

JIS

建材製品中のアスベスト含有率測定方法

JIS A 1481 : 2006

(JTCCM/JSA)

平成 18 年 3 月 25 日 制定

日本工業標準調査会 審議

(日本規格協会 発行)

著作権法により無断での複製、転載等は禁止されております。



060517000702

日本工業標準調査会標準部会 建築技術専門委員会 構成表

	氏名	所属
(委員長)	菅原進一	東京理科大学 (東京大学名誉教授)
(委員)	深尾康三	社団法人建築業協会 (株式会社竹中工務店)
	勝野奉幸	財団法人建材試験センター
	櫻井誠二	日本保温保冷工業協会
	阿部隆	社団法人日本鉄鋼連盟
	立山徳子	社団法人日本消費生活アドバイザー・コンサルタント協会
	富田育男	社団法人日本建材・住宅設備産業協会
	八野行正	住宅金融公庫
	林央	社団法人日本アルミニウム協会 (独立行政法人理化学研究所)
	春田浩司	国土交通省
	松井勇	日本大学
	松野仁	国土交通省
	山内泰之	独立行政法人建築研究所

主 務 大 臣：経済産業大臣 制定：平成 18.3.25

官 報 公 示：平成 18.3.27

原 案 作 成 者：財団法人建材試験センター

(〒103-0025 東京都中央区日本橋茅場町 2-9-8 友泉茅場町ビル TEL 03-3664-9211)

財団法人日本規格協会

(〒107-8440 東京都港区赤坂 4-1-24 TEL 03-5770-1571)

審 議 部 会：日本工業標準調査会 標準部会 (部会長 二瓶 好正)

審議専門委員会：建築技術専門委員会 (委員長 菅原 進一)

この規格についての意見又は質問は、上記原案作成者又は経済産業省産業技術環境局 基準認証ユニット産業基盤標準化推進室 (〒100-8901 東京都千代田区霞が関 1-3-1) にご連絡ください。

なお、日本工業規格は、工業標準化法第 15 条の規定によって、少なくとも 5 年を経過する日までに日本工業標準調査会の審議に付され、速やかに、確認、改正又は廃止されます。

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、責任をもたない。

JISA 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	8
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
10. 測定結果の報告	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
解 説	17

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 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 K 8264 ぎ酸（試薬）

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	—
a	検量線の傾き	—
C_k	アスベスト含有率の検出下限	%
C_l	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。

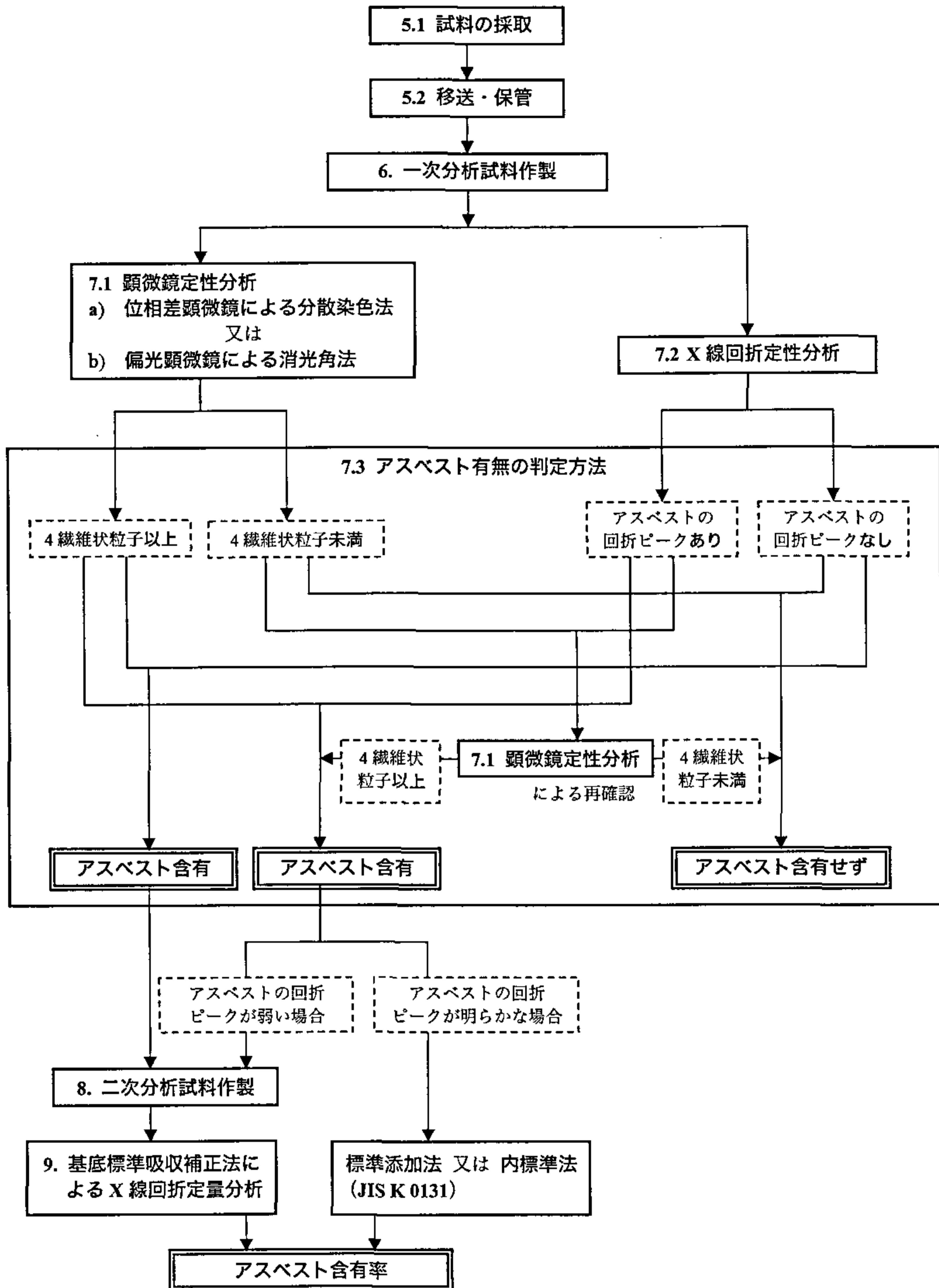
製造工場で製造された建材、建築物などに施工された建材又は輸入された建材から分析可能な適切な量の試料を採取し、建材のマトリックスによって粉碎又は加熱処理した後に、一次分析試料を作製する。次に、一次分析試料にアスベストが認められるかを位相差顕微鏡使用の分散染色法による定性分析又は偏光顕微鏡使用の消光角法による定性分析及びX線回折分析を用いて確認する。

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ため分析試料の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、ドラフトチャンバ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、これらをすべ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、ピンセットのせん（尖）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、ピンセットのせん（尖）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。

なお、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。

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) の分散色を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 分散色の同定に顕微鏡に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。

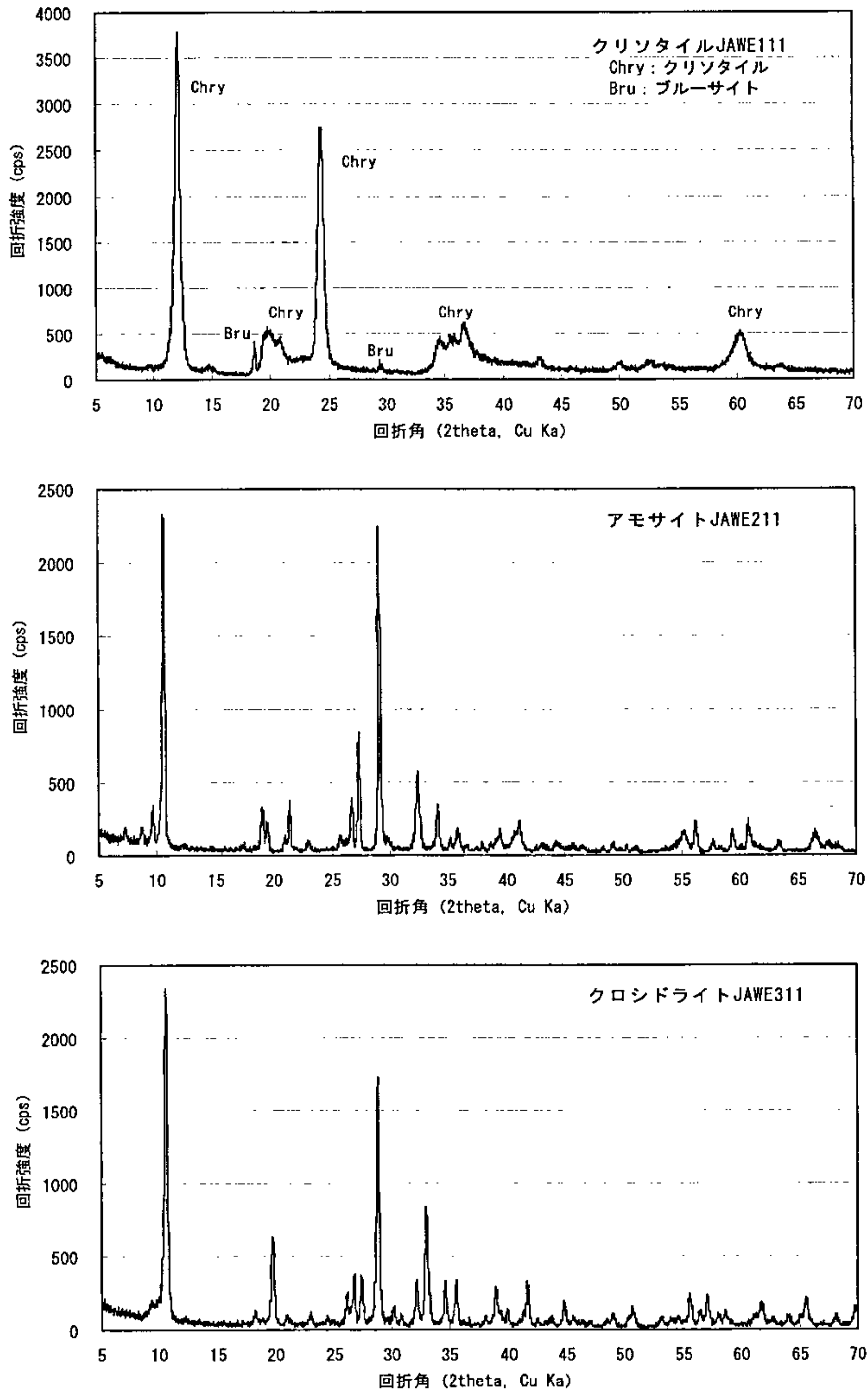


図 2 分析対象アスベストの X 線回折パターン

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。

2. 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ндаグラスファイバフィルタ（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）してコニカルピーカーに入れ、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と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、残さ (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、四ふつ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とう便利である。

次に、補正回折線強度 (I) を、式(2)から求める。

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

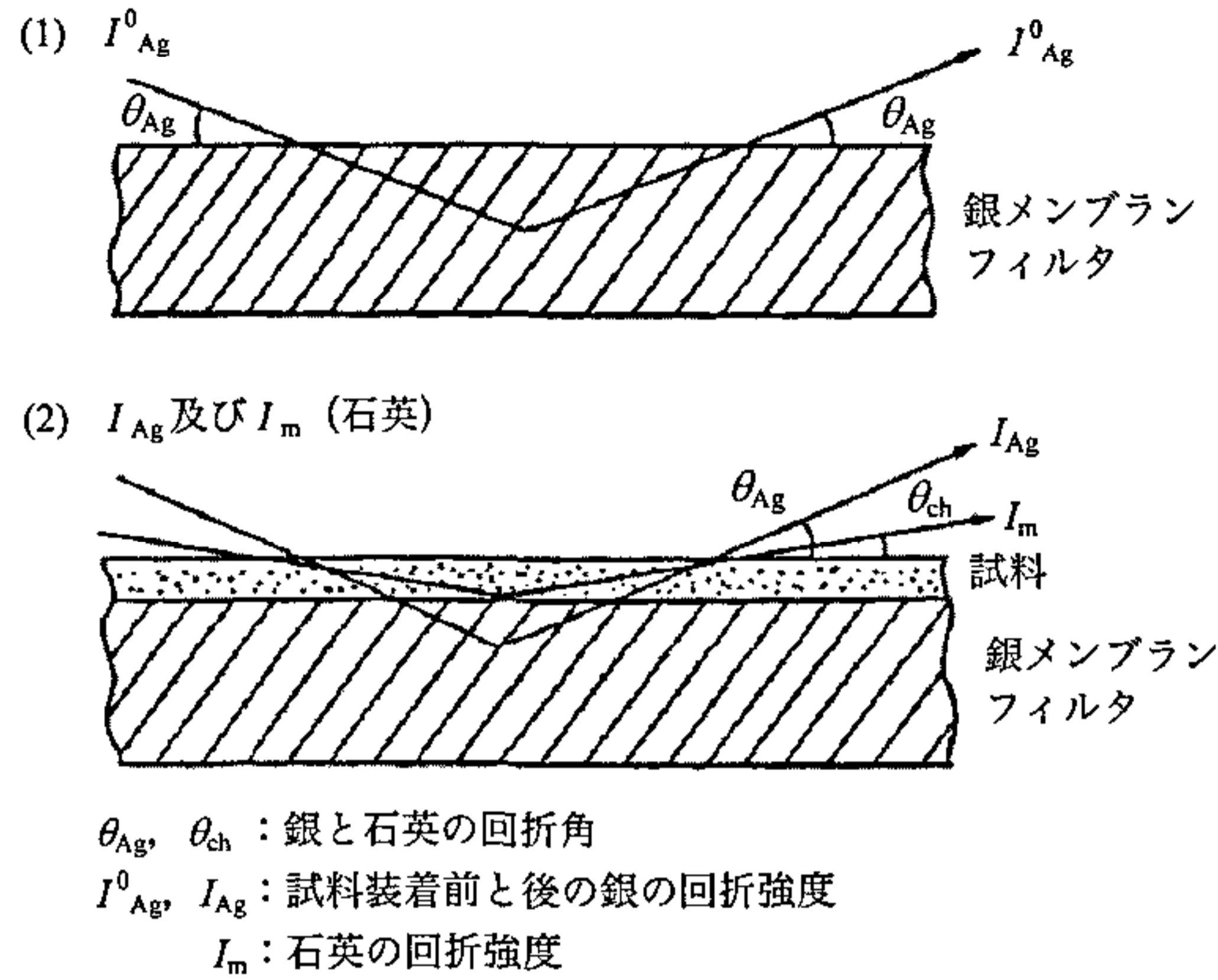
この値を 100% の定量物質 m で作成した回折線強度 (I) と定量物質の質量 (W) との関係を示す検量線から、 W を求める。したがって、試料中の物質の平均質量吸収係数を計算することなく吸収補正が施され、定量物質の質量が求められることになる。

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) 及びクリソタイル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。

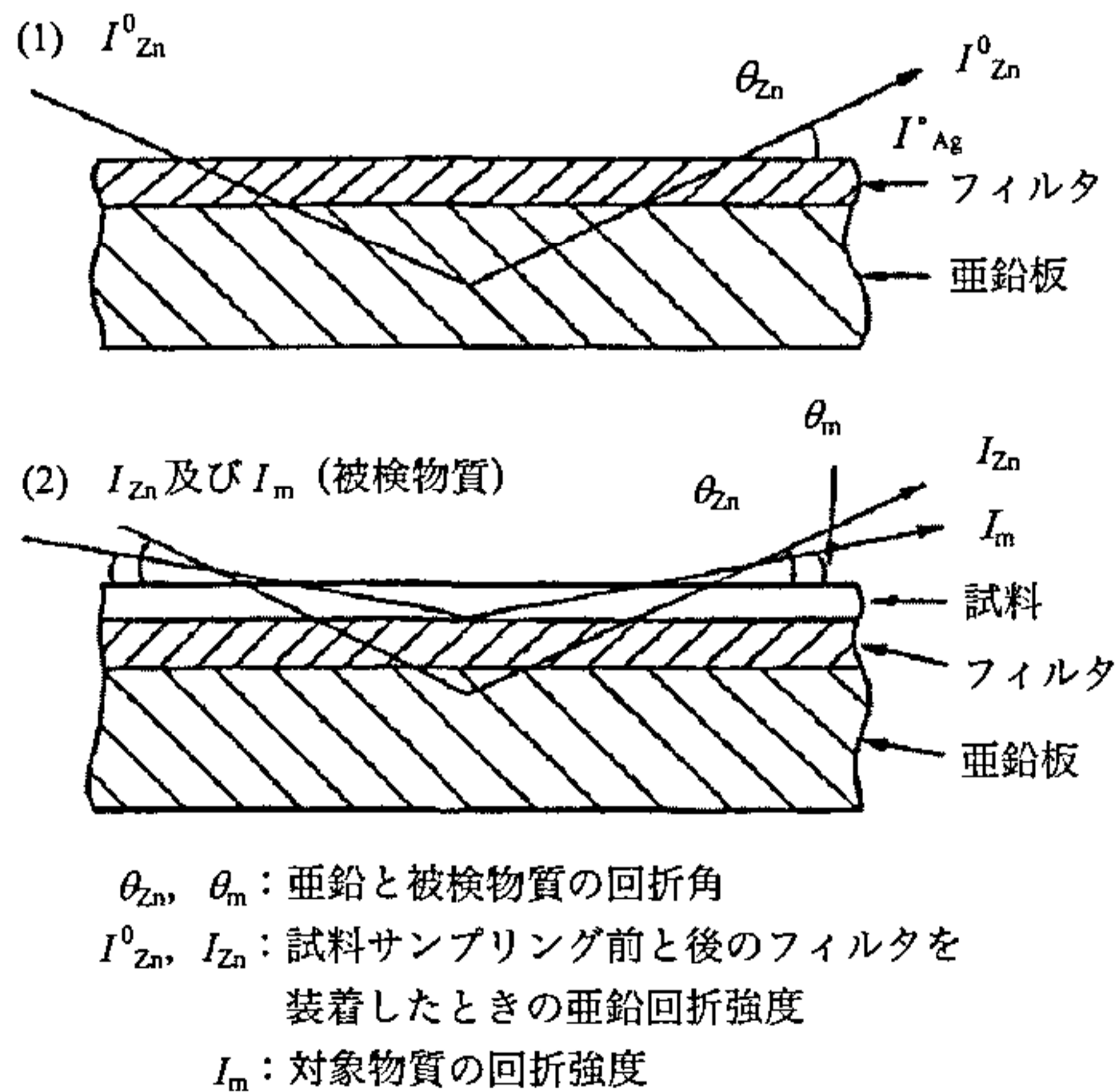
そこで、上記の問題点を解決し、かつ、精度よく吸収補正を行える方法が、我が国で開発されている⁽¹⁾。その方法では、試料の吸収補正に必要な基底標準結晶質物質に銀メンブランフィルタに代えて金属基底標準板を用いている。金属の素材としては、亜鉛が適しているが、アルミニウムなど他の金属でもよい。浮遊粉じんの捕集には、アセチルアセテート系メンブランフィルタ、ポリカーボネート系ニュークリポアフィルタなど⁽²⁾を用い、それを直接金属基底標準板に接着する。実際の回折強度の測定、吸収補正の手順、検量線の作成及び計算は、銀メンブランフィルタの場合と同様である。金属基底標準板として亜鉛板を用いた場合の概念図を附属書 4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

(2) 粉じん濃度が高く比較的少量の粉じんが捕集できる場合には、四ふつ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ろ過捕集する。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、四ふつ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^c) 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 ($\Delta R_1 = I_{Zn}^1/I_{Zn}^0$) 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^c を、式(4)によって求める。

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

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

建材製品中のアスベスト含有率測定方法 解 説

この解説は、本体及び附属書に規定した事柄、並びにこれらに関連した事柄を説明するもので、規格の一部ではない。

この解説は、財団法人日本規格協会が編集・発行するものであり、この解説に関する問合せは、財団法人日本規格協会へお願いします。

1. 制定の趣旨及び経緯 アスベストの健康影響問題によって、平成7年にアスベストのうち、アモサイト及びクロシドライトが禁止され、更にアスベストを使用した建築材料、摩擦材及び接着剤が平成16年10月1日から全面禁止となった。

このような背景において、建築物の解体又は改修時、アスベスト代替品、輸入における禁止となったアスベスト含有材料のアスベスト有無及びアスベスト含有率の確認を行うことは、アスベストによる健康影響を最小限にするために必要不可欠である。

従来、製品中におけるアスベスト有無及びアスベスト含有率測定方法の統一的な規格がなかったため、分析機関等によるアスベストの有無及びアスベスト含有率分析結果に対する混乱を生じるケースも多々認められている。

そこで、今回、新たに“建材製品中のアスベスト含有率分析方法”を制定することによって、客観性をもって、アスベストの有無及びアスベスト含有率が正確に把握することが可能となった。

2. 審議中に問題となった事項 審議中に問題となった事項は、次のとおり。

- a) 繊維状の定義として、アスペクト比3以上としたが、X線回折法による定量分析では、アスベスト比をもったものだけの定量ができないため、顕微鏡による繊維形態の観察を導入した。しかし、試料中にアスペクト比3以上のもの及び3未満のものが混在している場合は、正確なアスベストの含有率を分析することは難しいが、結果的には、そのアスベスト含有率は安全サイドでのデータとなるので、この点に関し、今後の課題とした。
- b) 分析試料へのアスベスト汚染及び二次分析試料のX線回折法による基底標準吸収補正法の定量下限も踏まえ、計測粒子中アスベストが何繊維状粒子で規定すればよいか問題となった。

3. 適用範囲 アスベストを含有している製品が数多くあるが、この規格での適用範囲を建材製品、その他製品とした。

アスベスト含有建材製品は、平成16年9月30日をもって製造禁止となったが、これ以前に製造されていた主なアスベスト含有建材製品の種類と製造時期を解説表1に示す。また、建材製品以外にその他製品も対象にしているが、これは建築物等には、内外装等の建築材料に加え、各種設備、配管等にも、アスベスト含有材料が使用している場合もあるので、その他製品も対象とした。

これらアスベスト含有製品のアスベストの代替繊維としては、パルプ、ワラストナイト、セピオライト、

ガラス長繊維等が考えられる。

解説表 1 主なアスベスト含有製品の製造時期等

出典：社団法人日本石綿協会

主なアスベスト含有建材製品	製造期間 (西暦)	代替製品の 使用開始年
スレート (波板・ボード)	1931～2004*	1988～
住宅屋根用化粧スレート	1961～2004*	—
サイディング	1967～2004*	1973～
石綿セメント板	1931～2004*	—
けい酸カルシウム板	1983～1994	1984～
パルプセメント板	1954～2004*	1987～
スラグせっこう板	1973～2004*	1993～
耐火被覆板 (けい酸カルシウム板第2種も 含む)	1969～1989	1973～
押出成形品	1970～2004*	2000～
ビニル床タイル	～1986	—

注* 製造各社に製造期間が異なるが、ここでは最大年で示した。

この規格では、対象アスベストをクリソタイル、アモサイト、クロシドライトとしているが、これは市場で使用されたアスベストがこれらのアスベストであるためである。これら以外のアスベスト、トレモライト、アクチノライト、アンソフィライトのアスベスト有無及びアスベスト含有率分析に必要な屈折率、X線回折パターンについては、この解説で述べているので、これらを参考にこの規格の方法に基づき分析を行えば、アスベストの有無、アスベスト含有率の分析が可能となる。

通常5%を超えるアスベストの分析は、一般的に、X線回折法による内標準法、添加法で行われているが、これらの分析手法では、定量下限として1～5%が限界である。しかし、アスベスト含有率が5%以下含まれている場合でも、労働安全衛生法に基づくアスベスト含有率の適用除外要件が1%以下であり、また、特定化学物質の環境への排出量の把握等及び管理の改善の促進に関する法律（略称：PRTR法）での適用除外要件が0.1%未満であることから、これら法規の適用対象かを正確に分析する必要がある。そこで、この規格では、これらの法規も念頭において、主にアスベスト含有率5%以下でも、精度よく分析できるように定めている。

なお、石綿が不純物として含有するおそれのある天然鉱物等を適用範囲から除いた理由は、天然鉱物自体が溶けにくいものがあり、かつ結晶性をもつため、X線回折分析におけるバックグラウンドがあがったり、石綿と近い位置に回折ピークが現れたりするなど、精度よく0.1%を定量することが困難なためである。今後、石綿が不純物として含有する天然鉱物の分析手法については検討が必要である。

4. 規定項目の内容 本体中の補足説明を次に示す。()内の数字は、本体の項目である。

4.1 定義 (本体 3.1) アスベストの定義は、繊維状との観点から、JIS K 3850-1 で定めているアスベストと繊維状粒子の定義を併せたものとした。

4.2 測定方法原理 (本体 4.) この規格は、顕微鏡としては、位相差分散顕微鏡又は偏光顕微鏡を規定しているが、当然のことながら、電子顕微鏡 (走査電子顕微鏡, 透過電子顕微鏡) を用いて分析を実施してよい。この場合の具体的な方法は、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) ~3 (第2部: 直接変換—透過電子顕微鏡法, 第3部: 間接変換—透過電子顕微鏡法) に規定している方法を準用して行う。また、国内外のアスベスト分析方法の状況は、次のとおりである。

- a) 日本においては、この規格に示されている分析方法以外に、微分熱重量分析方法があるが、この方法は、X線回折パターンがほぼ同じような、例えば、クリソタイルとアンチゴライト、リザルダイトが混在する場合に、このクリソタイルとアンチゴライト、リザルダイトを判別するために用いられる方法であるが、分析精度はおおむね5%程度である。
- b) ISO (国際標準化機構) では、土壤中、建材中のアスベスト分析法を検討中で、分析方法として、X線回折分析法、偏光顕微鏡法、赤外分光法、分散染色法を視野に入れている。
- c) 米国では、アスベスト含有材料の定義が法的に1%を超えてとなっているため、分析方法は、偏光顕微鏡による分散染色法を採用しており、定量下限1%となっている。
- d) ドイツでのアスベスト分析方法としては、X線回折分析法、偏光顕微鏡法、赤外分光法を採用している。

4.3 試料の採取 (本体 5.1) この規格でいうやわらかい材料とは、おおむね密度が 0.5 g/cm^3 以下のものであり、これは器具等を用いなくても比較的容易に試料を採取することができるので、容量で表示することにした。また、この規格でいう比較的硬い材料とは、おおむね密度が 0.5 g/cm^3 を超えるものであり、これはカッター等の器具を用いないと、試料を採取することが困難と思われるため、面積で表示することにした。

この規格での採取量に関しては、後述する分析を勘案して、1か所当たり、最低 10 cm^3 は必要であるので、この量以上採取できれば、前述した比較的硬い材料についても、面積表示の数値にこだわる必要はない。

この規格の備考の採取記録項目は、主に建築物から採取する場合の例を示しており、アスベスト代替品又は輸入時のアスベスト有無に必要な採取記録として、次のような項目が考えられる。

- 製造者名 (輸入国名)
- 建材名
- 製造年月日 (輸入年月日)
- ロット番号
- 試料の大きさ、採取方法及び採取年月日

4.4 一次分析試料の作製方法 (本体 6.) 一次分析試料の作製に当たっての留意事項は、次のとおり。

- a) 分析試料を作製する場所は、アスベストに汚染されていないことを確認する。(例えば、JIS K 3850-1 ~3 に基づき、空気中のアスベスト濃度測定を実施して、 0.5 本/L 未満であることを確認することなど)
- b) 各種分析試料の粉碎はドラフトチャンバー内で行い、分析試料作製過程で、アスベストによる汚染がないようにする。
- c) 一次分析試料を作製するごとに、粉碎器は水等を使用して清浄にする。
- d) X線回折試料ホルダーに、一次分析試料を詰めることを考慮して、目開き $425 \sim 500 \mu\text{m}$ のふるいを通したものであることにした。

- e) 有機成分を多く含んだ試料は、後述する位相差顕微鏡による分散染色法等による分析で、識別判定が難しくなるので、加熱処理を行うことにした。しかし、加熱処理、特に 500℃以上での加熱処理は、クリソタイルの脱構造水が徐々に消失して他の物質に変化し、アスベスト含有率の分析に支障をきたすおそれがあるため、450℃で1時間以上とした。

4.5 一次分析試料による定性分析方法 (本体 7.)

4.5.1 顕微鏡による定性分析方法 (本体 7.1) 顕微鏡による定性分析方法には、位相差顕微鏡による分散染色法と偏光顕微鏡による消光角法があり、それぞれについて解説する。

- a) 位相差顕微鏡による分散染色法 位相差顕微鏡とは、無色透明な物体の部分的な厚さや屈折率の大小によって透過光に生じる位相差 (光の進む遅れの差) を、明暗の差に変えて見えるようにした顕微鏡で、液中の無色透明のアスベスト等屈折率をもったすべての繊維が明暗のコントラストで観察できる。分散とは、光が波長によりスペクトルに分解することをいう。一般にアスベスト繊維の分散は液体の分散よりも小さいため、ある一定の屈折率をもつ液中では、特定のアスベストから特異的なスペクトル (合成色) が観察でき、これを分散色と呼ぶ。

解説表 2 による最も鋭敏な分散色が観察されれば、アスベストが同定できる。

解説表 2 アスベストの分散色

アスベストの種類	屈折率 $n_D^{25^\circ C}$	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
アンソフィライト	1.605	だいたい (橙) 色
	1.640	青色
トレモライト	1.605	だいたい (橙) 色
	1.640	青色

アスベスト以外の分散色も、浸液の分散曲線と試料の分散曲線が交差した点から浸液の屈折率と適合波長を読み取ることで、分散色が特定できる。この適合波長だけが観察している顕微鏡の光源の色、つまり白色光から差し引かれ、残った波長の光学的総和として、スペクトル (合成色) で、分散色として観察することができる。

その適合波長と分散色の関係は、解説表 3 のとおりである。

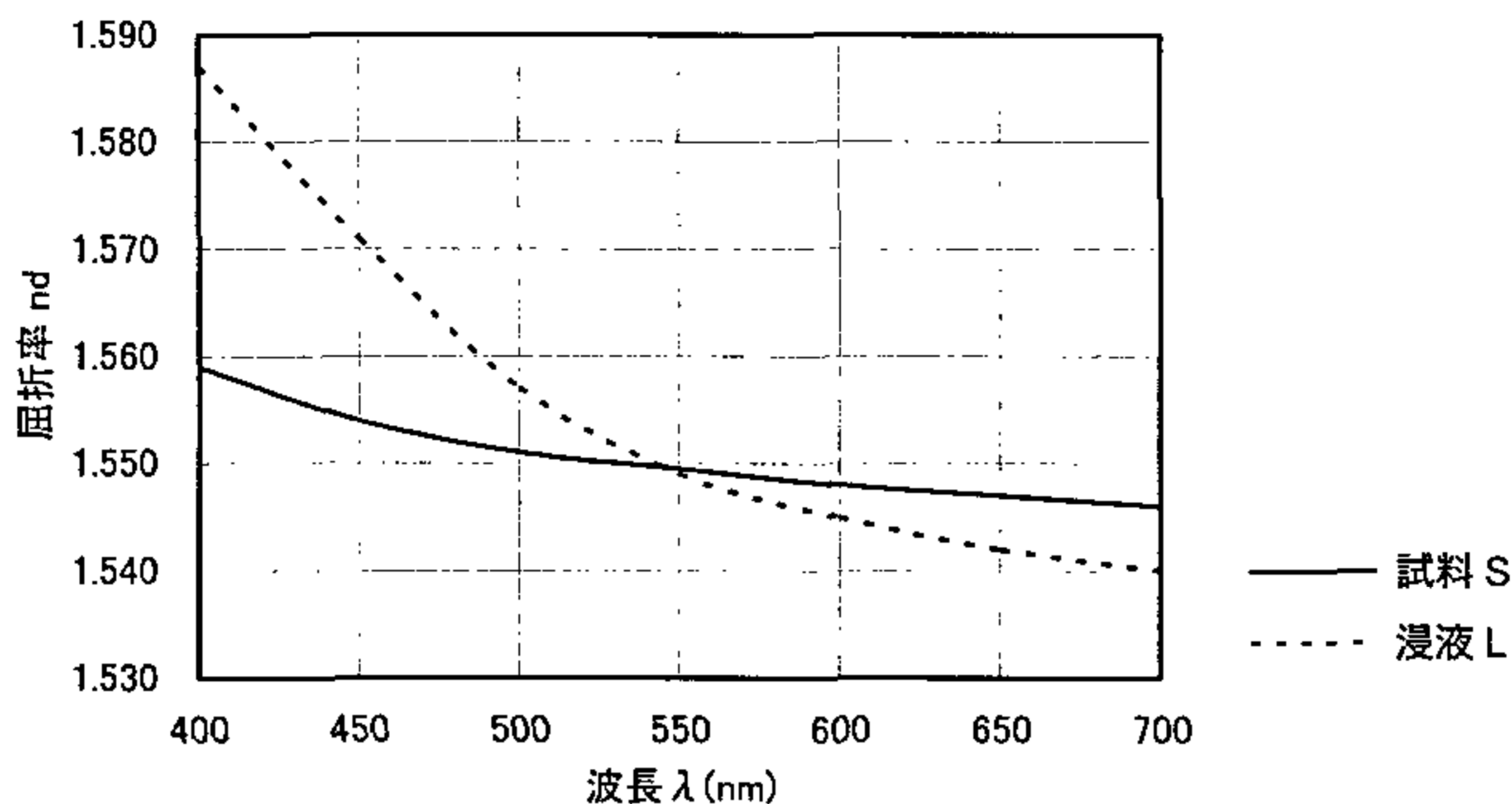
(参考文献: ASBESTOS IDENTIFICATION 1988 年, McCrone Research Institute)

解説表 3 適合波長と分散色

適合波長	分散色	適合波長	分散色
340 nm 近辺で	白色	560 nm	紫色
400 nm	薄い黄色	595 nm	濃い青色
430 nm	黄色	625 nm	明るい青・緑色
455 nm	黄金色	660 nm	青・緑色
485 nm	だいたい (橙) 色	700 nm	薄い青・緑色
520 nm※	赤紫色	1 500 nm	薄い青・緑色

注 ※最も鋭敏な分散色

一例として、解説図1のような分散曲線が得られた場合は、屈折率がおおよそ1.550で波長が540 nmで交差していることと解説表3から、屈折率1.550の浸液で試料と混合した標本からは赤紫から紫色の分散色が観察できることになる。



解説図1 浸液Lと試料Sの分散曲線例

また、アスベストは天然鉱物で複屈折性（偏光特性）をもっているため、位相差分散顕微鏡の観察側に偏光板（アナライザ）を加えて、これを回転若しくは試料を回転させることにより、分散色の発色の変化（消光と対角）で確認することができる。一方、複屈折をもたない試料は、分散色が出ても偏光板による変化がないのがわかる。

- b) 偏光顕微鏡による消光角法 試料がアスベストのように複屈折性をもっている場合、直交ニコルで試料を観察すると、ステージを回転することによって、視野内の試料に消光現象が見られる（最も暗くなる角度を消光位といい、もっとも明るくなる角度を対角位という。）。試料がその消光位にあるとき、その試料の輪郭がはっきり見える直線（又はへき開線）の方向（又はへき開線の方向）とアイピースグレーティクルの十字線の1本の線とが作る角度を消光角といい、この角度によって判定の試料とする。

アスベストの消光角は、次の解説表4から試料の同定をする。

解説表4 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°
トレモライト	CAZ = 10~21°
アクチノライト	CAZ = 16~21°
アンソフィライト	直消光

アスベスト以外の繊維状物質の消光角は、解説表5による。

解説表 5 アスベスト以外の繊維状物質の消光角

アスベスト以外の繊維状物質	消光角
ウォラストナイト	BAZ=0°
セピオライト	CAZ=小
アタパルジャイト	CAZ=小
ハロサイト	BAZ=0°
繊維状石こう	CAZ=-52°
モルデナイト	CAX=0°
グラスウール	なし
ガラス長繊維	なし
ロックウール/スラグウール	なし

4.5.2 X線回折分析法による定性分析法 (本体 7.2) X線回折分析法による定性分析法について、次に解説する。

a) X線回折装置の概要 X線回折装置は試料の形態によって、粉末法用、単結晶用、及び非晶質用に分類することができる。アスベストの測定には、X線の検出に計数管を装備した粉末法用のX線回折装置(X線ディフракトメータ)を使用する。X線ディフракトメータは操作が簡単で、得られるデータの精度も高い。また、色々な附属装置を併用することによって広く利用されている。装置の詳細は、JIS K 0131 (X線回折分析通則)による。アスベストの測定に有用な附属装置にモノクロメータと面内回転試料台がある。

- 1) モノクロメータ モノクロメータは、単結晶によるX線の分光を利用してX線を単色化する附属装置である。モノクロメータを回折側(試料と計数管の間)に配置すれば、 $k\beta$ 線や試料からの蛍光X線がほとんど除去されるので、バックグラウンドの低いデータが得られ、強度の弱い回折線も検出できるようになる。モノクロメータの詳細は、JIS K 0131による。
- 2) 面内回転試料台 面内回転試料台は、試料を試料面内で回転させる附属装置である。回折X線強度測定の再現性を高める効果がある。

試料の結晶粒子が大きいと、デバイ・シェラー環は、一様な強度分布にならずにはん(斑)点状になる。X線ディフракトメータは、デバイ・シェラー環の一部をスリットで走査しているので、結晶粒子が大きい試料の回折線強度の測定再現性は悪くなる。この場合、試料を試料面内で回転させながら測定することによって強度の再現性を改善できる。回転の効果の例として、石英粉末を詰め替えて測定したときの回折線強度の相対標準偏差を、解説表6に示した。アスベストの測定でも試料面内回転は、結晶粒子の大きさに起因する回折線強度の変動を小さくする効果がある。

解説表 6 試料面内回転と回折線強度の再現性

試料：石英粉末，測定面：(101)

粒子の大きさ (μm)	回折線強度の相対標準偏差 (%)	
	面内回転なし	面内回転あり
63~44	9.4	3.0
44~30	7.2	1.9
30~25	4.1	0.9

b) X線ディフракトメータの例 X線ディフракトメータの型式は、X線管球の許容負荷が2 kW程度までは封入式X線管を用いた標準型と卓上型があり、18 kW程度の大容量には、回転対陰極式管球を使

用した形式がある、それぞれ次のような特徴があるが、いずれのタイプも、コンピュータで制御して自動測定し、データもコンピュータで処理する機能が付加されている。

- 1) 卓上型 X 線ディフラクトメータは、小型・軽量で、机上に設置でき、保守・管理や移設が簡単である。安全機構を装備して、X 線を使用することに関する法的な資格が不要な装置もある。許容負荷は、450 W 程度である。
 - 標準型 X 線ディフラクトメータは、据置き型で、1.5~2 kW の許容負荷である。最も普及している。
 - 大容量型 X 線ディフラクトメータは、据置き型で、許容負荷は、18 kW 程度である。強い回折強度が得られるので検出感度が高い。

c) 粉末 X 線回折被験試料の一般的な注意事項 粉末 X 線回折の回折線強度は、試料の結晶粒径や配向性等によって大きく変わる。微細な結晶子が無配向に、また回折に寄与する結晶子の数が十分にあることが望ましい。

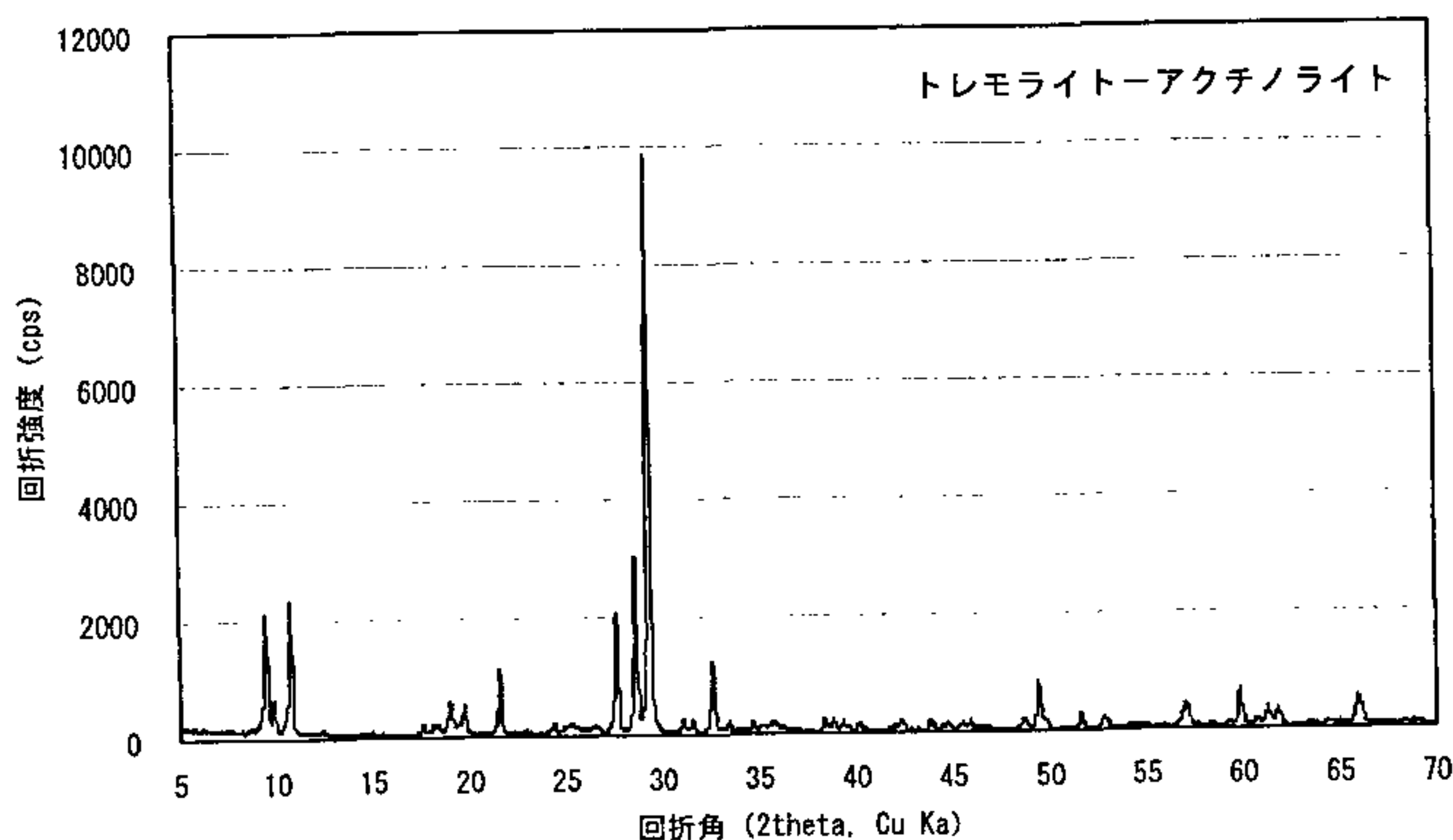
- 1) 結晶粒径が大きい場合 試料が X 線に照射される体積（侵入する深さは波長と吸収係数、及び入射角度で決まり、照射面積は光学系で決まる）の中に、回折に寄与する結晶粒子の数を十分多くする必要がある。粒径が大きい場合は、めのう乳鉢等で粉碎し、粒径を 10 μm 以下に調整する。この場合、過剰な粉碎は試料の非晶質化や構造変化をもたらすので避けなければならない。特に、硬さの異なる成分が混合している試料は、硬い成分はなかなか細かくならず、軟らかい物質は非晶質化や構造変化が起きやすいので注意が必要である。事前に、粉碎時間などの粉碎条件と回折線強度の関係を把握しておくことが望ましい。十分な粉碎ができない場合は無理に粉碎しないで、面内回転試料台を使用するのがよい。
- 2) 配向性がある場合 粉末試料で、個々の結晶粒子の方向があらゆる方向を向く（無配向）ようにサンプリングするのは、理想的ではあるが、困難な場合が多い。特に、粒子の外形が、繊維状・板状のように異方性の大きい試料は、試料板に詰めたとき、配向が顕著に現れる。配向性のある試料の調整は、まず無配向になるように調整を試みる。それが、測定目的からみて不十分な場合は、積極的に配向させる調整方法を選択する。

この配向性を緩和する試料調整方法は、次による。

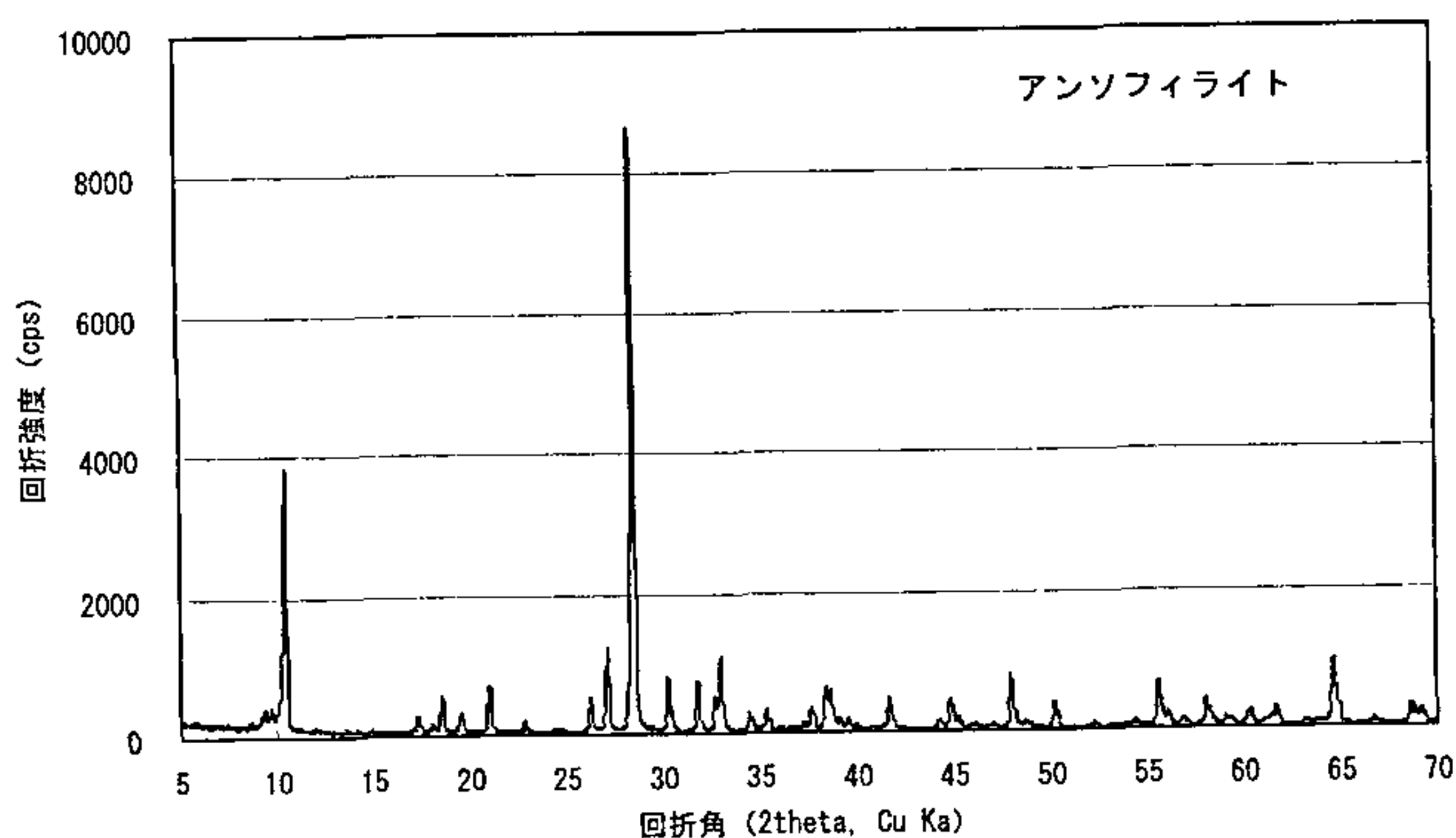
- 希釈剤を混合する（シリカゲルなど非晶質物質を 50 % 程混合すると配向性を軽減できる。）
- 試料表面をジグで波形にする。
- 試料セルに粉末を落下させ、押し固めない。

また、試料を配向させる調整方法としては、試料表面に垂直な力を加えて強く押し固めると配向した試料になる。

- d) アスベストの回折パターン この規格に掲載されていないトレモライト-アクチノライトの X 線回折パターンを解説図 2 に、アンソフィライトの X 線回折パターンを解説図 3 に示す。



解説図 2 トレモライト-アクチノライトの X 線回折パターン



解説図 3 アンソフィライトの X 線回折パターン

4.6 アスベストの有無の判定方法 (本体 7.3) 米国におけるアスベストの有無の判定は、400 粒子中アスベストが 4 本未満の場合、アスベストなし (アスベスト含有率 1 質量%以下) としている。この規格では、顕微鏡による定性分析の結果、三つの分析試料で計数した合計 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結果がアスベストの回折ピークが認められない場合を“アスベストなし”としているので、米国の“アスベストなし”に比べて、アスベスト含有に対する精度がより高くなっている。

三つの分析試料で計数した合計 3 000 粒子中アスベストが 4 繊維状粒子未満の条件と二次分析試料による定量分析方法の定量下限との関係を更に検証していく必要がある。

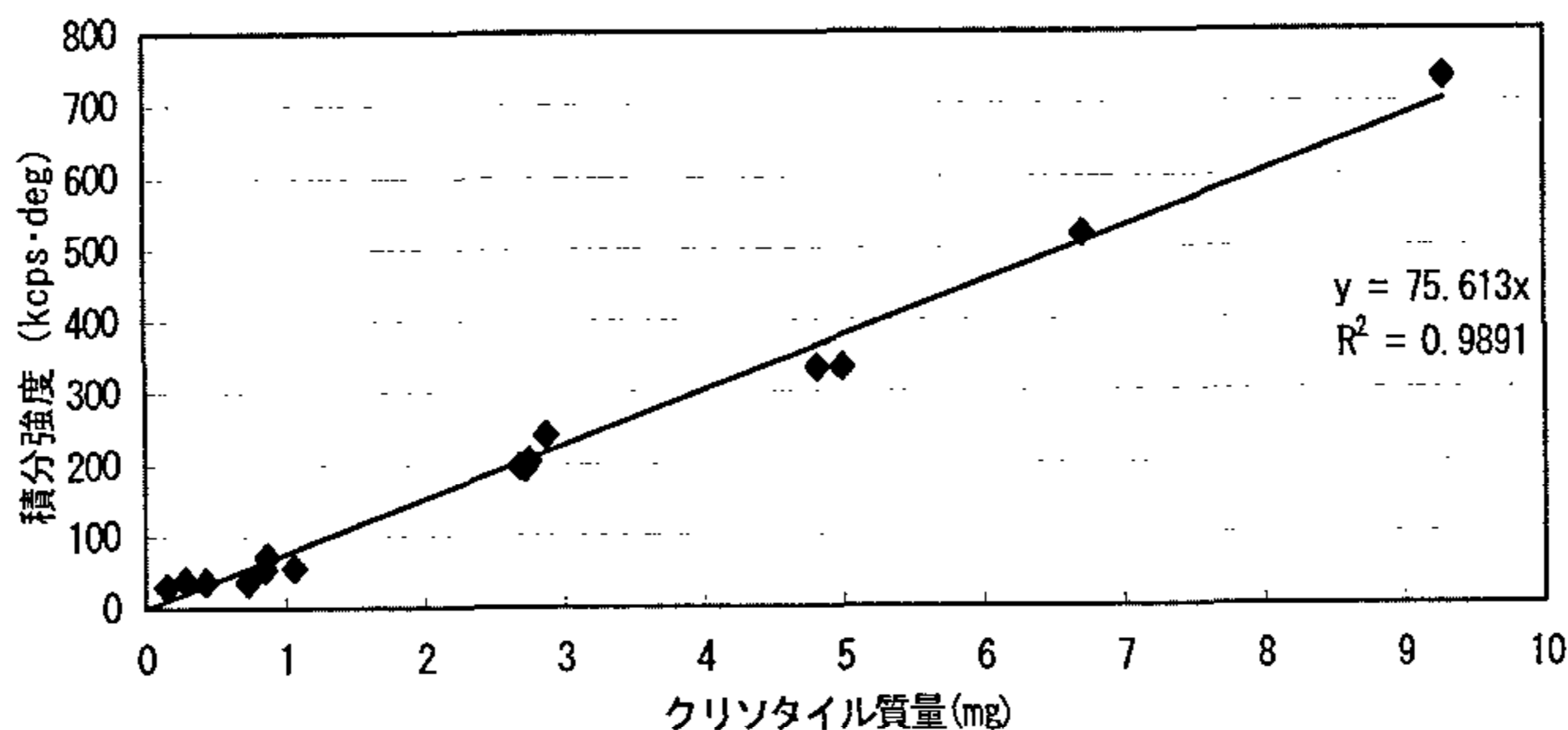
なお、アスベストの含有率の変化に直接関係はないが、一次分析試料作製時の試料の粉碎によって、束になっているアスベストは更に細分化されるので、顕微鏡による定性分析の際は、増加したアスベストを観察することになる。

解 8

著作権法により無断での複製、転載等は禁止されております。

4.7 二次分析試料による X 線回折定量分析方法 (本体 9.)

- a) 残さ (渣) 率 残さ (渣) 率が 0.15 を超えるときは, 残さ (渣) 率が 0.15 以下となるように溶解条件等を検討する必要がある。
- b) 検量線の作成 本体 9.1 によって作成した標準クリソタイル検量線の例を, 解説図 4 に示す。



解説図 4 ギ酸処理標準クリソタイル吸収補正検量線の一例

本体 9.1 b) のアスベスト標準試料を調製する場合に, 簡便法としてアスベスト標準試料 100 mg を精ひょう (秤) し, 20 % のギ酸を 20 ml, 無じん水を 40 ml を加えて原液とし, 超音波洗浄器を用いて 1 分間分散したあと, アスベスト標準試料が 0.1 mg, 0.5 mg, 1.0 mg, 3.0 mg, 5.0 mg に相当する量を分取する方法を用いてもよい。

- c) 分析精度 解説図 4 に示した検量線の最小試料を使用した場合の検出下限, 定量下限の算出例を次に示す。

検量線の傾き(a): 75.613

$$\begin{aligned} \text{検出下限}(C_k \%) &= \frac{(0.852\ 952\ 6/75.613)}{100} \times 100 \\ &= 0.011\ 3 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{定量下限}(C_k \%) &= \frac{(2.558\ 857\ 8/75.613)}{100} \times 100 \\ &= 0.033\ 8 \end{aligned}$$

回数	積分強度(kcps・deg)
1	16.949 62
2	15.054 20
3	16.634 21
4	15.894 78
5	16.907 79
6	17.720 52
7	16.873 43
8	15.053 24
9	16.095 16
10	16.241 87
平均	16.342 481 43
標準偏差 (σ)	0.852 952 6
3 σ	2.558 857 801

5. 原案作成委員会の構成表 原案作成委員会の構成表を、次に示す。

建材製品中のアスベスト含有率の測定方法 JIS 原案作成委員会 構成表

本委員会

	氏名	所属
(委員長)	○ 名古屋 俊 士	早稲田大学理工学部
(委員)	○ 神 山 宣 彦	独立行政法人産業医学総合研究所
	古 川 祐 二	厚生労働省安全衛生部
	富 田 健 介	経済産業省住宅産業窯業建材課
	岩 永 明 男	経済産業省産業技術環境局
	寺 本 英 治	国土交通省大臣官房官庁営繕部 整備課
	○ 黒 木 勝 一	財団法人建材試験センター
	○ 小 西 淑 人	社団法人日本作業環境測定協会
	○ 穂 山 貞 治	財団法人日本規格協会
	○ 川 島 伸次郎	株式会社ニコン
	○ 関 口 晴 男	株式会社島津総合分析試験センター
	○ 中 山 正 雄	株式会社リガク
	○ 大 沢 悟	社団法人建築業協会 (株式会社竹中工務店)
	塚 田 賢 一	社団法人プレハブ建築協会
	○ 丸 山 清	社団法人日本建材産業協会
	関 口 隆 三	せんい強化セメント板協会
	森 実	日本窯業外装材協会
	相 馬 克 広	ロックウール工業会 (日東紡)
	○ 朝 賀 光	株式会社エーアンドエーマテリアル
	○ 富 田 雅 行	社団法人日本石綿協会 (ニチアス株式会社)
(事務局)	天 野 康	財団法人建材試験センター
	片 山 正	財団法人建材試験センター
	久 保 寛 子	財団法人建材試験センター

備考 ○印は、分科会委員を示す。

分科会

	氏名	所属
(主査) (委員)	名古屋 俊 士	早稲田大学理工学部
	神 山 宣 彦	独立行政法人産業医学総合研究所
	篠 原 也 寸志	独立行政法人産業医学総合研究所
	黒 木 勝 一	財団法人建材試験センター
	小 西 淑 人	社団法人日本作業環境測定協会
	穂 山 貞 治	財団法人日本規格協会
	川 島 伸次郎	株式会社ニコン
	関 口 晴 男	株式会社島津総合分析試験センター
	中 山 正 雄	株式会社リガク
	大 沢 悟	社団法人建築業協会 (株式会社竹中工務店)
	丸 山 清	社団法人日本建材産業協会
	朝 賀 光	株式会社エーアンドエーマテリアル
	富 田 雅 行	社団法人日本石綿協会 (ニチアス株式会社)
	(事務局)	天 野 康
片 山 正		財団法人建材試験センター
久 保 寛 子		財団法人建材試験センター

白 紙

解 12

著作権法により無断での複製、転載等は禁止されております。

★内容についてのお問合せは、規格開発部標準課 [FAX(03)3405-5541 TEL(03)5770-1571] へご連絡ください。

★JIS 規格票の正誤票が発行された場合は、次の要領でご案内いたします。

- (1) 当協会発行の月刊誌“標準化ジャーナル”に、正・誤の内容を掲載いたします。
- (2) 原則として毎月第3火曜日に、“日経産業新聞”及び“日刊工業新聞”のJIS発行の広告欄で、正誤票が発行されたJIS規格番号及び規格の名称をお知らせいたします。

なお、当協会のJIS予約者の方には、予約されている部門で正誤票が発行された場合、自動的にお送りいたします。

★JIS規格票のご注文は、普及事業部カスタマーサービス課 [TEL(03)3583-8002 FAX(03)3583-0462] 又は下記の当協会各支部におきましてもご注文を承っておりますので、お申込みください。

JIS A 1481

建材製品中のアスベスト含有率測定方法

平成18年3月25日 第1刷発行

編集兼
発行人 島 弘 志

発行所

財団法人 日本規格協会

〒107-8440 東京都港区赤坂4丁目1-24

<http://www.jsa.or.jp/>

札幌支部	〒060-0003	札幌市中央区北3条西3丁目1 札幌大同生命ビル内 TEL (011)261-0045 FAX (011)221-4020 振替：02760-7-4351
東北支部	〒980-0811	仙台市青葉区一番町2丁目5-22 仙台ウエストビル内 TEL (022)227-8336(代表) FAX (022)266-0905 振替：02200-4-8166
名古屋支部	〒460-0008	名古屋市中区栄2丁目6-1 白川ビル別館内 TEL (052)221-8316(代表) FAX (052)203-4806 振替：00800-2-23283
関西支部	〒541-0053	大阪市中央区本町3丁目4-10 本町野村ビル内 TEL (06)6261-8086(代表) FAX (06)6261-9114 振替：00910-2-2636
広島支部	〒730-0011	広島市中区基町5-44 広島商工会議所ビル内 TEL (082)221-7023,7035,7036 FAX (082)223-7568 振替：01340-9-9479
四国支部	〒760-0023	高松市寿町2丁目2-10 JPR高松ビル内 TEL (087)821-7851 FAX (087)821-3261 振替：01680-2-3359
福岡支部	〒812-0025	福岡市博多区店屋町1-31 ダヴィンチ博多内 TEL (092)282-9080 FAX (092)282-9118 振替：01790-5-21632

Printed in Japan

RI

JAPANESE INDUSTRIAL STANDARD

Determination of asbestos in building material products

JIS A 1481 : 2006

(JTCCM/JSA)

Established 2006-03-25

Investigated by
Japanese Industrial Standards Committee

Published by
Japanese Standards Association

定価 2,100 円 (本体 2,000 円)

ICS 91.100.01

Reference number : JIS A 1481:2006(J)

著作権法により無断での複製、転載等は禁止されております。