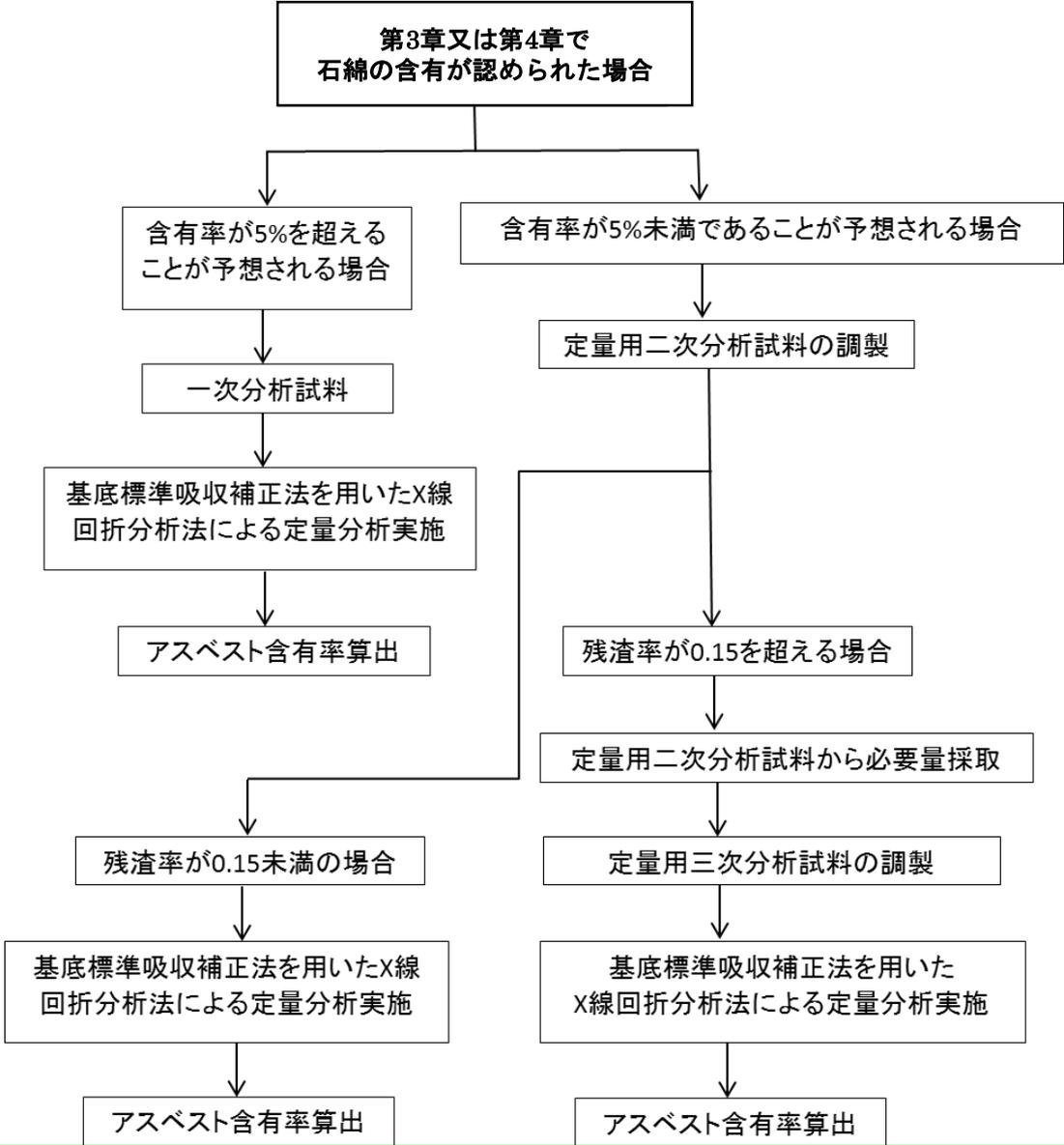


エックス線回折装置による定量分析の実施方法

エックス線回折分析法による建材製品中のアスベスト含有率定量分析手順



エックス線回折装置による定量分析実技講習手順

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5章
- JIS A 1481-3(:2014)、-5(:2021)

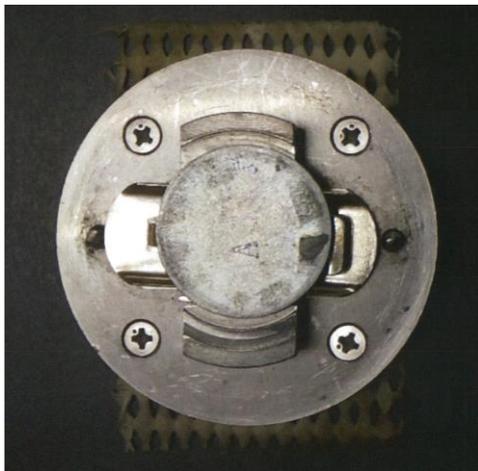
2. 講習手順

- ① 一次分析試料の調製方法(粉碎、篩分け等)
- ② 定量用二次及び三次分析試料の調製方法(20%ぎ酸処理)
- ③ 検量線の作成
- ④ 定量分析、アスベスト含有率の算出
- ⑤ 検量線の検出下限及び定量下限

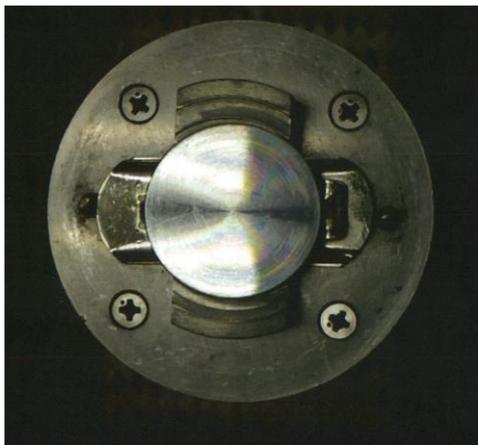
3. 分析対象試料

- 1種類の石綿含有建材試料

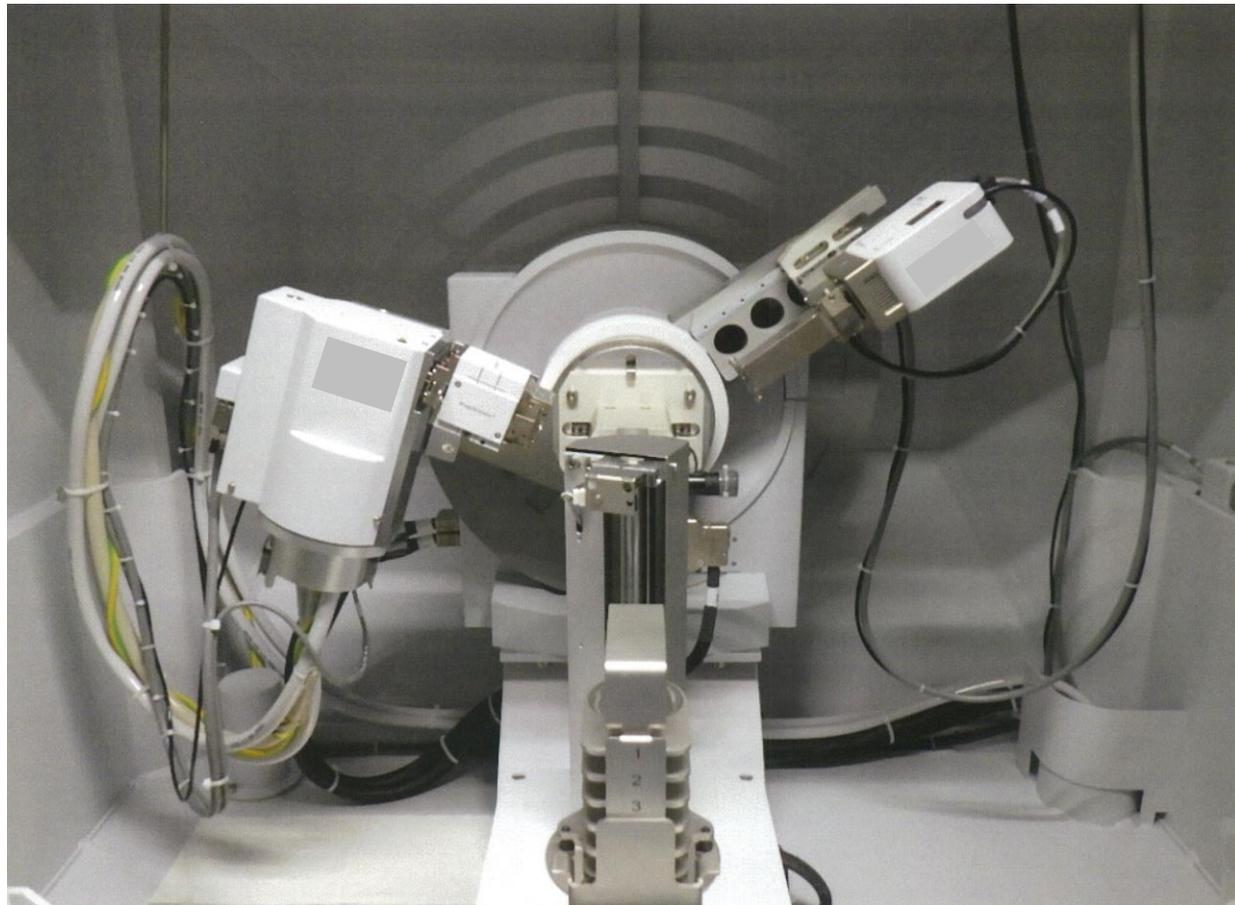
1. 実技講習に使用する機器等



基底標準板(亜鉛)



基底標準板
(アルミニウム)



エックス線回折装置の内部

2. エックス線回折分析による定量分析用二次分析試料及び三次分析試料の調製方法

(1). 定量分析用二次分析試料の作製方法

- 定量用二次分析試料の作製に用いる直径25mmのふっ素樹脂バイндаグラスファイバーフィルタ(以下、「フィルタ」という。)の質量及びフィルタを装着した状態で基底標準板(亜鉛またはアルミニウム)の主回折強度を計測しておく。
- 第4章で調製した一次分析試料を100mg(M_1 :一次分析試料の秤量値)精秤して、コニカルビーカーに入れ、20%のぎ酸を20mL加えて攪拌した後、無じん水を40mL加えて、超音波洗浄器を用いて1分間分散する。
- $30 \pm 1^\circ\text{C}$ に設定した恒温槽内に入れ、12分間連続して振とうした後、フィルタを装着した直径25mm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。
- 乾燥後、フィルタ上に捕集された試料の質量(M_2 : 定量用二次分析試料の秤量値)を求め、定量用二次分析試料とする。

- 定量用二次分析試料の作製に当たっては、1試料当たり三つの定量用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エックス線回折装置の試料台と同一のものを使用する。
- なお、定量用二次分析試料の作製で、残さ(渣)率(M_2/M_1)が0.15を超えた場合は、定量用三次分析試料を作製する。

(2).定量分析用三次分析試料の作製方法

- 定量用三次分析試料の調製は定量用二次分析試料から10～15mgを分取して、無じん水中に分散後、基底標準板のエックス線回折強度を計測し、秤量済みのフィルタに吸引ろ過を行い、乾燥させて秤量し、試料の質量(M_3 : 定量用三次分析試料の秤量値)を求め、定量用三次分析試料とする。

3. 基底標準吸収補正法によるエックス線回折装置による定量分析方法

(1) 検量線の作成

- 検量線は、相関係数(R)が0.99以上(又は決定係数(R^2)が0.98以上)とする。
- JISA 1481 -5による検量線Ⅱ法の概要についても説明する。

(2) 定量分析手順

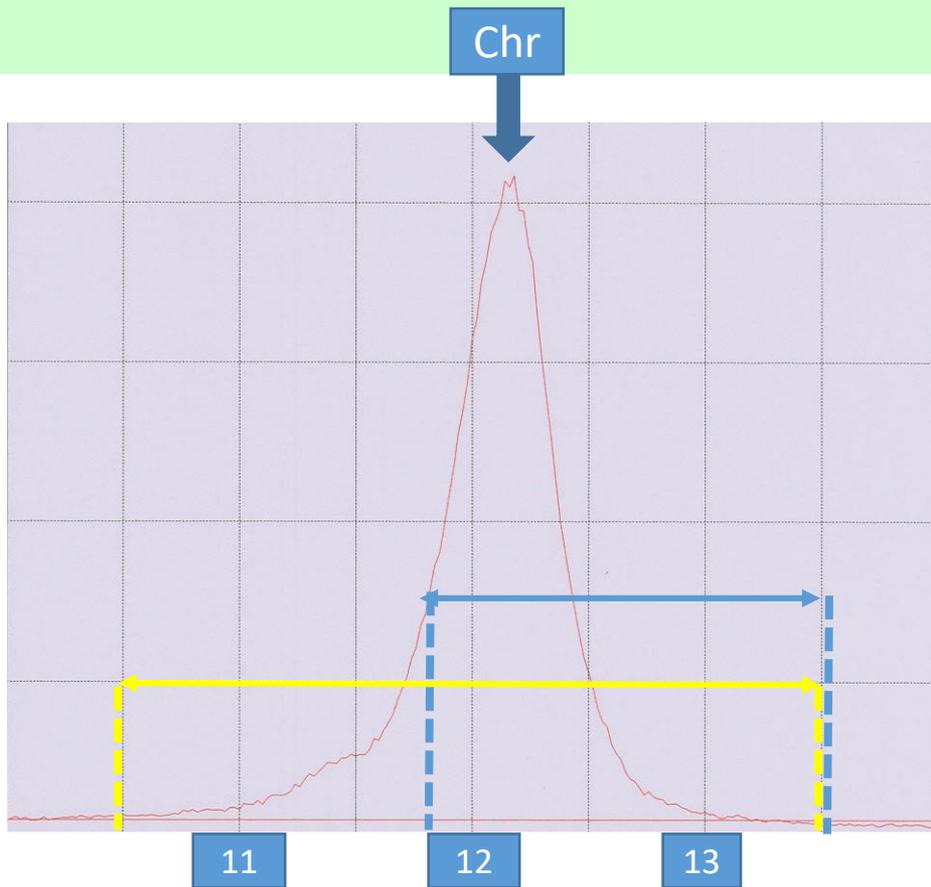
- 定量用二次分析試料または定量用三次分析試料を、エックス線回折装置の回転試料台に固定する。
- 検量線作成と同一の条件で、三つの定量用二次分析試料または定量用三次分析試料について、基底標準板および回折エックス線強度を計測し、基底標準吸収補正法によってエックス線回折分析を行う。
- (1)で作成した検量線から当該アスベストの質量を算出してアスベストの含有率を求める。

エックス線回折装置の定量分析条件

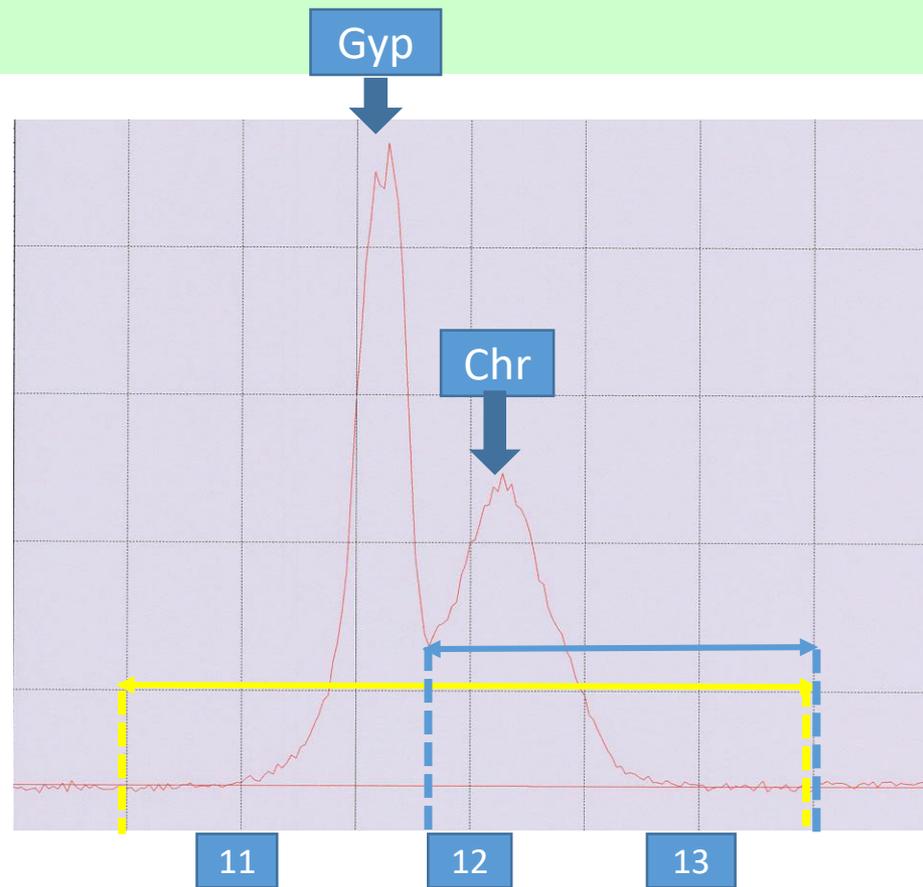
設定項目		測定条件
エックス線対陰極		銅 (Cu)
管電圧 (kV)		40
管電流 (mA)		30~40
単色化 (K _β 線の除去)		Niフィルタ又は グラファイトモノクロメータ
時定数 (s)		1
走査速度 (° /min)	連続スキャンニング (° /min)	1/8~1/16
	ステップスキャンニング	0.02° ×10秒~0.02° ×20秒
発散スリット (°)		1
散乱スリット (°)		1
受光スリット (mm)		0.3
走査範囲 (2θ) (°)		定量回折線を含む前後 2~3° 程度

【留意点1】 定量分析は上表によって実施し、回転試料台を用いて定量物質のX線回折積分強度(積分値)が2000カウント以上とする。

【留意点2】 ただし、上表に示したX線回折装置の定量分析条件は必要最低の条件であり、この条件又はこれ以上の検出精度を確保できる条件で分析すること。



クリソタイル標準試料のプロファイル



分析試料のプロファイル

検量線作成時の積分エクス線強度の測定範囲を決定する場合は、分析対象試料のプロファイルをから、適切な範囲を選択して決定すること

(3) アスベスト含有率の算出

- ① 定量用二次分析試料からのアスベスト含有率の算出
- ② 定量用三次分析試料からのアスベスト含有率の算出

(4) 検量線の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(0.01~0.1mg/cm²)をエックス線回折分析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と分析対象のアスベストのエックス線回折強度を繰り返して10回計測し、積分エックス線強度の標準偏差(σ)を求め、所定の計算式により算出する。

4. 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

別添データ(共通事項)

- 1.X線回折装置による定量分析の条件

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)
※一次分析試料の加熱処理を実施した場合
- 3.一次分析試料の前処理
- 4.石綿含有率の算出方法
- 5.X線回折分析法に使用する検量線
- 6.検量線データ
- 7.X線回折分析法による定量分析結果
 - 7.1 一次分析試料からの石綿分析結果
 - 7.2 二次分析試料からの石綿分析結果
 - 7.3 三次分析試料からの石綿分析結果