

まえがき

この規格は、工業標準化法第 12 条第 1 項の規定に基づき、財団法人建材試験センター(JTCCM)/財団法人日本規格協会(JSA)から、工業標準原案を具して日本工業規格を制定すべきとの申出があり、日本工業標準調査会の審議を経て、経済産業大臣が制定した日本工業規格である。

この規格の一部が、技術的性質をもつ特許権、出願公開後の特許出願、実用新案権、又は出願公開後の実用新案登録出願に抵触する可能性があることに注意を喚起する。経済産業大臣及び日本工業標準調査会は、このような技術的性質をもつ特許権、出願公開後の特許出願、実用新案権、又は出願公開後の実用新案登録出願にかかわる確認について、責任はもたない。

JIS A 1481 には、次に示す附属書がある。

- 附属書 1 (規定) 位相差分散顕微鏡の仕様
- 附属書 2 (規定) 偏光顕微鏡の仕様
- 附属書 3 (規定) アスベストに係る X 線回折装置の条件
- 附属書 4 (規定) アスベストに係る基底標準吸収補正法

目 次

	ページ
1. 適用範囲	1
2. 引用規格	1
3. 定義, 記号及び単位	1
3.1 定義	1
3.2 記号及び単位	1
4. 測定方法原理	2
5. 試料の採取	4
5.1 試料の採取	4
5.2 試料の移送及び保管	4
5.3 試料の採取記録	4
6. 一次分析試料の作製方法	4
6.1 無機成分試料の一次分析試料作製方法	4
6.2 有機成分試料の一次分析試料作製方法	4
7. 一次分析試料による定性分析方法	4
7.1 顕微鏡による定性分析方法	4
7.2 X線回折分析法による定性分析法	6
7.3 アスベストの有無の判定方法	7
8. 二次分析試料の作製方法	8
9. 二次分析試料によるX線回折定量分析方法	8
9.1 検量線の作成	9
9.2 定量分析手順	9
9.3 測定結果の算出	9
9.4 検出下限及び定量下限	9
附属書 1 (規定) 位相差分散顕微鏡の仕様	11
附属書 2 (規定) 偏光顕微鏡の仕様	12
附属書 3 (規定) アスベストに係るX線回折装置の条件	13
附属書 4 (規定) アスベストに係る基底標準吸収補正法	14

建材製品中のアスベスト含有率測定方法

Determination of asbestos in building material products

1. 適用範囲 この規格は、建材製品中のアスベスト含有率を測定する方法について規定する。測定対象とする建材製品には、耐火被覆材（吹付け材など）、内装材（成形板）、床タイル、外装材（成形板、モルタル）、屋根材、煙突材、保温材、紡織品（クロス）、シール材及び伸縮継手がある。

対象アスベストは、主にクリソタイル、アモサイト及びクロシドライトとする。主として、アスベストの含有率は5質量%以下に適用するものとし、一次分析試料の作製方法、定性分析方法、アスベスト有無の判定方法、二次分析試料の作製方法及び二次分析試料による定量分析方法について規定する。

なお、アスベストが不純物として含有するおそれのある天然鉱物及びそれを原料としてできた製品については、適用しない。

2. 引用規格 次に掲げる規格は、この規格に引用されることによって、この規格の規定の一部を構成する。これらの引用規格は、その最新版（追補を含む。）を適用する。

JIS B 7251 偏光顕微鏡の基準系

JIS K 0131 X線回折分析通則

JIS K 8264 ぎ酸（試薬）

JIS K 3850-1 空気中の繊維状粒子測定方法—第1部：位相差顕微鏡法及び走査電子顕微鏡法

JIS R 3702 顕微鏡用カバーガラス

JIS R 3703 顕微鏡用スライドガラス

3. 定義、記号及び単位

3.1 定義 この規格で用いる主な用語の定義は、次による。

- a) **アスベスト** 岩石を形成する鉱物のうち、蛇紋石の群に属する繊維状のけい酸塩鉱物（クリソタイル）、及び角せん石の群に属する繊維状のけい酸塩鉱物（アモサイト、クロシドライト、トレモライト、アクチノライト、アンソフィライト）で、アスペクト比3以上のもの。石綿（せきめん）ともいう。
- b) **試料** 建材製品中から採取したもの。
- c) **一次分析試料** 試料を粉碎又は加熱処理し、ふるいを通過したもの。
- d) **二次分析試料** 一次分析試料をぎ酸処理し、定量分析用に作製したもの。
- e) **繊維状粒子** アスペクト比（長さ／幅）3以上の粒子。
- f) **浸液** 顕微鏡の定性分析法に使用する試料を浸す液。
- g) **無じん水** 精製水又は蒸留水を0.45 μmのメンブランフィルタでろ過した水。

3.2 記号及び単位 記号及び単位は、表1による。

表 1 記号及び単位

記号	名称	単位
$n_D^{25^\circ\text{C}}$	25 °Cにおける屈折率	—
M_1	X線定量分析時の一次分析試料のひょう量値	mg
M_2	X線定量分析時の二次分析試料のひょう量値	mg
A_s	検量線から読み取った二次分析試料のアスベスト質量	mg
C_i	一つの分析試料のアスベスト含有率	%
R	補正係数	—
C	建材製品、その他製品中のアスベスト含有率	%
σ	10回計測の積分X線強度の標準偏差	—
α	検量線の傾き	—
C_k	アスベスト含有率の検出下限	%
C_t	アスベスト含有率の定量下限	%

4. 測定方法原理 この規格で規定する建材製品中のアスベスト含有率の測定は、顕微鏡による定性分析法及びX線回折による定性分析法によって、アスベストの有無を確認した後、アスベストありと判断された試料について、X線回折分析法によって、アスベストの定量分析を行う方法である。その測定方法の概要を図1に示す。

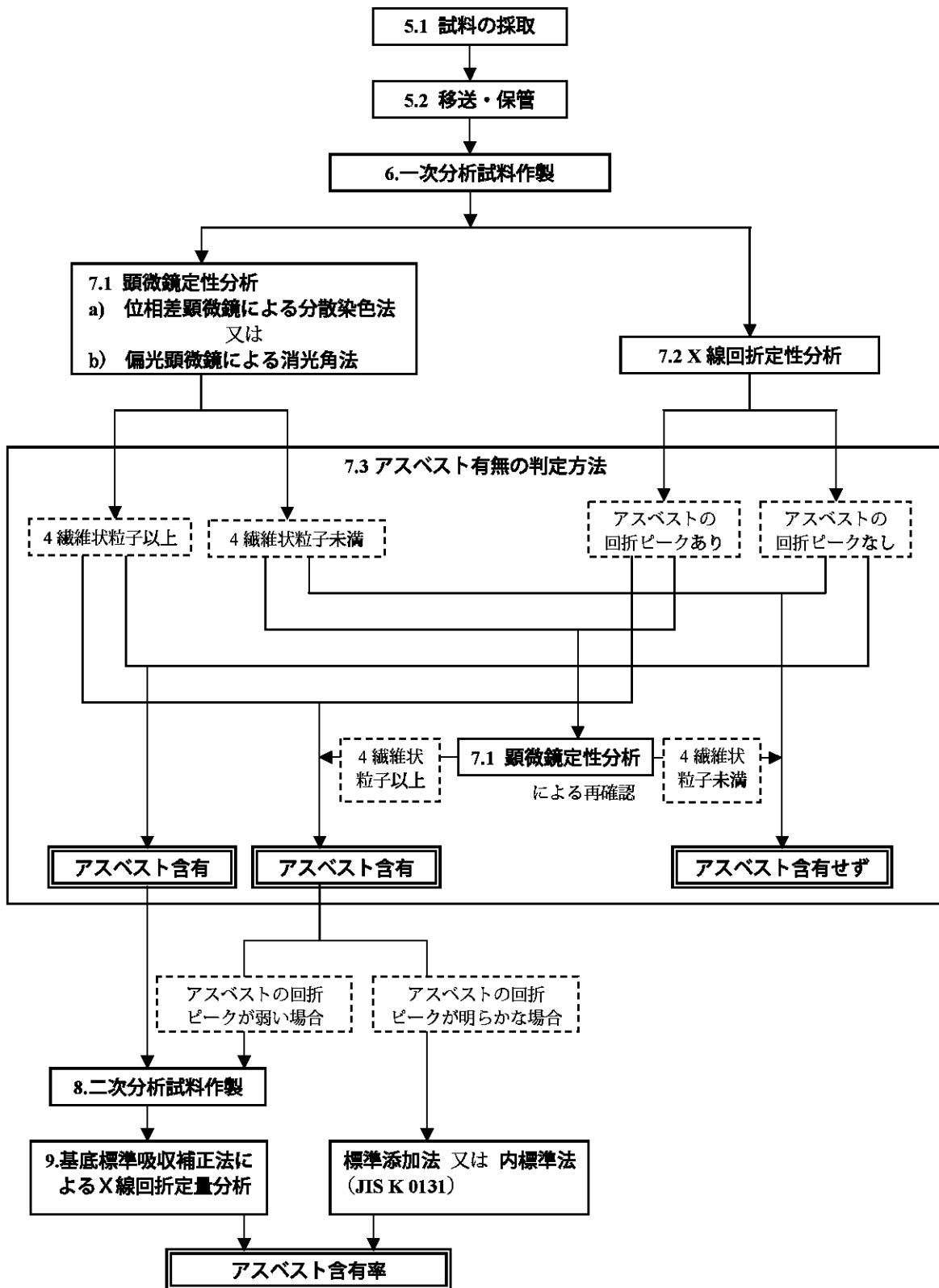
製造工場で製造された建材、建築物などに施工された建材又は輸入された建材から分析可能な適切な量の試料を採取し、建材のマトリックスによって粉碎又は加熱処理した後に、一次分析試料を作製する。次に、一次分析試料にアスベストが認められるかを位相差顕微鏡使用の分散染色法による定性分析又は偏光顕微鏡使用の消光角法による定性分析及びX線回折分析を用いて確認する。

アスベストが認められた場合、一次分析試料をJIS K 8264に規定する硝酸で処理して、二次分析試料を作製する。次いで、二次分析試料中のアスベスト含有量を基底標準吸収補正法によるX線回折分析方法によって求め、アスベスト含有率を算出する。

定性分析に使用する位相差顕微鏡の分散染色法は、試料の形状及び試料の屈折率による色の変化でアスベストの有無を識別する方法である。偏光顕微鏡による消光角法は、試料の形状及び結晶性をもつ試料において特有の消光角があり、それによってアスベストの有無を識別する方法である。

X線回折分析方法は、アスベストにX線を照射したときアスベストの種類に応じて特有の回折角度があるのでこれによって試料中のアスベストの有無を識別する定性分析方法及びX線回折強度がアスベストの量に依存しているので分析試料のX線回折強度を存在量既知のアスベストから生じる回折線強度と比較して建材中のアスベストを定量する定量分析方法である。

また、X線回折強度は、試料のマトリックスによっても影響を受けるので、分析試料の調整に当たっては、これを補正するための手段を講じる。



備考 図中の数値は、適用試験箇条である。

図 1 建材製品中のアスベスト含有率測定方法フロー

5. 試料の採取

5.1 試料の採取 試料は、製造工場で製造された建材、建築物などに施工された建材又は輸入された建材から、次のような事項に注意して採取する。また、試料採取時に採取者がアスベスト粉じんを吸い込まないように措置をとらなければならない。

- a) 現場から採取する場合は、現状を乱さないように、また、アスベスト粉じん（以下、粉じんという。）の飛散に留意する。試料の採取は、鋭利なカッターなどを用いて行う。
- b) 製造又は輸入された建材から採取する場合は、ロットを代表する試料を採取する。
- c) 試料の大きさは、測定対象の建材を代表できる十分な大きさとする。
吹付け材、保温材のようなやわらかい材料の場合は、10 cm³程度／か所で3か所から試料を採取する。
板状で比較的硬い材料の場合は、100 cm²程度／か所で3か所から試料を採取する。

5.2 試料の移送及び保管 採取した試料を採取場所から分析場所まで搬送する場合は、粉じんの飛散に留意して密封した容器に入れて行う。

5.3 試料の採取記録 採取した試料は、識別のために、必要な項目を記録する。

備考 識別のための必要な項目の例を、次に示す。

- 建材名
- 建物、配管設備、機器などの名称及び用途
- 施工年及び建築物への施工などを採用した年（建材以外もあり）
- 建物などの採取部位及び場所
- 試料の大きさ、採取方法及び採取年月日

6. 一次分析試料の作製方法 試料が主に無機成分の場合と有機成分が多く含まれている場合とでは、一次分析試料作製方法が異なる。

6.1 無機成分試料の一次分析試料作製方法 3か所から採取した無機成分試料の必要量を同量ずつとり、それぞれ粉碎器に入れ、ドラフトチャンパーなどを使用しアスベストによる汚染がないように粉じんの飛散に留意しながら十分に粉碎した後、目開き425～500 μmのふるいを通してふるい分けし、すべての試料がふるい以下になるまで、粉碎及びふるい分けの操作を繰り返して行い、これらを全て混合した試料を一次分析試料とする。

なお、採取した試料で硬い試料の場合は、カッターナイフ、ボードサンダーノズルなどで、側面を削ったものを粉碎器に入れる。粉碎器には、乳鉢（磁性乳鉢、めのう乳鉢、アルミナ乳鉢など）、ウイレー粉碎器、超遠心カッター、振動ミル、ボールミルなどを使用し、粉碎の程度及び粉碎時間は、アスベストの繊維形態に影響を与えるので、過剰粉碎にならないように、短時間粉碎でふるい分けを多く繰り返す。

6.2 有機成分試料の一次分析試料作製方法 3か所から採取した有機成分を多く含んだ試料の必要量を同量ずつとり、それぞれ適量磁性るつぼに入れ、それを450±10℃に設定された電気炉に入れ、1時間以上加熱した後、清浄な状態で放冷し、6.1に従い、一次分析試料を作製する。

参考 低温灰化装置を用いて、有機成分を灰化してもよい。

7. 一次分析試料による定性分析方法

7.1 顕微鏡による定性分析方法 顕微鏡による定性分析方法は、次による。

7.1.1 標本の作製 標本の作製は、次による。

- a) 容量50 mlの共栓試験管に一次分析試料10～20 mgと精製水20～40 mlとを入れ、激しく振とうした

後、容量 50 ml のコニカルビーカーに移す。

- b) 次に、コニカルビーカーに回転子を入れた後、マグネチックスターラーでかくはんしながら、マイクロピペッターを用い 10~20 μ l 採取する。
 - c) これを、清しき（拭）した JIS R 3703 に規定するスライドガラス上に滴下した後、乾燥させる。
 - d) b)~c)の操作を 3 回繰り返した後、それぞれのスライドガラスに分析試料番号を記入する。
 - e) 位相差顕微鏡による分散染色法の場合は、分析試料番号に従い、屈折率 $n_D^{25^\circ}$ =1.550, 1.680 及び 1.700 の 3 種類の浸液をそれぞれのスライドガラスに 3~4 滴滴下し、ピンセットの先端で浸液と十分に混合・分散し、その上に清しき（拭）した JIS R 3702 に規定するカバーガラスをかぶせて標本とする。
- a)~e)の操作を 3 回行い、一次分析試料に対して三つの分析試料（9 標本）を作製する。
- また、偏光顕微鏡による消光角法の場合は、分析試料番号に従い、屈折率 $n_D^{25^\circ}$ =1.515 の浸液をそれぞれのスライドガラスに 3~4 滴滴下し、ピンセットの先端で浸液と十分に混合・分散し、その上に清しき（拭）したカバーガラスをかぶせて 3 標本作製する。

7.1.2 定性分析方法 顕微鏡によるアスベスト定性分析方法には、位相差顕微鏡による分散染色法及び偏光顕微鏡による消光角法がある。位相差顕微鏡を使用する場合は、3 標本/回（一つの分析試料） \times 3（アスベスト 3 種類）=9 標本、偏光顕微鏡を使用する場合は、3 標本について計数を行う。

備考 電子顕微鏡によるアスベスト定性分析を行うときは、倍率を 2 000 倍とする。その方法は、JIS K 3850-1 による。

a) **位相差顕微鏡による分散染色法** 位相差顕微鏡による分散染色法の手順は、次による。

- 1) 7.1.1 で作製した標本を、位相差分散顕微鏡のステージに載せる。
- 2) 分散対物レンズ 10 倍で表 2 の分散色を示す繊維があるかを確認する。

表 2 アスベストの分散色

アスベストの種類	屈折率 $n_D^{25^\circ}$	分散色
クリソタイル	1.550	赤紫色~青色
アモサイト	1.680	桃色
	1.700	青色
クロシドライト	1.680	だいたい（橙）色
	1.700	青色

- 3) 2)の分散色が確認された標本について、分散対物レンズを 40 倍に切り替える。
- 4) 位相差分散顕微鏡の接眼レンズ 10 倍内に描かれたアイピースグレーティクルの直径 100 μ m の円内に、存在するすべての繊維状粒子を含んだ粒子を計数し、その合計粒子数が 1 000 粒子になるまで、視野を動かして計数し、2)の分散色を示すアスベストの種類及び粒子の数を記録する。

なお、位相差分散顕微鏡の仕様は、**附属書 1** による。アイピースグレーティクル及びアイピースグレーティクルの境界の取扱いについては、JIS K 3850-1 による。

参考 分散色の同定には顕微鏡に附属のアナライザを使用し、アナライザを 90° 以上回転させると発色の状態が確認しやすくなる。

b) **偏光顕微鏡による消光角法** 偏光顕微鏡による消光角法の手順は、次による。

- 1) 7.1.1 で作製した標本を偏光顕微鏡のステージに載せる。
- 2) 対物レンズ 10 倍で表 3 の消光角を示すアスベスト繊維があるかを確認する。

表 3 アスベストの消光角

アスベストの種類	消光角
クリソタイル	BAY= 0~7°
アモサイト	CAZ=10~15°
クロシドライト	CAX= 3~21°

- 3) 2)の消光角が確認された標本について、対物レンズを 40 倍に切り替える。
- 4) 偏光顕微鏡の接眼レンズ 10 倍内に描かれたアイピースグレーティクルの直径 100 μm の円内に、存在するすべての繊維状粒子を含んだ粒子を計数し、その合計粒子数が 1 000 粒子になるまで、視野を動かして計数し、2)の消光角を示すアスベストの種類及び繊維状粒子の数を記録する。

備考1. 偏光顕微鏡の仕様は、**附属書 2** 及び **JIS B 7251** による。

2. 白色光では光学的方位が分散するので、グリーンフィルタを挿入して単色光で観察するとよい。

参考 消光角の計測は、次による。

- a) 標本に繊維状粒子があった場合は、繊維状粒子の結晶軸を接眼レンズ内の十字線の水平方向と平行になるようにステージを回転させ、このときのステージが示す角度を副尺を用いて読み取る。
- b) アナライザを光路上において直交ニコルにして、ステージを回転させながら、繊維状粒子が最も暗くなるステージが示す角度を副尺を用いて読み取る。
- c) a)で読み取った角度と b)で読み取った角度との差を、消光角として算出する。
- d) この操作を 3 回繰り返して行い、その値の平均をとって消光角とする。

7.2 X 線回折分析法による定性分析法 一次分析試料を、試料ホルダに均一、かつ、試料ホルダ面と一致するように充てんする。充てんした試料ホルダを、**附属書 3** の X 線回折装置の条件で、一次分析試料中に図 2 に示す分析対象アスベストの X 線回折パターンのアスベストの回折ピークが認められるか否かの定性分析を行う。

なお、試料ホルダには、金属板又はガラス板にあな又はくぼみをつけたものがある。一般的な X 線回折装置及び原理については、**JIS K 0131** による。

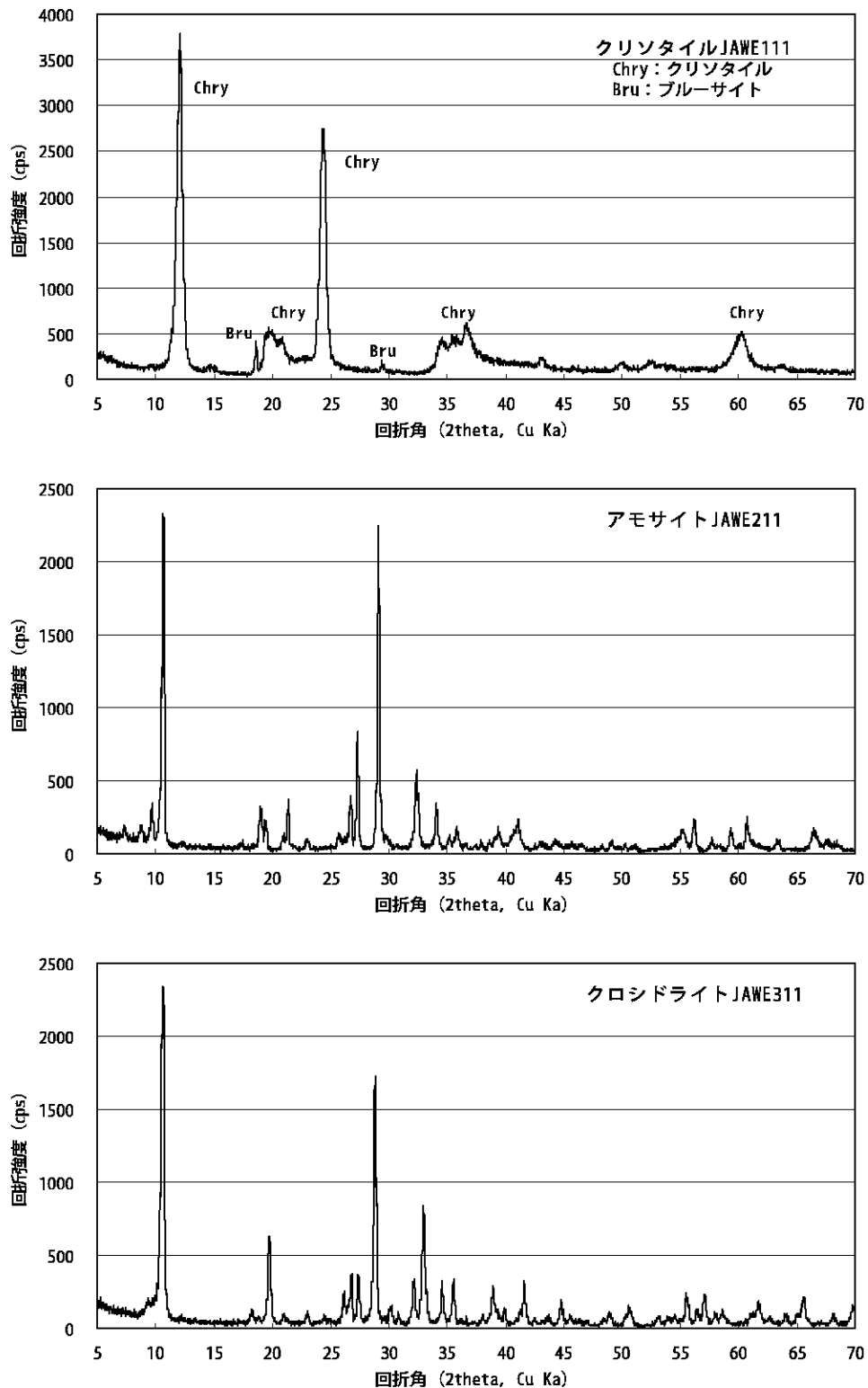


図 2 分析対象アスベストの X 線回折パターン

7.3 アスベストの有無の判定方法 アスベストの有無の判定は、次による。

a) 顕微鏡による定性分析の結果、三つの標本で計数した合計 3 000 粒子中、アスベストが 4 繊維状粒子

以上あり、かつ、X線回折による定性分析の結果、一つの分析試料でもアスベストの回折ピークが認められた場合は、“アスベスト含有試料”と判定する。

備考1. 定性分析の結果、X線回折による回折ピークが明らかな試料のアスベスト含有率の測定は、一次分析試料を用いて、**JIS K 0131** に想定している標準添加法又は内標準法によって行う。

備考1. 定性分析の結果、X線回折による回折ピークが弱い試料の含有率の測定は、**8.**の二次分析試料を作製した後、**9.**のX線回折定量分析を行う。

- b) 顕微鏡による定性分析の結果、三つの標本で計数した合計 3 000 粒子中、アスベストが 4 繊維状粒子以上あり、かつ、X線回折による定性分析の結果、三つの分析試料ともアスベストの回折ピークが認められない場合は、“アスベスト含有試料”と判定し、**8.**の二次分析試料を作製した後、**9.**のX線回折定量分析を行う。
- c) 顕微鏡による定性分析の結果、三つの標本で計数した合計 3 000 粒子中、アスベストが 4 繊維状粒子未満で、かつ、X線回折による定性分析の結果、一つの分析試料でもアスベストの回折ピークが認められた場合は、**7.1**の顕微鏡による定性分析方法によって再度分析を行う。

再分析の結果、アスベストが認められない場合は、“アスベストなし”の試料と判定し、アスベストが認められた場合は、“アスベスト含有試料”と判定し、**7.3 a)**の**備考 1.**又は**備考 2.**に従って定量分析を行う。

なお、**7.1.2a)**の位相差顕微鏡による分散染色法で再分析する場合は、新たに一次分析試料を用いて標本を作製し、分析を行う。

- d) 顕微鏡による定性分析の結果、三つの標本で計数した合計 3 000 粒子中、アスベストが 4 繊維状粒子未満で、かつ、X線回折による定性分析の結果、三つの分析試料ともアスベストの回折ピークが認められない場合は、“アスベストなし”の試料と判定する。

参考 クリソタイルと同様なX線回折ピークが認められる鉱物には蛇紋石（アンチゴライト、リザルダイト）、緑泥石（クロライト）及びカオリン鉱物（カオリナイト、ハロイサイト）がある。また、アモサイト及びクロシドライトと同様なX線回折角度(9-10°)にタルクがある。

8. 二次分析試料の作製方法 一次分析試料から二次分析試料を作製する方法は、次による。

- a) 二次分析試料の作製のときに必要な直径 25 mm のふっ素樹脂バインダグラスファイバーフィルタ（以下、フィルタという。）の質量及び基底標準物質のX線回折強度を、計測しておく。
- b) 一次分析試料を 100 mg (M_1 :一次分析試料のひょう量値) 精ひょう（秤）してコニカルビーカーに入れ、20 %のぎ酸を 20 ml、無じん水を 40 ml 加えて、超音波洗浄器を用いて 1 分間分散する。
- c) 30±1 °Cに設定した恒温槽内に入れ、30 秒間かくはん、1 分 30 秒間静置する操作を 6 回繰り返す。
- d) フィルタを装着した直径 25 mm のガラスフィルタベースの吸引ろ過装置で吸引ろ過する。
- e) 乾燥後、フィルタ上に捕集された試料の質量 (M_2 :二次分析試料のひょう量値) を求め、二次分析試料とする。

なお、二次分析試料の作製に当たっては、1 試料当たり三つの二次分析試料を作製する。ガラスフィルタベースをもつ吸引ろ過装置及びフィルタの直径は、X線回折分析装置の試料台同一のものを使用する。

参考 フィルタは、銀メンブランフィルタを使用することができる。

9. 二次分析試料による X 線回折定量分析方法

9.1 検量線の作成 検量線の作成は、次の手順による。

- a) 検量線の作製のときに必要なフィルタの質量及び X 線回折強度を、計測しておく。
- b) アスベスト標準試料を 0.1 mg, 0.5 mg, 1.0 mg, 3.0 mg 及び 5.0 mg 精ひょう（秤）し、ひょう量別に五つのコニカルビーカーに入れ、それらのコニカルビーカーにそれぞれ 20 % のぎ酸を 0.02 ml, 0.1 ml, 0.2 ml, 0.6 ml 及び 1.0 ml, 無じん水を 0.04 ml, 0.2 ml, 0.4 ml, 1.2 ml 及び 2.0 ml 加えて、超音波洗浄器を用いて 1 分間分散する。
- c) 30±1 °C に設定した恒温槽内に入れ、30 秒間かくはん、1 分 30 秒間静置する操作を 6 回繰り返す。
- d) フィルタを装着した直径 25 mm のガラスフィルタベースの吸引ろ過装置で吸引ろ過したものを検量線試料とする。
- e) 作製したそれぞれの検量線試料を、X 線回折分析装置の試料台に固定して、基底標準板及び当該アスベストの X 線回折強度を計測し、**附属書 4** に基づく基底標準吸収補正法によって検量線を作成する。

参考 アスベスト標準試料は、社団法人日本作業環境測定協会が販売している標準試料を使用する。

9.2 定量分析手順 8. で作製した二次分析試料を X 線回折装置の試料台に固定して、検量線作成と同一の条件で基底標準板及びアスベストの回折 X 線強度を計測し、基底標準吸収補正法によって X 線回折分析を行い、9.1 で作成した検量線から当該アスベスト質量(A_s)を算出し、アスベストの含有率を求める。この操作を三つの二次分析試料について行う。

9.3 測定結果の算出 一つの分析試料中のアスベスト含有率 C_i (%) は、式(1)によって、アスベスト含有率 C (%) は、式(2)によって算出する。ただし、残渣率 (M_2/M_1) が 0.15 以下について適用する。

$$C_i = \frac{A_s}{M_1} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

$$C = (C_1 + C_2 + C_3) / 3 \dots\dots\dots (2)$$

ここに、 C_i : 一つの分析試料のアスベスト含有率
 A_s : 検量線から読み取った二次分析試料のアスベスト質量
 M_1 : 一次分析試料のひょう量値
 M_2 : 二次分析試料のひょう量値

9.4 検出下限及び定量下限 検量線作成時に調製した最小標準試料(0.03~0.04 mg/cm²)について、X 線回折分析装置によって繰り返して 10 回計測し、積分 X 線強度の標準偏差(σ)を求め、アスベスト含有率の検出下限 C_k (%) を式(3)によって、アスベスト含有率の定量下限 C_t (%) を式(4)によって算出する。

$$C_k = \frac{\sigma/a}{M_1} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

$$C_t = \frac{3\sigma/a}{M_1} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

ここに、 a : 検量線の傾き
 M_1 : 一次分析試料のひょう量値 (100 mg)

10. 測定結果の報告 次の項目について報告する。

- a) 試料採取履歴（採取年月日、建材名、建築物の場合は建物の名称、用途、採取部位及び施工年など）
- b) 試料粉碎方法
- c) 使用した測定機器及び測定結果

- 1) 定性分析
- 2) 定量分析
- d) 測定年月日
- e) 測定機関

附属書 1 (規定) 位相差分散顕微鏡の仕様

位相差分散顕微鏡の仕様は、次による。

1. 透過照明光源（ハロゲン 100 W 以上）を備え、コンデンサには、位相差及び分散の対物レンズに対応するリング絞りが組み込まれているもの。
2. ステージ（載物台）は、**JIS R 3703** に規定するスライドガラス（標準形）が 1 枚以上装着でき、その全面を移動観察できるもの。
3. 対物レンズは、分散染色観察用分散対物レンズで 10 倍（開口数 0.25 以上）及び 40 倍（開口数 0.70 以上）を備えているもの。
4. レボルバは、上記の対物レンズが同時に装着できるもの。
5. 接眼レンズは、10 倍又は 15 倍を備え、いずれも計数用のアイピースグレーティクルを備えてあるもの（双眼顕微鏡の場合は、いずれか片方）。

附属書 2 (規定) 偏光顕微鏡の仕様

偏光顕微鏡の仕様は、次による。

1. **JIS B 7251** に規定する偏光顕微鏡の基準系を備えているもの。
2. 透過照明光源 (ハロゲン 100 W 以上) を備え、また、照明側に偏光子 (ポライザ) を、観察側に検光子 (アナライザ) を備え、それぞれが直交できるもの。
3. ステージ (載物台) は 360° 回転でき、**JIS R 3703** に規定するスライドガラス (標準形) が 1 枚以上装着でき、移動できるもの。また、回転の角度が測れるもの。
4. 対物レンズは、10 倍 (開口数 0.25 以上) 及び 40 倍 (開口数 0.70 以上) を備えているもの。
5. レボルバは、上記の対物レンズが装着でき、試料回転の心だし調整ができるもの。
6. 接眼レンズは、10 倍又は 15 倍を備え、十字線を刻んだ計測用のアイピースグレーティクルを備えているもの。

附属書 3 (規定) アスベストに係る X 線回折装置の条件

アスベストに係る X 線回折装置の定性分析条件は、**附属書 3 表 1** による。

また、定量分析条件は、全量 0.1 mg を捕集したときに回転試料台を使用し X 線回折強度が 2 000 カウント以上あることとする。

附属書 3 表 1 X 線回折装置の定性分析条件

設定項目	測定条件
X 線対陰極	銅(Cu)
管電圧(kV)	40
管電流(mA)	30~40
白色化 (K β 線の除去)	Ni フィルタ又はグラファイトモノクロメータ
フルスケール(cps)	1 000~2 000
時定数(sec)	1
走査速度($^{\circ}$ /min)	2
発散スリット($^{\circ}$)	1
散乱スリット($^{\circ}$)	1
受光スリット($^{\circ}$)	0.3
走査範囲(2θ)($^{\circ}$)	5~70

附属書 4 (規定) アスベストに係る基底標準吸収補正法

1. 原理 基底標準吸収補正法は、試料による X 線吸収の影響を、試料の後側においた標準物質（基底標準）の回折線強度の変化量によって補正して、定量物質の含有率の多少にかかわらず、純粋定量物質で作成した検量線をそのまま適用できる比較的微量試料に適した方法である。基底標準吸収補正法を用いた作業環境中の石英定量方法として、銀メンブランフィルタを用いた米国 NIOSH 法と、我が国で開発された金属板の上に粉じんを捕集したメンブランフィルタ、ニュークリポアフィルタ、四ふっ化エチレン樹脂製フィルタなどを接着させる方法とがある。

基底標準吸収補正法を**附属書 4 図 1**に示す。まず、試料を載せる前の銀メンブランフィルタの銀の回折線強度(I_{Ag}^0)を測定する [**附属書 4 図 1(1)**]。次に試料を載せた銀メンブランフィルタについて、同様に定量物質 m 及び銀 Ag の二つの回折線強度(I_m と I_{Ag})を測定する [**附属書 4 図 1(2)**]。試料層を X 線が通過する間に吸収が生じ、銀の回折線強度は、試料を載せていないときに比べて減少する($I_{Ag} < I_{Ag}^0$)。この減少率 $\Delta R_1 = (I_{Ag}/I_{Ag}^0)$ から式(1)に従って補正係数 K_f を求める。

$$K_f = -R_\theta \ln(\Delta R_1) \dots \dots \dots (1)$$

ここに、 Ln : 自然対数
 R_θ : 銀と定量物質 m の回折角 θ の正弦比($\sin\theta_{Ag}/\sin\theta_m$)

使用 X 線の波長が一定であれば、 R_θ は定数となるので、 K_f は結局 ΔR_1 だけの関数となる。そこで、式(1)の K_f 値を、幾つかの R_θ の場合について ΔR_1 の関数としてあらかじめ計算して表にしておくことと便利である。

次に、補正回折線強度(I)を、式(2)から求める。

$$I = I_m \cdot K_f \dots \dots \dots (2)$$

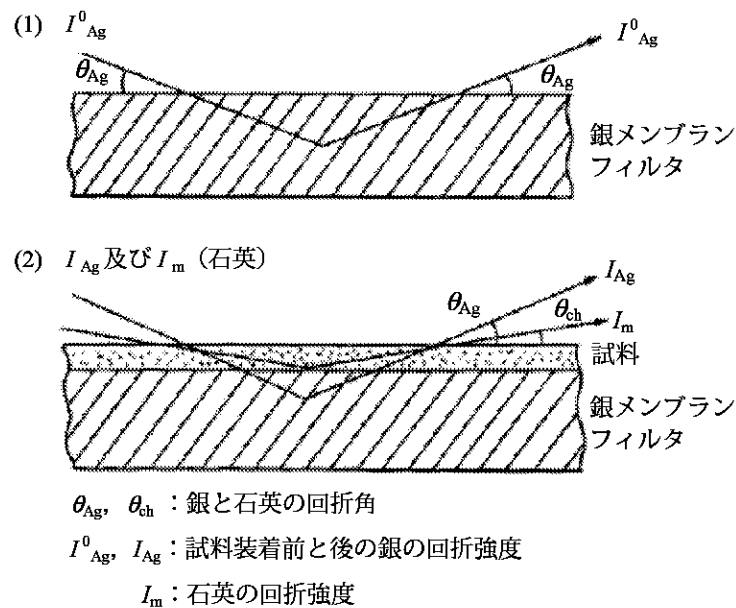
この値を 100 % の定量物質 m で作成した回折線強度(I)と定量物質の質量(W)との関係を示す検量線から、 W を求める。したがって、試料中の物質の平均質量吸収係数を計算することなく吸収補正が施され、定量物質の質量が求められることになる。

銀メンブランフィルタを用いた基底標準吸収補正法は、NIOSH (米国職業安全衛生研究所) 及び OSHA (米国労働省職業安全衛生機関) が、結晶質シリカ (石英, クリストバライト, トリジマイト) 及びクリソタイトの公式測定法として採用している。しかし、実際には、銀メンブランフィルタが高価であること、入荷が不安定なこと、空気中で変質して長期保存ができないこと、更に粉末試料を銀メンブランフィルタ上に載せるまでに複雑な前処理が必要であったりして、一般に広く普及するのに問題がある。

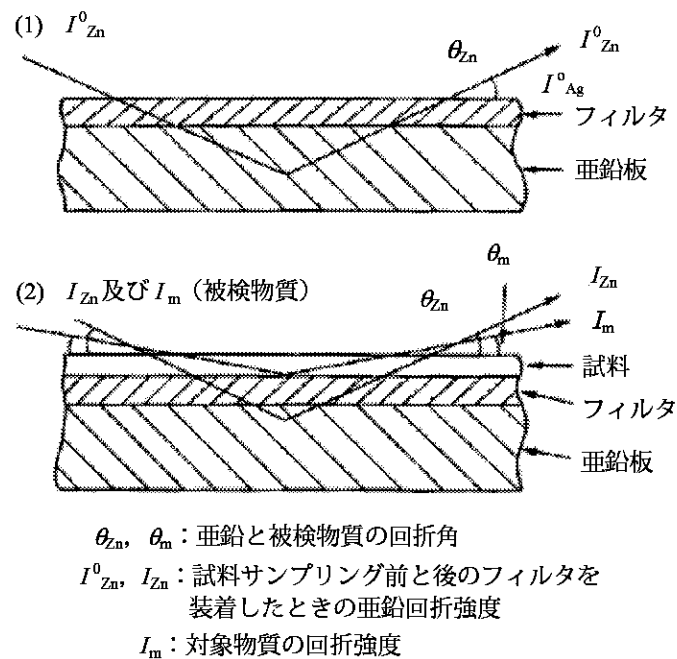
そこで、上記の問題点を解決し、かつ、精度よく吸収補正を行える方法が、我が国で開発されている⁽¹⁾。その方法では、試料の吸収補正に必要な基底標準結晶質物質に銀メンブランフィルタに代えて金属基底標準板を用いている。金属の素材としては、亜鉛が適しているが、アルミニウムなど他の金属でもよい。浮遊粉じんの捕集には、アセチルアセテート系メンブランフィルタ、ポリカーボネート系ニュークリポアフィルタなど⁽²⁾ を用い、それを直接金属基底標準板に接着する。実際の回折強度の測定、吸収補正の手順、検量線の作成及び計算は、銀メンブランフィルタの場合と同様である。金属基底標準板として亜鉛板を用いた場合の概念図を**附属書 4 図 2**に示す。このような吸収補正によって、定量範囲は広くなりマトリックスの吸収の影響は少なくなる。

注⁽¹⁾ Kohyama(1985) Ind Health 23, 221-234

注⁽²⁾ 粉じん濃度が高く比較的多量の粉じんが捕集できる場合には、四ふっ化エチレン樹脂をバインダーとして用いたグラスファイバーフィルタを用いることができる。



附属書 4 図 1 銀メンブランフィルタを使った基底標準吸収補正法の概念図



附属書 4 図 2 亜鉛板を基底基準に使った吸収補正直接法の概念図

2. 検量線の作成

2.1 検量線用標準フィルタ試料の作成 定量粉末を発じんさせるか懸濁液を作るかして、その適量をフィルタ上に吸引る過捕集する。おおむね 0.2 mg から 40 mg くらいまでの間で、質量が 10 段階程度になる

ように定量物質の粉じんを採取する。

定量物質粉じんを採取したフィルタは、ひょう量後金属基底標準板に接着する。使用する金属基底標準板の主回折線強度(I_{zn}^1)は、フィルタを接着する前にあらかじめ測定しておく。接着方法は、X線分析のときにX線の当たらない上下を粘着テープでフィルタの上から止めて、フィルタと金属基底標準板とがじかに接着するようにし、両面テープなどの使用は避ける。粘着テープで接着するとき、フィルタが金属基底標準板に密着するように注意し、湾曲して金属基底標準板との間にすき間ができないようにする。

参考 フィルタ専用の金属基底標準試料台は、製造業者から市販されている。

2.2 回折線の強度測定 段階的に定量物質の質量を変えて作った、標準フィルタ試料を接着した金属基底標準板について、まず主回折線(2θ)の強度(I_{zn})を測定する。これとは別に用いている捕集用フィルタ自身のX線吸収率(R_a)を測定しておく。X線吸収率 R_a は、金属基底標準板に粉じんを捕集していないフィルタを接着し、その前後の金属基底標準板の回折線の強度比として求めておく。 R_a は、亜鉛基底標準板の主回折線角度($2\theta: 43.2^\circ$)で測定した場合、メンブランフィルタで0.8、ニュークリポアフィルタで0.95、四ふっ化エチレン樹脂製バインダーグラスファイバーフィルタで0.47程度である。

フィルタ試料を接着する前の金属基底標準板だけのときの主回折線の強度を I_{zn}^1 とすると、フィルタだけ(定量物質の粉末を捕集していない。)を接着させたときの主回折線の強度(I_{zn}^0)は、 I_{zn}^1 の測定値から式(3)によって計算で求める。

$$I_{zn}^0 = I_{zn}^1 \times R_a \dots\dots\dots (3)$$

標準フィルタ試料を接着した金属板のそれぞれについて I_{zn} を測定した後、金属板に接着してフィルタ試料面をゴニオメータの回転中心に正確に合致させるために、試料板の下方にフィルタと同程度の厚さのテープ(両面テープ、ビニルテープなど)をはり、定量物質の第1回折線又は第2回折線の回折強度を測定する(I_m)。回折強度の測定に、回転試料台を使用すると精度、再現性ともにより結果が得られる。

2.3 検量線の作成 次の手順に従って吸収補正後の定量物質の回折強度(I_m^0)を求めて、回折強度対定量物質質量の検量線を作る。まず、補正係数(K_f)を式(1)から求める。ただし、 $R_\theta = \sin \theta_{zn} / \sin \theta_m$ であり、ここで、 θ_{zn} は亜鉛又はアルミニウム基底標準、 θ_m は定量物質の定量に用いた回折線の回折角(2θ)の半分の値である。 ΔR_1 は試料によるX線吸収率の実測値で、基底標準物質である基底標準板のフィルタ試料接着前と後の回折線強度比($\Delta R_1 = I_{zn} / I_{zn}^0$)である。この計算から求めた補正係数 K_f に、定量物質の回折強度 I_m を乗じて、吸収補正後の定量物質の回折強度 I_m^0 を、式(4)によって求める。

$$I_m^0 = K_f \cdot I_m \dots\dots\dots (4)$$

関連規格 JIS K 0132 走査電子顕微鏡試験方法通則

JIS Z 8401 数値の丸め方

JIS A 1481 : 2006