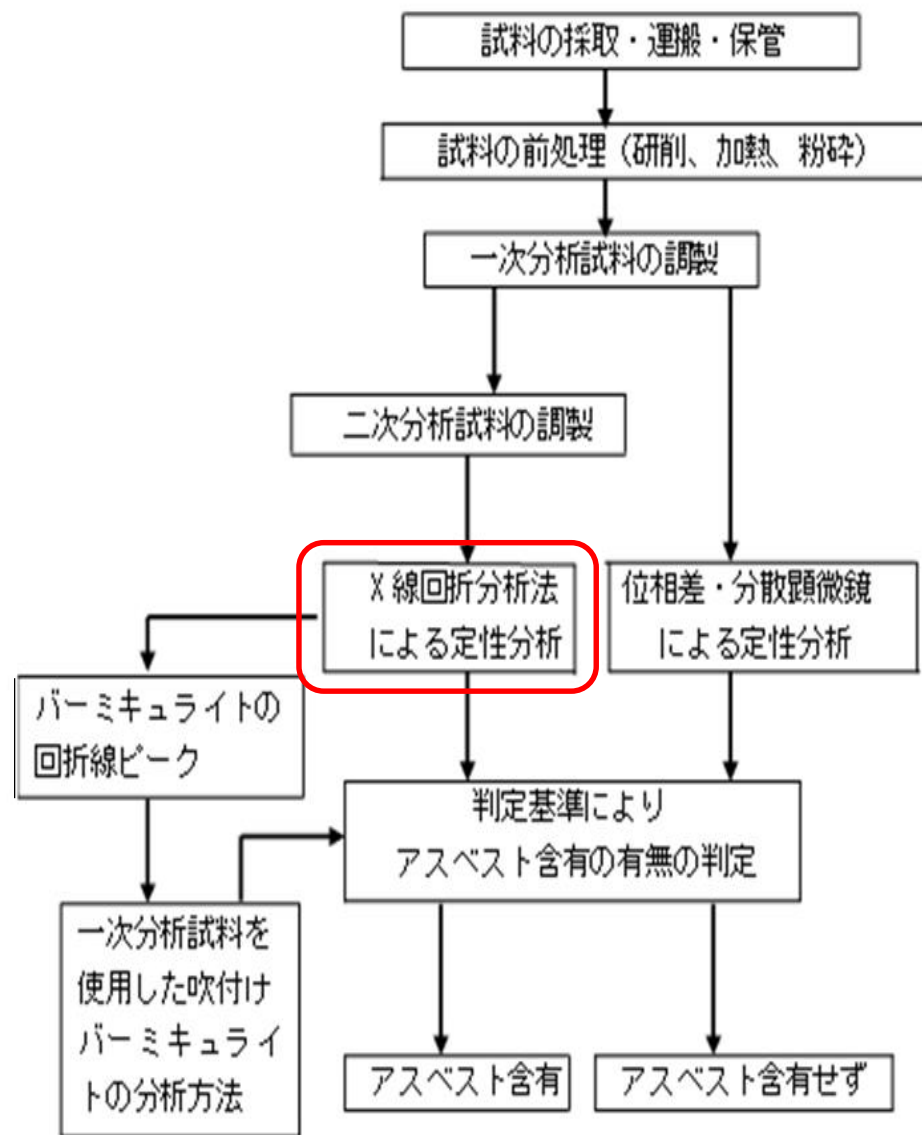


# エックス線回折装置による定性分析の実施方法

# エックス線回折分析法、位相差・分散顕微鏡法を併用した定性分析方法の概要



# エックス線回折装置による定性分析実技講習手順等

## 1. 実技講習テキスト

➤ 石綿則に基づく事前調査のアスベスト分析マニュアル第2版：第4章

➤ JIS A 1481-2 (:2016)

## 2. 講習手順

① 一次分析試料の調製方法(粉砕、篩分け等)

② 二次分析試料の調製方法(20%ぎ酸処理)

③ エックス線回折装置による①及び②のエックス線プロファイルの入手

④ 入手したエックス線プロファイルの解析

⑤ アスベスト含有の有無の判定方法

## 3. 分析対象試料

➤ 3種類の石綿含有建材試料

# 1. 実技講習に使用する機器等



磁性乳鉢

粉碎機等



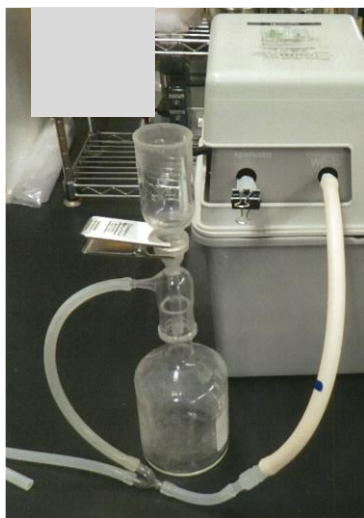
超遠心カッター



目開き500  $\mu$ m 篩



振とう機付恒温槽



ガラスフィルターベースの吸引ろ過装置



エックス線回折装置

## 2. エックス線回折装置の調整方法及び操作方法

- エックス線回折装置によるアスベスト分析は、低濃度を対象とすことから、装置の選択と精密な調整が重要であり、調整方法及び操作方は、自分が使用するメーカーの取扱い説明書を必ず確認すること。
- エックス線回折装置の選択には、指定された分析条件またはそれと同等以上の条件が選べるもので安定した回折線強度が保持でき、標準試料中のアスベストの回折線を十分に明確なピークとして記録できるものを選ぶことが必要である。
- エックス線回折装置の調整は、特にゴニオメーターの調整が不十分な場合は回折線の誤認や回折線強度の減少が生じ、正確な判断が困難になる。
- エックス線回折装置の管球の劣化状態の確認のため、分析前にエックス線回折強度を求めること。



# 3. エックス線回折分析による定性分析用試料の調製方法

マニュアル 4.1.1

## ① 一次分析試料の調製方法(粉碎、篩分け等)

### ○ 無機成分試料の場合

- 3ヶ所から採取した無機成分試料の必要量を同量ずつ採って粉碎器に入れて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  $\mu\text{m}$ の篩を通して篩い分けし、すべての試料が篩い下になるまで粉碎と篩い分けの操作を繰り返して行い、篩い分けした試料を定性分析用の一次分析用試料とする。

### ○ 有機成分試料の場合

3ヶ所から採取した試料の必要量を同量ずつとり、磁性るつぼに入れ、450°C $\pm$ 10°Cに設定した電気炉に入れ、1時間以上加熱後清浄な状態で放冷して有機成分を灰化した後、試料を粉碎器に入れ、(1)に従って粉碎・調製し、位相差・分散顕微鏡による定性分析用の一次分析用試料とする。

## ② 二次分析試料の調製方法(20%ぎ酸処理)

- 一次分析用試料をエックス線回折装置の試料ホルダーに充填するための必要量を秤量してコニカルビーカーに入れ、**試料100mg に対して20%のぎ酸を20mL加えて攪拌し、その後、無じん水40mLを加えて超音波洗浄器で1分間分散する。**
- 30°C±1°Cに設定した恒温槽内に入れ、12分間連続して振とう後、ポアサイズ0.8 μm、φ25mmの白色メンブランフィルターを装着したガラスフィルターベースの吸引ろ過装置で吸引ろ過を行い、無じん水にて数回洗浄する。
- ろ過後、フィルタを取り出し、乾燥後、フィルタ上に捕集された試料を**フィルタから剥がして**エックス線回折分析法による定性分析用の二次分析試料とする。



# 4. エックス線回折装置による定性分析結果の解析方法

マニュアル 4.1.2

## ③ エックス線回折装置による①及び②の試料のエックス線プロファイルの入手

➤エックス線回折分析法による定性分析用の二次分析試料をガラス製の試料ホルダーに均一に、かつ試料ホルダー面と一致するように充填し、エックス線回折装置にセットし、次に示す定性分析条件で測定し、得られたエックス線回折パターンの回折線ピークに分析対象のアスベストの回折線ピークまたはバーミキュライトの回折線が認められるか否かを確認し、プロファイル上に所定の記号を記す。

➤また、共存するアスベスト以外の結晶性物質の種類を確認し、プロファイル上に所定の記号を記す。

## エックス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
単色化 ( $K_{\beta}$ 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 (s)	1
走査速度 ( $^{\circ}$ /min)	1~2
発散スリット ( $^{\circ}$ )	1
散乱スリット ( $^{\circ}$ )	1
受光スリット (mm)	0.3
走査範囲 ( $2\theta$ ) ( $^{\circ}$ )	5~70

## ④ 入手したエックス線プロファイルの解析

1. Search Manual によるカード検索方法
2. 検索用データベースによる方法

➤ 実技講習では分析マニュアルに掲載されているエックス線粉末回折線データを使用して解析を行う。

# 5. 報告書の作成方法

報告書には以下の内容を記載する。

- 1.分析を実施した石綿分析機関等
- 2.分析を実施した年月日
- 3.物件名称
- 4.試料採取履歴
- 5.分析結果(X線回折分析法)

別添データ(共通事項)

- 1.使用した測定機器
  - 1.1 X線回折装置の製造業者、形式
  - 2.X線回折装置の定性条件

別添データ(試料別)

- 1.試料採取履歴(詳細)
- 2.一次分析試料の作製方法(試料粉碎方法)  
※一次分析試料の加熱処理を実施した場合
- 3.判定結果
  - 3.2 X線回折分析法による定性分析
    - 3.1.1 X線回折分析法による定性分析結果
    - 3.1.2 X線回折分析法による定性分析回折線プロファイル
  - 3.3 X線回折分析法及び位相差・分散顕微鏡法の定性分析に基づく最終判定結果

報告書(吹付けバーミキュライト)には  
以下の内容を記載する。

- 1.分析を実施した石綿分析機関等
- 2.分析を実施した年月日
- 3.物件名称
- 4.試料採取履歴
- 5.分析結果(X線回折分析法)

別添データ(共通事項)

1.使用した測定機器

1.1 定性分析を実施したX線回折装置の製造業者、形式

1.2 石綿有無の判定のために実施したX線回折装置の製造業者、形式

2.X線回折装置の定性条件

2.1 定性分析を実施したX線回折装置の条件

2.2 石綿有無の判定のために実施したX線回折装置の条件

別添データ(試料別)

1.試料採取履歴(詳細)

2.一次分析試料の作製方法(試料粉碎方法)

3.判定結果

3.1 X線回折分析法による定性分析結果

3.2 X線回折分析法による定性分析回折線プロファイル

4.X線回折分析法による分析結果

5.最終判定結果