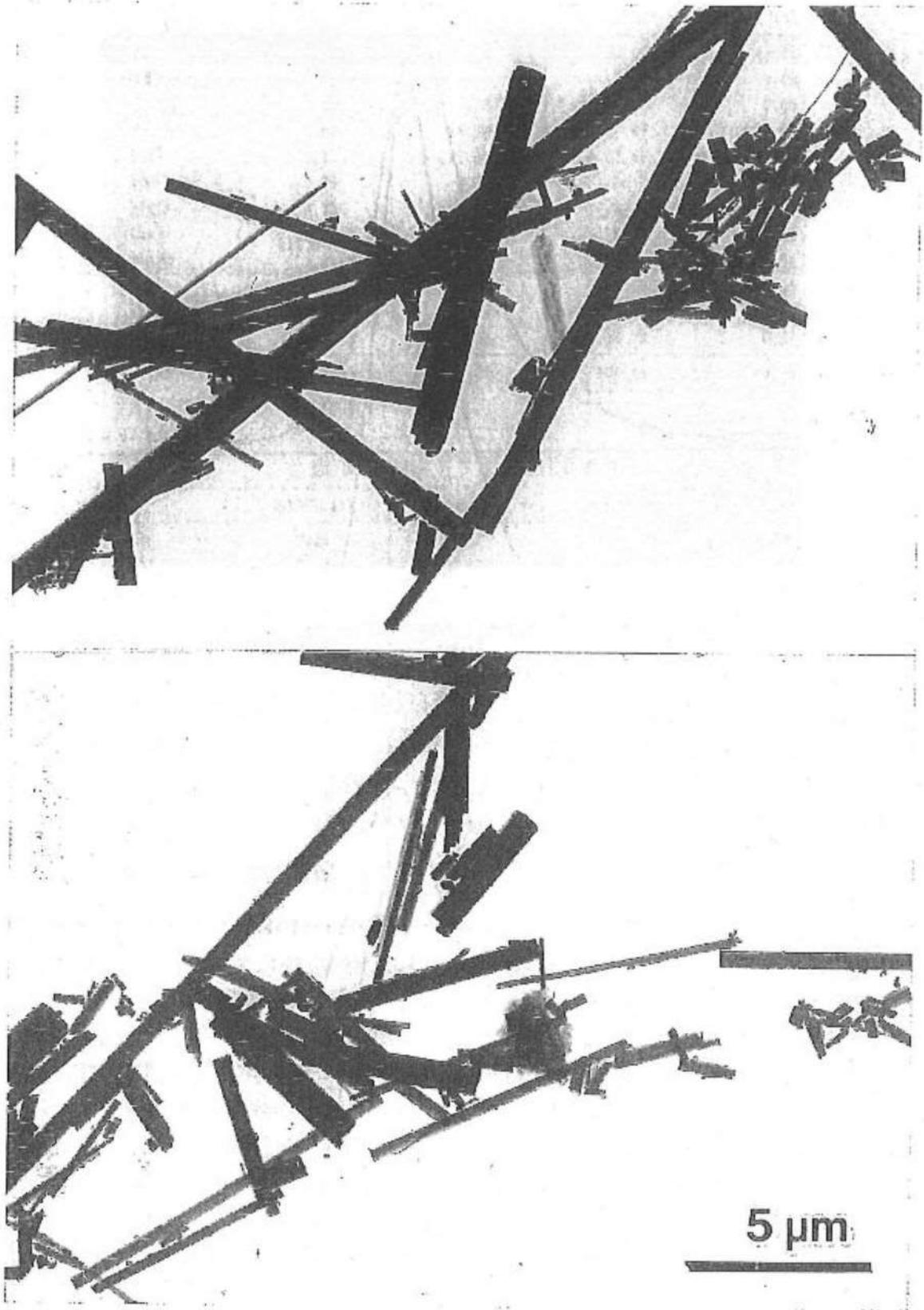


図 3 JAWE 311 の透過型電子顕微鏡写真

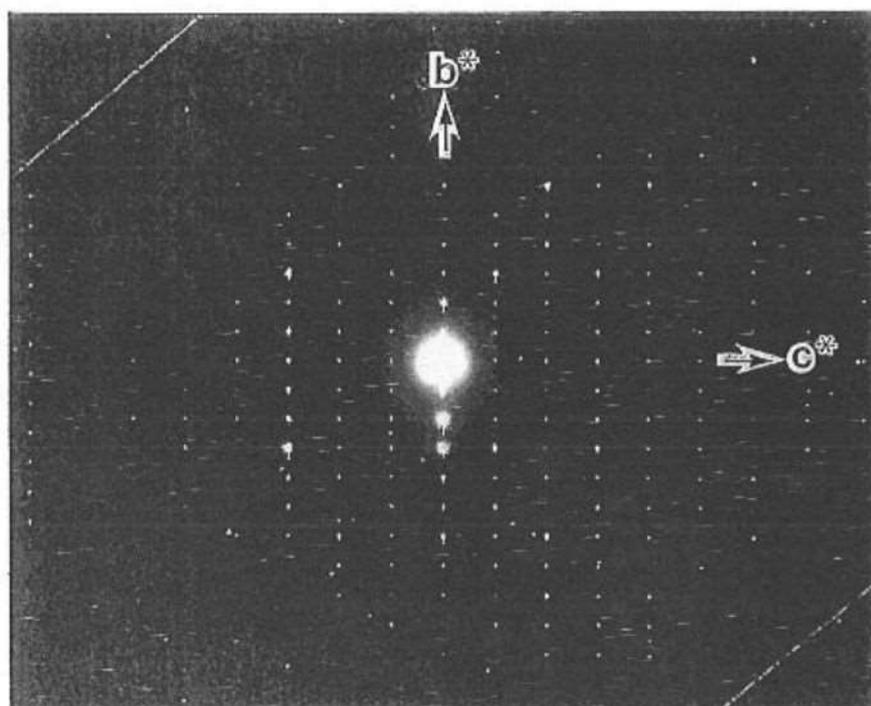


図4 JAWE 311の電子線回折図形

定回折線の指数, 回折角, 半価幅 ( $\beta_i$ ) を示した. "Mica"の  $\beta_i$  を差引いた  $\beta_i$  から求めた結晶子サイズ ( $\epsilon$ ) を表4に示した. JAWE 311は JAWE 211とほぼ同様の  $b$  軸方向の結晶子サイズ(約 700 Å)と  $a$  軸方向に約 290 Åの結晶子サイズを持っている.

図2に (110) および (310) のラインプロファイルを UICC のクロシドライトと比較して示した.

UICCクロシドライトに比べて JAWE 311のクロシドライトの (110) および (310) のピークプロファイルはいずれもややブロードで, 結晶度が少し低いことを示している. その原因としては, 上記の  $a$  軸方向の結晶子サイズが  $b$  軸方向に比べて著しく小さいことが大きく影響していると思われる. ちなみに, JAWE 211のアモサイトは,  $a$ ,  $b$  軸ともに 700 Å程度の結晶子サイズを持っており, UICCアモサイトより結晶度はややよかった.

#### (6) 屈折率の測定

JAWE 311の屈折率の測定も, JAWE 111,

JAWE 211と同様の方法で行い,  $n_a=1.676\sim 1.678$ ,  $n_r=1.687\sim 1.690$ の値が得られた. この値は, 一般のクロシドライトの文献値とよく一致している.

#### (7) 透過型電子顕微鏡観察

JAWE 311の透過型電子顕微鏡写真を図3に示した. 繊維長は2~3  $\mu\text{m}$ から数10  $\mu\text{m}$ , 幅は0.1~1  $\mu\text{m}$ 位まで幅広く分布している.

JAWE 211のアモサイトより全般に長さ, 幅ともに大きい. JAWE 211と同様, 1  $\mu\text{m}$ 以下の微小粒子から100  $\mu\text{m}$ 以上の長繊維までが混在しているため, 懸濁液から検量線を作る際には, 沈でんにより長い繊維状粒子が失われないように注意深く分取する必要がある.

図4は JAWE 311の電子線回折パターンである.

#### 参考文献

- 1) Michaels, L. and Chissick, S.S. (eds) (1979) *Asbestos*, vol.1, p.80~81, John Wiley & Sons, Chichester.