

## X線回折装置を用いたアスベスト含有率の0.1%定量分析について

### 0.1% Quantitative Analysis of Asbestos using X-ray Diffractometer

稲井宏樹  
Hiroki INAI

三好益美  
Masumi MIYOSHI

岩崎幹男  
Mikio IWASAKI

#### 要旨

石綿障害予防規則等の改正により、建築物のアスベスト含有率判定基準が1%から0.1%に改められた。このため、X線回折装置を用いたアスベスト含有率の0.1%定量分析について、当センターで精度をもって含有率測定が可能であるか模擬試料を用いて検討したところ、ろ紙上の残さ率が15%以下の場合には、試料100mgに対する定量下限0.1%をもって測定できることが確認された。

キーワード：X線 アスベスト 0.1%

## I はじめに

労働安全衛生法施行令および石綿障害予防規則の改正により、平成18年9月1日から建築物のアスベスト含有率判定基準が1%から0.1%に改められた。また、香川県アスベストによる健康被害の防止に関する条例においても、施行規則の改正により平成18年11月21日から0.1%に改められた。

このため、当センターに導入されているX線回折装置を用いて、JIS A 1481「建材製品中のアスベスト含有率測定方法」<sup>1)</sup>(以下「JIS法」という。)に基づくアスベストの0.1%定量分析が可能であるか検討した。

## II 方法

### 1 試験に用いた試料等

#### (1) アスベスト標準試料

クリソタイル JAWE111

アモサイト JAWE211

クロシドライト JAWE311

#### (2) 非アスベスト含有試料

ロックウール吹付け材(JIS法により、アスベスト含有せずと判定された試料)

#### (3) その他

ぎ酸(関東化学, 特級)

ろ紙(アドバンテック, PG-60 25mm)

### 2 試験方法

#### (1) JIS法及び模擬試験方法の概要

JIS法による定量分析では、ぎ酸処理により粉砕試料100mg中のマトリクスを溶解し、溶解残さをろ紙上に捕集した後にX線回折法を用いて定量分析を行う。この時、定量分析に用いるピークの強度がアスベスト以外のマトリクスの影響を受けて減衰することから、ろ紙上の残さ率を15%以下(粉砕試料100mgに対してろ紙上の残さ量15mg以下)にする必要があるとされている。

このため、ろ紙上に0.1mgのアスベストと、適量(0~24mg)の溶解残さが捕集されたX線分析用試料を作成(写真1)し、意図的に残さ率を調整した模擬試料に対してX線回折分析を行うことでアスベスト0.1mg(粉砕試料100mgに対してアスベスト含有率0.1%)の定量分析が可能か検討することとした。



写真1 X線分析用試料

(ろ紙上にアスベスト0.1mgと適量の溶解残さを捕集)

## (2) アスベスト0.1mg の分取について

JIS 法では、標準試料及びフィルタの質量を精秤してアスベスト0.1mg を求めることとなっているが、アスベスト0.1mg を精秤する場合には計量器の誤差が無視できなくなるため、簡便法として図1の方法を用いた。また、アスベスト標準試料0.1mg, 0.3mg, 0.5mg, 1.0mg の検量線試料についても同様に作成した。

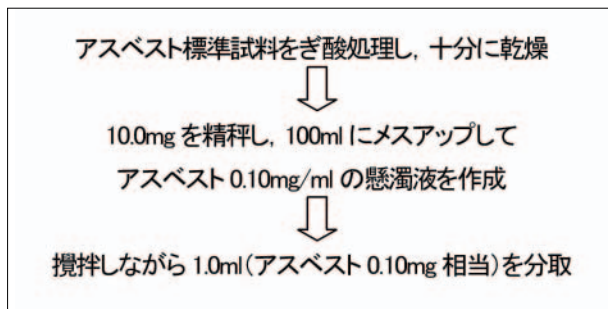


図1 アスベスト0.1mg の分取方法

## (3) アスベスト0.1mg 含有試料の作成

アスベスト0.1mg 含有試料の作成は、図2の方法を用い、粉碎したロックウール吹付け材の添加量を調整することによりろ紙上の残さを調整した。なお、クリソタイルの試験においては、添加したクリソタイルが硝酸処理により若干溶解してしまうことが確認されたため、硝酸処理後に標準を添加するなどして模擬試料を作成した。この点については、後述する。

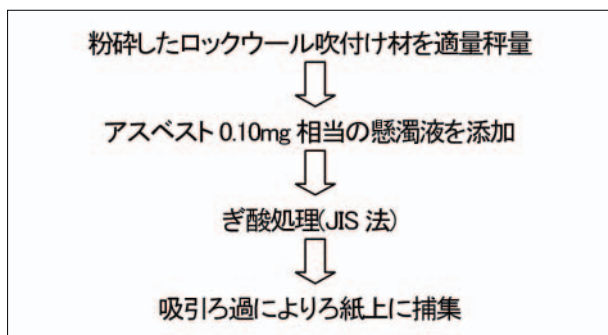


図2 アスベスト0.1mg 含有試料の作成方法

## 3 分析機器

X線回折装置 MultiFlex (Rigaku)

X線回折装置の定量分析条件は、表1による。

表1 X線回折装置の定量分析条件

設定項目	測定条件
X線対陰極	Cu
管電圧(kV)	40
管電流(mA)	40
白色化	グラファイトモノクロメータ
発散スリット(°)	1
散乱スリット(°)	1
受光スリット(mm)	0.3
計数時間(sec)	クリソタイル：10 アモサイト：4 クロシドライト：4
ステップ幅(°)	0.01
基底標準板	Zn(主回折線43.2°)
走査範囲(2θ)(°)	クリソタイル：10.8~13.5 アモサイト：10.0~11.2 クロシドライト：10.0~11.2

## Ⅲ 結果及び考察

## 1 クリソタイルの0.1%定量分析

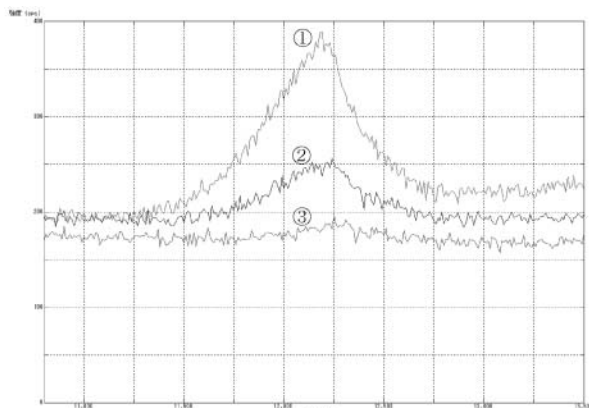
クリソタイル0.1mg 含有試料の定量分析結果を表2に示す。模擬試料の定量下限を $10\sigma$ とすると、概ね0.1mg程度の定量下限(粉碎試料100mgに対して、含有率0.1%)を得ることが確認された。

表2 クリソタイル0.1mg 試料の定量分析結果

(n=6)	1	2	3	4	5	6
定量値(mg)	0.07	0.08	0.10	0.08	0.10	0.10
残さ量(mg)	6.0	7.6	9.7	10.4	12.0	13.2
平均値(mg)						0.09
標準偏差( $\sigma$ )						0.01
模擬試料の検出下限( $3\sigma$ )						0.03
模擬試料の定量下限( $10\sigma$ )						0.1
変動計数(CV)(%)						12

また、定量分析に用いるクリソタイルのピークデータを図3に示す。マトリクス中のX線吸収効果により、マトリクスがない状態(①)と比較して明らかにP/B比(ピーク強度/バックグラウンド強度)が低下している(②)。P/B比が低下することにより強度再現性も低下する<sup>2)</sup>ため、定量値に影響を及ぼす可能性が高くなる。JIS法においても残さ率が

15%以下(粉碎試料100mg に対してろ紙上の残さ量15mg 以下)の場合についてのみ定量が可能とされており、今回の試験でも残さ量が22.7mg のときはクリソタイトのピークがほとんど確認できなかった(③)。



	ろ紙上の残さ量(mg)	P/B 比
①検量線試料	0	0.95
②模擬試料	13.2	0.32
③模擬試料	22.7	-

図3 0.1mg クリソタイトのピーク

なお、模擬試験を実施中、添加したクリソタイトが、ぎ酸処理時に若干溶解してしまうことが実験結果から明らかとなった(図4)。模擬試料作成時にクリソタイトとぎ酸とを混合せず作成した試料は、定量値が0.07~0.10mg なのに対し、クリソタイトとぎ酸とを混合して作成した試料は、ろ紙上の残さ量が23mg あったものを除くと、定量値が0.05~0.07 mg であった。

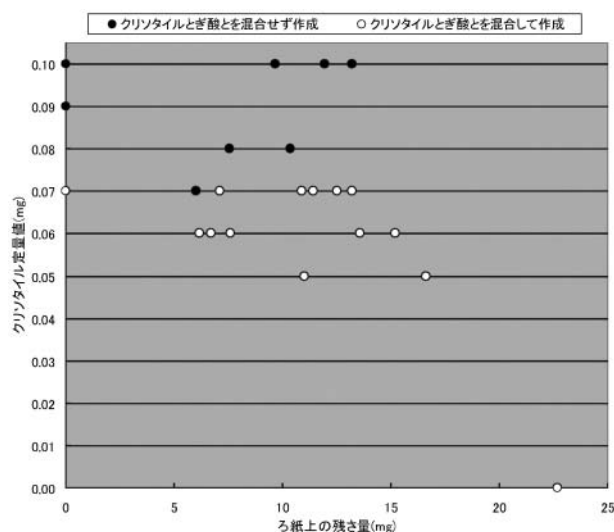


図4 クリソタイト試料の定量分析結果

クリソタイトは酸に溶解することが知られている<sup>3)</sup>が、特に今回の模擬試験で用いたクリソタイト JAWE111は、実際に建材中に含まれているクリソタイトに対して繊維が短く、かつクリソタイト繊維が建材状でないために前処理時に酸に対してむき出しになるため、溶解したものと推測される。確認のため、クリソタイト0.2mg 及び0.5mg 含有試料についてもぎ酸処理の有無による定量分析結果の比較を行ったところ、ぎ酸処理を行ったものについて定量値が2~3割低い結果となった。なお、実試料は今回の模擬試料と比べてクリソタイトの形状及び状態が異なるため、ここまでの酸溶解による減少はないものと思われる。

## 2 アモサイト及びクロシドライトの0.1%定量分析

アモサイト及びクロシドライトは、定量分析に用いる第一強線の P/B 比がクリソタイトと比較して2倍以上あるため、容易に測定することができた。今回の模擬試験においても、ろ紙上の残さ量15mg 以下の0.1%定量分析が可能であることが確認された。定量分析結果を図5に、アモサイトの第一強線のデータを図6に、クロシドライトの第一強線のデータを図7に示す。

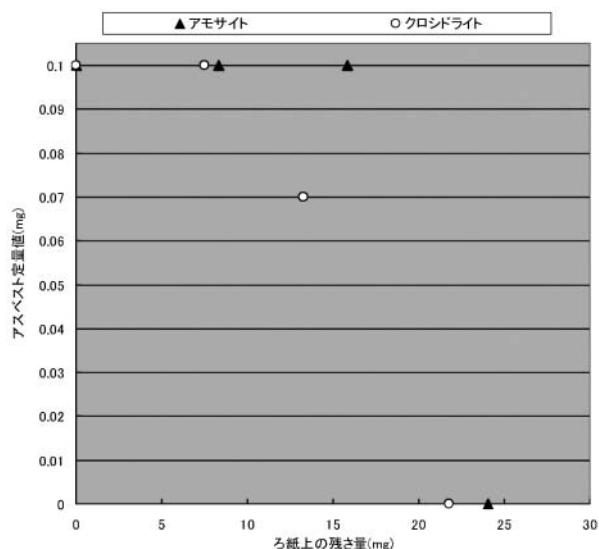
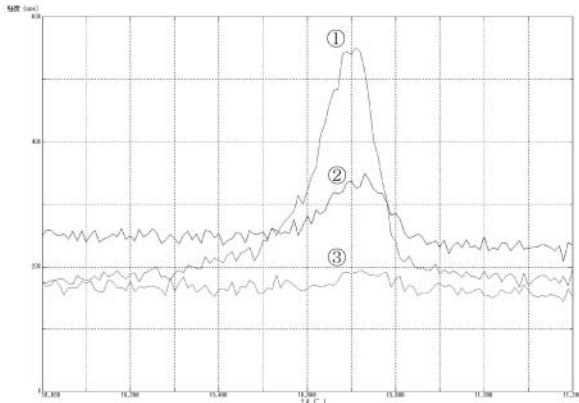
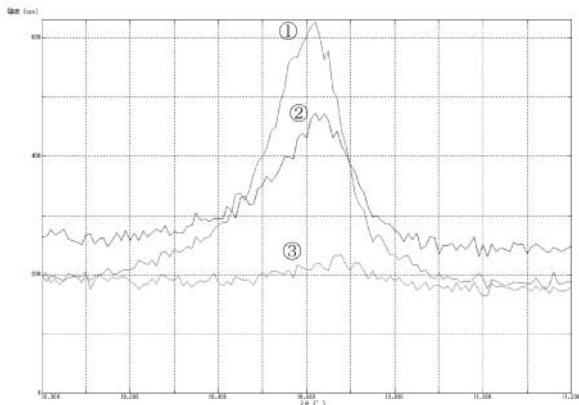


図5 アモサイト及びクロシドライトの定量分析結果



	ろ紙上の残さ量(mg)	P/B 比
①検査線試料	0	1.89
②模擬試料	15.8	0.46
③模擬試料	24.1	-

図6 0.1mg アモサイトのピーク



	ろ紙上の残さ量(mg)	P/B 比
①検査線試料	0	2.20
②模擬試料	7.5	0.48
③模擬試料	21.8	-

図7 0.1mg クロシドライトのピーク

文献

- 1) JIS A1481 (2006)「建材製品中のアスベスト含有率測定方法」
- 2) 理学電機株式会社：X線回折ハンドブック
- 3) (社)日本作業環境測定協会：繊維状物質測定マニュアル

IV まとめ

今回作成した模擬試料において、クリソタイルについては、ろ紙上の残さ量が15mg以下の場合には、粉碎試料100mgに対して含有率0.1%の定量下限を得ることが確認された。アモサイト及びクロシドライトについては、定量分析に用いる第一強線のP/B比がクリソタイルと比較して2倍以上あり、クリソタイルと同様に0.1%定量分析が可能であることが確認された。

これらの模擬試験結果から、X線回折装置を用いたJIS法に基づくアスベストの定量分析について、ろ紙上の残さ率が15%以下の場合には、試料100mgにおける定量下限0.1%をもって実施することが可能である。