

3. 8 建材の石綿分析

建築物内の石綿含有建材の適正管理を行うには、分析機関から得られた調査結果を適切に判断・評価することが重要である。本講座では、建材の石綿分析法の変遷、現在の標準分析法、技術的課題などについて理解する。そして得られた分析結果を調査者自身が適正に評価する方法について事例をもとに学ぶ。

なお、分析の精度管理については、「3. 6. 6 調査者による分析機関の選定について」で紹介したとおりである。

3. 8. 1 建材の石綿分析法の概要と変遷による留意点

過去の分析結果は、現行法規制に適合した判定であるか否か確認することが必要であり、そのポイントは、①規制対象の含有量が2006（平成18）年9月に0.1%超へと引き上げられたこと、②石綿は6種類あり、2008（平成20）年2月以降は6種類の分析を徹底することとされたこと（平成20年2月6日基安化発第0206003号）の2点である。

(1) 建材の石綿分析法の変遷

建材中の石綿含有量の基準値は5重量パーセントから1重量パーセント、0.1重量パーセントへと労働安全衛生法施行令の改正に伴い時代とともに低い値に推移してきた。

石綿分析方法は、「吹付け材」を対象とした分析方法が1996（平成8）年に通達（平成8年3月29日付基発第188号）で示された。その後、2005（平成17）年の通達（平成17年6月22日付基安化発第0622001号他）では、レベル3の石綿含有建材を基発第188号の方法での分析対象とし、試料採取が規定された。前処理以下の分析手順は吹付け材と同様であった。2006（平成18）年3月には、レベル1、2、3の分析法としてJIS A 1481が規定され、2008（平成20）年に改正されたが、基発第188号の通達からの分析法の基本的な部分が踏襲されている。

また過去には、国内で主に使用されていたクリソタイル、アモサイトおよびクロシドライトの3種類のアスベストを分析対象としていたが、2008（平成20）年からはトレモライト、アクチノライト、アンソフィライトの3種類が分析対象に追加された。

さらに2012（平成24）年と2014（平成26）年には国際標準規格（ISO22262）の定性分析法（Part 1）と定量分析法（Part 2）がそれぞれ発行され、JIS化された。2016（平成28）年3月には、国際規格（ISO22262-2）を基にした顕微鏡を使用した定量分析法が追加され、さらに2021（令和3）年には、国際規格（ISO22262-3）を基にしたX線回折法による定量分析法が追加され、5部構成となっている。

これらの変遷を経て建材の石綿分析法も基発第188号、基安化発第0622001号、JIS A 1481（2006）、JIS A 1481（2008）、JIS A 1481（2014）、JIS A 1481（2016）と推移してきた（図3.28参照）。

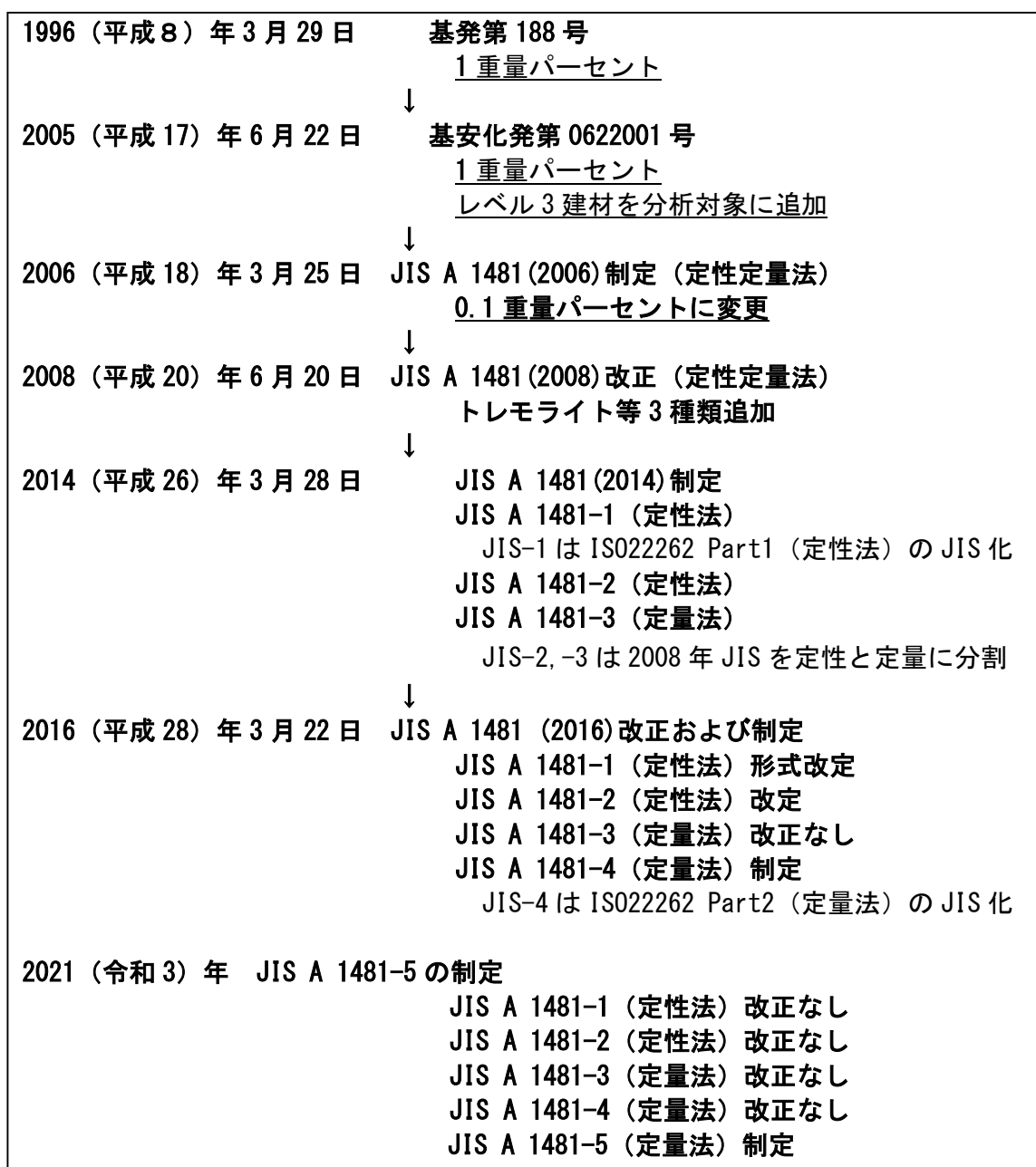


図 3. 28 建材の石綿分析法の変遷

(2) 建材の石綿分析法の変遷による留意点

2005～2006（平成17～18）年にかけては、当時の1重量%の法規制を分析するための方法として、厚生労働省が示した2種類の分析法（平成8年3月29日付基発第188号、平成17年6月22日付基安化発第0622001号）が用いられており、調査の主体が吹付け材だった。分析操作手順が単純だったこともあり、従来から吹付け材の分析法として示されていた「平成8年3月29日付基発第188号」に基づき分析を実施する分析機関が多くみられた。当時は基発第188号による分析において、定性分析（位相差顕微鏡による分散染色法）のみでの判定や、顕微鏡による定性分析を実施せず、X線回折法による定量分析のみで判定を行う分析機関も多くみられた。これらの手法は、試料調製法や分析条件などが異なるため、試料によっては異なる分析結果となるケースも見受けられた。その要因としては以下の事項が考えられる。

このようにそれぞれの分析法の変遷による留意点があることから、得られた分析結果を調査者自身が適正に評価することが求められる。

- ① X線回折法の検量線（あるいは比較のための標準試料）の作成方法が異なる。
- ② X線の測定条件の差異（特定のメーカーの装置での標準条件が記載されており、使用する装置の性能にあわせて各分析機関が詳細条件を個別に設定していた）
- ③ X線回折法における基底標準吸収補正の有無（基発第188号は補正なし。このため明らかに含有率が低めに判定される）
- ④ 基底標準吸収補正法における残渣（ざんさ）率の規定の有無（基安化発第0622001号では残渣率に関する規定がなく、ギ酸で処理できず残渣が多い試料については、適切な定量分析ができていない可能性が大きい）
- ⑤ 含有率計算式（基安化発第0622001号記載の石綿含有量を求める計算式に修正が必要であった）

また2008（平成20）年以前は、国内で主に使用されていたクリソタイル、アモサイトおよびクロシドライトの3石綿を分析の対象としてきた。トレモライト、アクチノライト、アンソフィライトの石綿は、JIS A 1481（2008）が発行されるまでは、多くの場合分析されていなかった。

さらに2014（平成26）年には、JIS A 1481（2008）のX線回折および位相差・分散顕微鏡によるJIS A 1481分析法が、定性（JIS A 1481-2）と定量（JIS A 1481-3）に分割され、国際規格（ISO22262-1）を基にした実体顕微鏡、偏光顕微鏡および電子顕微鏡による定性分析方法（JIS A 1481-1）が追加された。これにより定性分析法が二つ存在するようになった。

2016（平成28）年3月にJIS A 1481の分析法に、定量分析として国際規格（ISO22262-2）を基にした偏光顕微鏡および電子顕微鏡による分析方法が新たに追加された。

このようにそれぞれの分析法に関する課題も多く、分析機関の技量にもばらつきがあることから、得られた分析結果を調査者自身が適正に評価することが求められる。

(3) 現在の標準分析法の概要

JIS A 1481 (建材製品中のアスベスト含有率測定方法)は、以下の5部構成となっている。

① JIS A 1481-1 市販バルク材からの試料採取及び定性的判定方法 (2016 (平成 28) 年)

実体顕微鏡、偏光顕微鏡および電子顕微鏡による定性分析、IS022262-1 の和訳

② JIS A 1481-2 試料採取及びアスベスト含有の有無を判定するための定性分析方法 X線回折および位相差・分散顕微鏡による定性分析 (2016 (平成 28) 年)

③ JIS A 1481-3 アスベスト含有率のX線回折定量分析方法 (2014 (平成 26) 年) X線回折による定量分析

④ JIS A 1481-4 重量法及び顕微鏡法によるアスベストの定量分析方法 (2016 (平成 28) 年)

偏光顕微鏡および電子顕微鏡による定量分析、IS022262-2 の和訳

⑤ JIS A 1481-5 X線回折法によるアスベストの定量分析方法 (2021 (令和 3) 年制定)

X線回折による定量分析、IS022262-3 の和訳

(4) 厚生労働省「石綿則に基づく事前調査のアスベスト分析マニュアル」

石綿障害予防規則に基づく事前調査の分析については、これら JIS A 1481 規格群をベースとしつつ、平成 26 年 3 月 31 日基安化発 0331 第 3 号に基づき、厚生労働省「石綿則に基づく事前調査のアスベスト分析マニュアル」に留意することとされている。

同マニュアルでは、「定性分析方法 1 (偏光顕微鏡法)」、「定量分析方法 2 (偏光顕微鏡法)」として、それぞれ、JIS A 1481-1, -4 によるアスベスト含有率測定について、JIS A 1481-1, -4 の内容のほか、それらの実施に当たって具体的な留意点や補足を掲載している。特に偏光顕微鏡による定性分析における石綿不検出の判定に当たっては、基安化発 0331 第 3 号において、マニュアルの内容 (6 枚のプレパラート法) に留意することが求められている。

また、「定性分析方法 2 (X線回折分析法・位相差分散顕微鏡法)」、「定量分析方法 1 (X線回折分析法)」として、それぞれ、JIS A 1481-2, -3 をベースとしつつも、その一部を修正し、同マニュアルで完結するよう分析手順が解説されている。

さらに、マニュアルでは、上記の各定性分析方法について、分析の結果、アスベストの確認が難しいときは電子顕微鏡によるアスベスト繊維の同定等が推奨されているが、そのような場合に用いられる走査電子顕微鏡によるアスベストの定性分析方法も掲載している (定性分析方法 3 (電子顕微鏡法))。

マニュアルでは、分析者は、必要な知識・技能の下、分析検体等の各種状況・条件に応じて、これらの方法から最高の分析精度の担保できる方法を適切に選択するとともに、分析の原理等を理解した上で分析精度が高まるよう柔軟に分析手順に工夫を加える取組が推奨されている。

定性分析で石綿ありと判定された場合において、定量分析を行わずに、石綿が0.1%を超えているとして扱うことも可能としている（平成26年3月31日基安化発0331第3号）。偏光顕微鏡法（JIS A 1481-1）による推定含有率の活用などにより効率的な分析が期待できる。

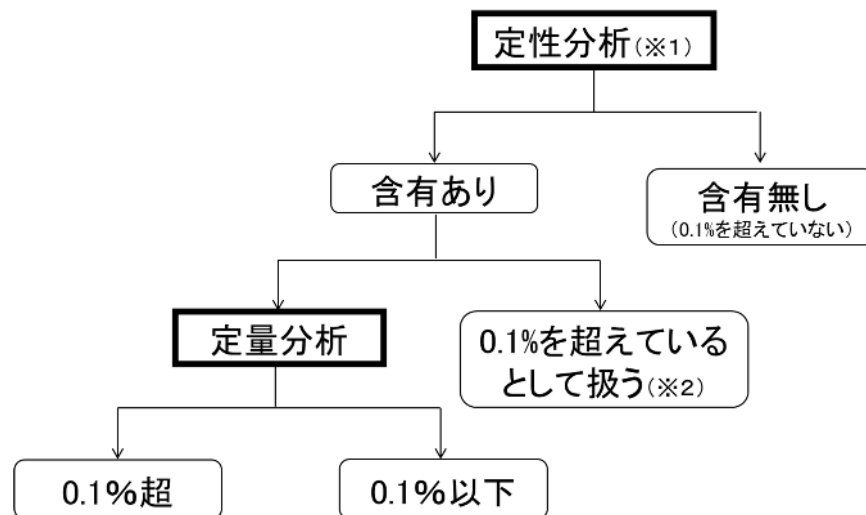
5

表 3.13 アスベスト分析マニュアルと JIS A 1481 規格群の対応表

アスベスト分析マニュアル		JIS A 1481 の規格群	備考
第3章	定性分析方法1 (偏光顕微鏡法)	JIS A 1481-1	実体顕微鏡と偏光顕微鏡により定性分析する方法
第4章	定性分析方法2 (X線回折分析法・位相差分散顕微鏡法)	JIS A 1481-2	X線回折分析法と位相差分散顕微鏡法を併用した定性分析方法で判定基準に基づいて石綿含有の有無を判断する方法
第5章	定量分析方法1 (X線回折分析法)	JIS A 1481-3 JIS A 1481-5	X線回折分析法による定量分析方法で石綿の質量を定量し、試料全体に対する石綿の質量百分率(%)を求める方法
第6章	定量分析方法2 (偏光顕微鏡法)	JIS A 1481-4	重量法および偏光顕微鏡を用いたポイントカウンティング法による定量分析方法
第7章	定性分析方法3 (電子顕微鏡法)	JIS A 1481-1 と JIS A 1481-2 で特 定の場合に実施を推 奨	電子顕微鏡法による定性分析方法

10

15



(※1) 定性分析の方法として、①偏光顕微鏡法、②X線回折分析・位相差分散顕微鏡法、③電子顕微鏡法の3種類があるが、このうち③の電子顕微鏡法は、①または②を補完するものであり、③単体で石綿なしは判定できない。

(※2) 定性分析で石綿ありと判定された場合において、定量分析を行わずに、石綿が0.1%を超えているとして扱うことも可能としている（平成26年3月31日基安化発0331第3号）

20

図 3.29 石綿則に基づく事前調査の建材分析の流れ

(5) 分析方法の特徴と留意点

調査者は分析機関から得られた調査結果を評価し、その結果を説明することが求められる。そのためには、分析方法の特徴と留意点を理解し、分析を依頼する際の分析方法の選択に配慮する必要がある。以下に定性分析方法特徴と留意点を示す。

5

表 3.14 分析方法の特徴と留意点

分析方法	特徴	留意点
定性分析方法 1 (偏光顕微鏡法)	<ul style="list-style-type: none"> ・ 偏光顕微鏡を用いて鉱物の光学的特性から石綿の有無を判断する方法 ・ 最初に実体顕微鏡で検体の状態をよく観察する ・ 層別に分析結果を判断できる ・ 試料が少量でも分析が可能である 	<ul style="list-style-type: none"> ・ 分析者の経験値によっては、セピオライトをクリソタイルと誤判定する恐れがある ・ 試料が少量のため、母集団全体の推定か不明確
定性分析方法 2 (X線回折分析法・位相差分散顕微鏡法)	<ul style="list-style-type: none"> ・ X線回折装置で結晶構造から石綿等の存在を確認し、位相差分散顕微鏡で繊維形状と屈折率から石綿の有無を判断する方法 ・ 試料を粉砕して分析する ・ 試料量が多いので母集団推定に適する ・ X線回折チャート、分散染色写真で分析結果の確認がしやすい 	<ul style="list-style-type: none"> ・ 試料に付着、混入した物質による影響を受ける恐れがある ・ 層構造の検体については、別々に分析する必要がある ・ 吹付けパーミキュライトの分析について1法と異なる結果になる恐れがある(顕微鏡での確認が望ましい)

10

15

3. 8. 2 石綿則に基づく事前調査のアスベスト分析マニュアルによる分析方法

(1) 定性分析方法1 (偏光顕微鏡法)

定性分析方法1は建材中・製品中・原材料中に含まれるアスベストの定性分析法である。非意図的に混入したアスベストの定性分析にも使用できる。分析の流れは図3.30のようになる。図3.30は偏光顕微鏡による方法を示している。

5

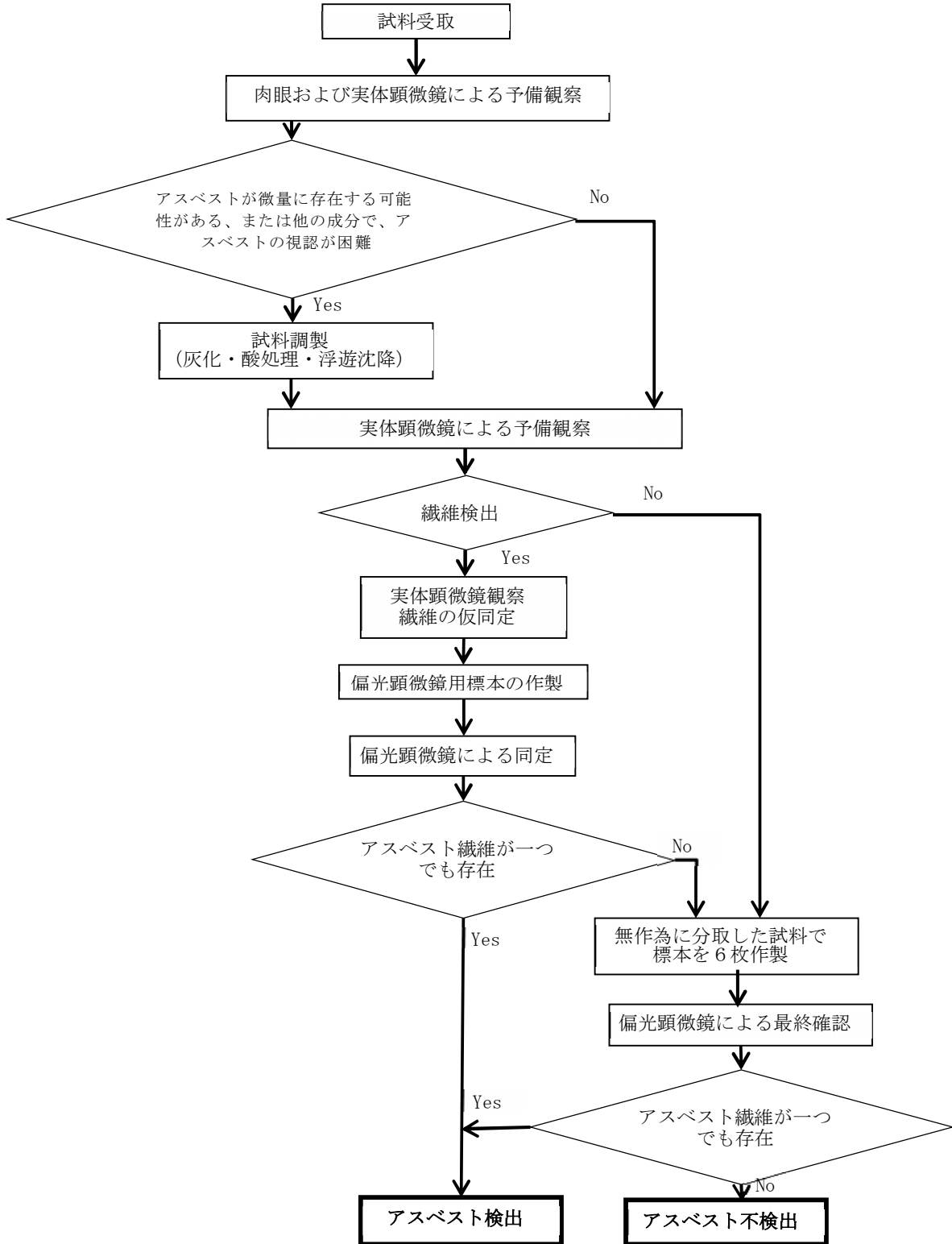


図 3.30 定性分析方法1 (偏光顕微鏡法) のフロー図

受け取った試料について、肉眼と実体顕微鏡（図 3. 31）で予備観察を行い、必要があれば試料調製（灰化・酸処理・浮遊沈降）を行う。その後実体顕微鏡で層構造の有無や繊維の有無の確認を行い、確認できた繊維については繊維の仮同定を行う。仮同定の結果に基づき適切な浸液を選定し、偏光顕微鏡（PLM 図 3. 32）用の標本を作製する。

5 偏光顕微鏡による繊維の同定を行い、アスベストの有無を確認する。不検出の判定は慎重に行われなければならない。実体顕微鏡で繊維が確認できない場合や、偏光顕微鏡で確認した繊維がいずれもアスベストではなかった場合は、試料中から無作為に試料を分取して偏光顕微鏡用の標本を最低 6 枚作製し、微細なアスベスト繊維の有無を確認する。

10 建材に意図的に添加されたアスベスト繊維は、通常束状の繊維として偏光顕微鏡で確認できる。ビニル床タイル、接合コンパウンド、シーラント、接着剤などに含まれるコアリング産クリソタイル^{注）1}は微細であるが、適切な前処理でほとんどの場合、偏光顕微鏡（400 倍）で特定することができる。偏光顕微鏡の観察で、光学的性質の特定が困難なほど非常に微小なコアリング産クリソタイルらしきものが確認された場合、電子顕微鏡（TEM）により観察を行うことが可能である。電子顕微鏡での分析では、繊維の形態とエネルギー分散型 X 線分析の結果に基づきアスベストの同定を行う。

注）1 コアリング産クリソタイル：アメリカカリフォルニア州コアリング鉱床で算出されるクリソタイルは約 30 μ m を超える長さの単繊維を含んでおらず、PLM で確実に検出および同定できるサイズより小さくなってしまふ。（JIS A 1481-1 p. 11 1. 39 - p. 12 1. 2）

20

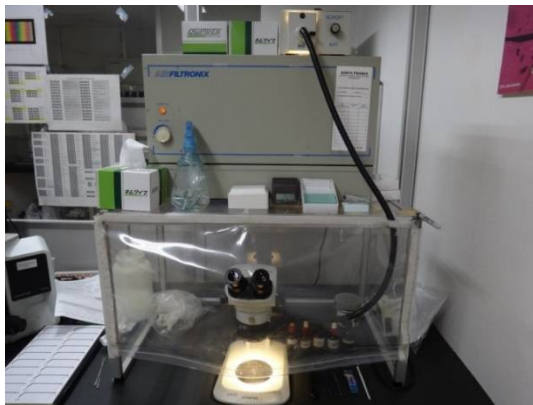


図 3. 31 実体顕微鏡



図 3. 32 偏光顕微鏡 (PLM)

① 肉眼および実体顕微鏡による予備観察

25 肉眼で試料全体を詳細に観察して建材中の素材の種類や目に見える繊維の有無を確認する。建材中の素材の種類の特定は必要な試料調製法を知る手掛かりになる。次に 10 倍から 40 倍以上まで連続的に倍率を変えられる実体顕微鏡で試料を確認し、繊維がある場合は可能な範囲で繊維が何種類あるかを特定する。試料の見た目、色を記録しておく。試料が不均一であったり層をなしていたりする場合は、試料のそれぞれの部分または層について記述し、最終的にどの部分または層からアスベストが検出されたのかわかるようにしておく。

30

偏光顕微鏡での分析の前に、肉眼および実体顕微鏡で試料の全体をよく観察することは、重要である。多くのアスベスト含有建材は肉眼で確認可能な大きさのアスベスト繊維

5 維を含んでおり、見える繊維を摘み取って偏光顕微鏡で確認することで確実にアスベストを同定することができる。

試料の一部の層にのみアスベストが含まれている場合、層構造を十分把握せずに一部分を摘み取って偏光顕微鏡で観察すると、アスベストのない部分のみを見て、本来含有
5 建材であるものを含有なしと判断する危険性があるため、全体の構造を確認して代表的な部分を分析するように注意する必要がある。

② 試料調製

「試料調製の目的は、繊維を試料から取り出し、付着している粒子を取り除くことである。成形板などの場合は割って新たな断面を出す、試料をすりつぶす、表面や角をナイフで削り取るなどの方法で繊維を露出させることができる」^{注) 2}。

定性分析法 1 は建材中に入っている繊維をそのまま確認するために、試料を粉碎しない。粉碎は、繊維を細かくし過ぎて、位相差および偏光顕微鏡などの光学顕微鏡で見え
15 難くする。

アスベストがごく低濃度で含まれる試料や、アスベストが不純物として含まれるため
試料中でのアスベストの分布が偏っている可能性がある試料では、アスベストを検出
15 するために大量の試料を検査する必要がある。また、セルロースなどの有機繊維が大量に含まれると、アスベストの視認が困難になる場合もある。このような場合、灰化や酸処理（重量濃縮処理）により非アスベスト成分を除去すると、アスベストの検出がより容
20 易になる。有機物は 485℃で約 10 時間加熱することで除去することができる。2 M 塩酸で 15 分程度攪拌（かくはん）することで、酸可溶成分の多くを除去することができる。

パーミキュライトやパーライトは比重が軽く水面に浮くため、水面に浮かせて取り除
25 ぐことができる。また、石や砂利はアスベスト繊維よりも速やかに沈むため、沈降により取り除くことができる。

注) 2 厚生労働省委託事業 「平成 25 年度適切な石綿含有建材の分析の実施支援事業」アスベスト分析マニュアル【1.01 版】
2014 年 3 月 12 日 p33 12-14 行目を引用

③ 実体顕微鏡観察

30 実体顕微鏡による繊維の仮同定は、繊維の形態や色を手掛かりとして行う。多くのアスベスト製品ではクリソタイル、アモサイト、クロシドライトが使用されており、分析でみられるのもほとんどがこの 3 種類のアスベストである。波打っていて絹状の光沢がある白い繊維であればクリソタイル、直線的で白から茶色の繊維であればアモサイト、直線的で青い繊維であればクロシドライトなどのように判断する。

35 トレモライトアスベスト、アクチノライトアスベスト、アンソフィライトアスベスト
^{注) 3}はいずれも白い直線的な繊維であるため、アモサイトの可能性があるとした繊維がアモサイトではなかった場合にこれらの可能性があると考え。リヒテライト・ウィン
チャイトアスベスト^{注) 4}はアメリカリビー産パーミキュライト中の不純物として見られるアスベストであり、多くの場合数 mm 程度の紡錘形の塊で存在している。ここで、ト
40 レモライトアスベスト、アクチノライトアスベスト、アンソフィライトアスベスト、リ

ヒテライト・ウインチャイトアスベストという言葉を使用している理由は以下の繊維の形態がアスベストを特定するために重要だからである。

クリソタイルはアスベスティフォーム（アスベスト様形態）の蛇紋石、アモサイト、クロシドライトはアスベスティフォームの角閃石の名称である。アスベスティフォームまたはアスベスト様形態とは、破碎または加工したときに、長く、細く、かつ柔軟で強い繊維に容易に分かれ（解綿し）、「繊維及び単繊維で高い抗張力及び柔軟性をもつ鉱物の繊維形態の特殊なタイプ」^{注) 5}である。

注) 3 破碎または加工したときに、長く、細く、かつ柔軟で強い繊維に容易に分かれる（解綿する）ようなアスベスト様形態の晶癖をもつトレモライト、アクチノライト、アンソフィライト。（JIS A 1481-1 の p5, L19-24 より）

注) 4 JIS A 1481-1, p5, 12, 13 行参照 また安衛法では石綿は6種類であり、リヒテライト／ウインチャイトアスベストも含まれていないが、厚生労働省の通達では、リヒテライト／ウインチャイトアスベストが確認された場合は、ばく露防止などの対策を講じることとなっている。

注) 5 JIS A 1481-1, p3, 8, 9 行目参照

④ 偏光顕微鏡による定性分析

実体顕微鏡での仮同定の結果に基づいて適切な浸液を選び、標本を作製する。クリソタイルであれば屈折率 1.550 の浸液、アモサイトであれば屈折率 1.680 の浸液、クロシドライトであれば屈折率 1.700 の浸液を選ぶ。トレモライトアスベスト、アンソフィライトアスベストは屈折率 1.605、アクチノライトアスベスト、リヒテライト・ウインチャイトアスベストは屈折率 1.630 の浸液を使用する。

偏光顕微鏡観察では形態、色・多色性、分散色、複屈折の大きさ、消光角、伸長の符号を確認してアスベストかどうかの判定を行う。

アスベストに特有の形態的特徴（アスベスティフォームまたはアスベスト様形態）の特定は、アスベストの同定に非常に重要なプロセスである。光学顕微鏡による観察で以下のような特徴で認識される。

- a) $5\mu\text{m}$ を超える繊維について 20:1 以上のアスペクト比を持つ繊維が存在する。
- b) 繊維の伸長方向に沿って、 $0.5\mu\text{m}$ 未満の太さの非常に細い単繊維に分けられる。
太さ $0.5\mu\text{m}$ 未満の単独の繊維は偏光顕微鏡で見ることが困難であるが、偏光顕微鏡で繊維束の内部を観察すると、非常に細い繊維が多数集まっている様子が確認できる。
- c) 上記の特徴に加え次の特徴のいずれかを備えていれば、アスベストに特有の形態を持っていることがより確かになる。
 - 1) 繊維束になっている互いに平行な繊維
 - 2) 端がほうき状に広がっている繊維束
 - 3) 細い針状の繊維
 - 4) 個々の繊維が絡まりあった塊
 - 5) 曲率を持った繊維

建材中にはアスベスト以外にもさまざまな種類の繊維が含まれており、それぞれの繊維は特有の光学的性質を持っている。建材中にはアスベストに似たものも多く含まれているので、一本一本の繊維のアスベスト特有の光学的性質の組合せを偏光顕微鏡で確認して、同定をしていく必要がある。

表 3.15 にアスベスト特有の色・多色性、複屈折の大きさ、消光角、伸長の符号、分散色などの光学的性質の組合せを示す。また表 3.16 に建材などに含まれるアスベスト以外の繊維の光学的特性の一覧表を示す。

5

表 3.15 アスベストの種類別の光学的特性の組合せ

アスベストの種類	色・多色性 繊維の長さ方向に対して ∥：平行、⊥：垂直	複屈折の 大きさ	消光角	伸長の符号	分散色 繊維の長さ方向に対して ∥：平行、⊥：垂直
クリソタイル	—	低	直消光	正	1.550 の浸液で 赤紫(∥) 青(⊥)
アモサイト	—	中程度	直消光	正	1.680 の浸液で オレンジ(∥) 青(⊥)
クロシドライト	青(∥) 灰色(⊥)	低	直消光	負 (加熱されると正になる)	1.700 の浸液で 青色(∥) 青色(⊥) (∥は⊥より明るい)
トレモライト アスベスト	—	中程度	直消光 および 斜消光	正	1.605 の浸液で 黄色(∥) 青(⊥)
アクチノライト アスベスト	—	中程度	直消光 および 斜消光	正	1.630 の浸液で 黄色～赤紫(∥) 青(⊥)
アンソフィライト アスベスト	—	中程度	直消光	正	1.605 の浸液で 黄色(∥) 青紫(⊥)
リヒテライト/ ウィンチャイト アスベスト	—	中程度	直消光 および 斜消光	正	1.630 の浸液で 赤紫(∥) 青(⊥)

表 3.16 建材などに含まれるアスベスト以外の繊維の光学的特性の一覧表（その1）

繊維	形態	大きさ	色	屈折率 ^注	分散色	複屈折の大きさ	伸長の符号	消光角
クリソタイル	波状	一般に <0.3 μ m 径	----	(\parallel) 1.55 ; (\perp) 1.54	1.55 で 赤紫(\parallel) ; 青(\perp)	低-中 0.013-0.017	+	直消光
リザダイト	角の丸い 板状の塊	5 μ m 角の 板	----	わずかにクリソタ イルより高い	1.55 で 青紫から黄色 がかった赤紫	低 0.006-0.008	----	波状消光
アンテ イゴラ イト	葉巻状	100 μ m 径 程度	----	わずかにクリソタ イルより高い	1.55 で 黄色(\parallel) ; 青紫(\perp)	低 0.004-0.007	+	直消光
アモサ イト	細くて 直線的	一般に <0.3 μ m 径	----	(\parallel) 1.70 ; (\perp) 1.67	1.68 で オレンジ(\parallel) ; 青(\perp)	中 0.025-0.054	+	直消光
アモサ イト(加 熱)	細くて 直線的	一般に <0.3 μ m 径	*茶オレ ンジ(\parallel) 黄色 (\perp)	(\parallel) 1.70-1.90 ; (\perp) 1.71-1.80	1.68 で 白(\parallel) ; 黄白色 (\perp)	高 0.025-0.15	+	通常直消 光
クロシ ドライ ト	細くて 直線的	一般に <0.3 μ m 径	*青(\parallel) グレー (\perp)	(\parallel) 1.70 ; (\perp) 1.71	1.68 で 黄色(\parallel) ; 黄白色 (\perp)	低 0.004	-	直消光
アンソ ファイ イト	曲がって いるもの から直線	一般に <0.3 μ m 径	----	(\parallel) 1.616 ; (\perp) 1.60	1.605 で 黄色(\parallel) ; 青紫(\perp)	中 0.016-0.025	+	直消光
トレモ ライト	曲がって いるもの から直線	一般に <0.3 μ m 径	----	(\parallel) 1.625 ; (\perp) 1.60	1.605 で 金色(\parallel) ; 青(\perp)	中 0.022-0.027	+	0° -5°
アクチ ノライ ト	曲がって いるもの から直線	一般に <0.3 μ m 径	----	(\parallel) 1.65 ; (\perp) 1.63	1.605 で 黄白色(\parallel) ; 黄色(\perp)	中 0.022-0.027	+	0° -5°
ウィン チャイト ・リヒ テライ ト	曲がって いるもの から直線	一般に <0.3 μ m 径	----	(\parallel) 1.64 ; (\perp) 1.63	1.630 で 赤紫(\parallel) ; 青(\perp)	中 0.022-0.027	+	僅かに斜 消光
ピクロ ライト	波状	極めて細い 束	----	わずかにリザダ イトより高い	1.55 で 青紫(\parallel) ; 青紫(\perp)	低 0.007	+	直消光
ネマライ ト(繊維 状ブルー サイト)	直線状	一般に <0.3 μ m 径	----	(\parallel) 1.575 ; (\perp) 1.59	1.55 で 黄白色(\parallel) ; 黄色(\perp)	中 0.015	-/+	直消光
ウォラ ストナ イト	直線的 な、削り かす状の 棒	<0.1-400 μ m	----	(\parallel) 1.63 ; (\perp) 1.610-1.635	1.605 で 黄色(\parallel) ; 黄白色から赤紫 (\perp)	中 0.014	+/-	斜消光
タルク	非常に薄 いリボン	2-5 μ m 径	----	(\parallel) 1.59 ; (\perp) 1.54-1.59	1.550 で 黄色(\parallel) ; 青から黄色(\perp)	中 0.030-0.050	+	0° -10°
セピオ ライト	波状	一般に <0.3 μ m 径	----	(\parallel) 1.52-1.53 ; (\perp) 1.50-1.52	1.55 で 薄青	中 0.010	+	直消光
ミネラ ルウー ル	変わった 形	<100 μ m 径	無色から 茶色	1.52-1.55-1.70	1.55 で 薄青から青	光学的等方体	----	----
セラミ ックウ ール	変わった 形	<100 μ m 径	無色	1.52-1.72	1.55 で 白から青	光学的等方体	----	----
グラス ファイ バー	一定の太 さ	<100 μ m 径	無色	1.47-1.57	1.55 で 白から青	光学的等方体	----	----
セルロ ース(木 質繊維)	テーブ 状、平 ら、不規 則のリボ ン	15-50 μ m 径	無色から 茶色	(\parallel) 1.57 ; (\perp) 1.52	1.55 で 黄白色(\parallel) ; 薄青(\perp)	中 0.050	+	不完全消 光

注：この表における屈折率の値の多くは、原文のとおり小数点二桁である。ウィンチャイト・リヒテライトアスベストなどの新たに
加わった鉱物の屈折率は原文のとおり小数点三桁となっている。

表 3.16 建材などに含まれるアスベスト以外の繊維の光学的特性の一覧表（その2）

繊維	形態	大きさ	色	屈折率 ^注	分散色	複屈折の大きさ	伸長の符号	消光角
木綿	ねじれている、ルーメン（中空部）を持つ	8-30 μm 径	——	(∥)1.58 ; (⊥)1.53	1.55 で 黄白色(∥) ; 青(⊥)	中—高 0.050	+	無
毛髪— 羊毛	うろこ状	50-150 μm 径	通常茶色	(∥)1.55 ; (⊥)約 1.54	1.55 で 赤紫(∥) ; 青紫(⊥)	中 0.010	+	直消光
ケブラー	断面が丸い	千切れていればいろいろな径	*黄色 (∥) 無色 (⊥)	(∥)2.35 ; (⊥)1.640	1.55 で 白(∥) ; 白(⊥)	非常に高 0.700	+	直消光
ポリアミド(ナイロン)	断面が円形	10-50 μm 径	通常無色	(∥)1.58 ; (⊥)1.52	1.55 で 黄白色(∥) ; 薄青(⊥)	高 0.060	+	直消光
ポリエステル(ダクロン)	断面が円形	10-50 μm 径	通常無色	(∥)1.71 ; (⊥)1.53	1.55 で 白(∥) ; 薄青(⊥)	高 0.180	+	直消光
ポリエチレン	丸いかちぎれている	10-50 μm 径	通常無色	(∥)1.57 ; (⊥)1.52	1.55 で 黄色(∥) ; 薄青(⊥)	高 0.050	+	直消光
ビスコースレーヨン	長さ方向に沿って筋がある	10-50 μm 径	通常無色	(∥)1.54 ; (⊥)1.52	1.55 で 薄青(∥) ; 非常に薄い青(⊥)	中 0.020	+	直消光
アクリル(オルロン)	骨のような断面	10-50 μm 径	通常無色	(∥)1.505- 1.515 ; (⊥)1.507-1.517	1.55 で 薄青(∥) ; 薄青(⊥)	低 0.002	-	直消光
アセテートレーヨン	ビスコースレーヨンと同じ	約 10-30 μm 径	通常無色	(∥)1.485 ; (⊥)1.48	1.55 で 非常に薄い青 (∥) ; 非常に薄い青(⊥)	低 0.005	+	直消光
ひる石	平らなシート状、雲母状	0.1-2 μm 径	無色から黄色	(∥)1.59-1.61 ; (⊥)1.550	1.550 で 黄色(∥) ; 青(⊥)	低—中 0.020	+	直消光
白雲母	平らなシート状、雲母状	0.1-1 μm 径	——	(∥)1.59-1.61 ; (⊥)1.56-1.57	1.55 で 黄白色から黄色	低—中 0.030	+	直消光
石英	不規則なコンコイド状の割れ目	<1 μm から >100 μm	——	(∥)1.55 ; (⊥)1.54	1.55 で 青から青紫	低 0.009	——	——
炭酸塩鉱物(方解石など)	菱面体晶のへき開	<1 μm から >30 μm	——	1.49-1.66	1.55 で 非常に薄い青から 白	高 0.172	——	対称消光
硫酸塩鉱物(石膏など)	小片状	<1 ミクロンから >100 ミクロン	——	1.52-1.53	1.55 で 薄青	低—中 0.019	——	0°-19°
珪藻土	単細胞植物の被殻	<10 μm から >500 μm	無色から茶色	1.43	1.55 で 非常に薄い青	光学的等方体	——	——
パーライト	ガラスの泡	<30 μm から >1000 μm	——	約 1.51	1.55 で 非常に薄い青	光学的等方体	——	——
			*-多色性		*-1.680 以外はすべて高分散浸液			

出典：アモサイトとクロシドライトの消光角、ウィンチャイト・リヒテライトアスベストの光学的特性のデータは ISO 22262-1 より引用。セピオライトのデータは Kauffman (1943, American Mineralogist) より引用。その他のデータは Walter McCrone による。

注：この表における屈折率の値の多くは、原文のとおり小数点二桁である。ウィンチャイト・リヒテライトアスベストなどの新たに加わった鉱物の屈折率は原文のとおり小数点三桁となっている。

表 3.17 にアスベスト標準試料の偏光顕微鏡写真を示す。

表 3.17 アスベスト標準試料の偏光顕微鏡写真（その1）

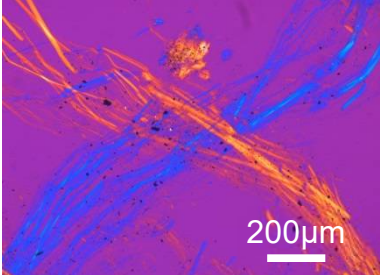
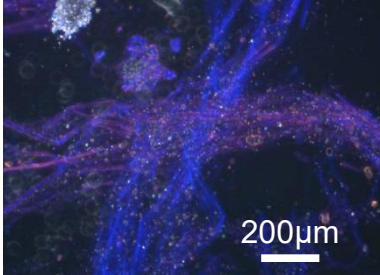
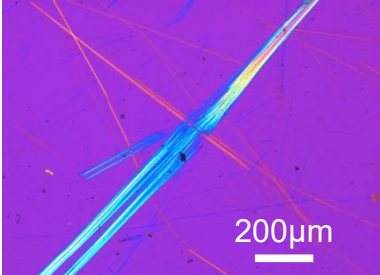
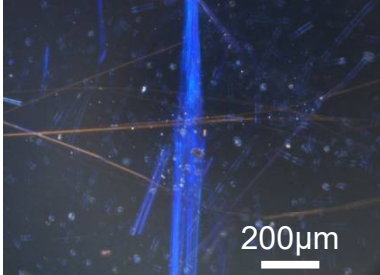
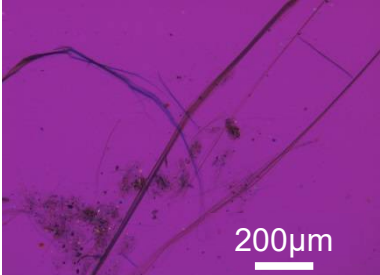
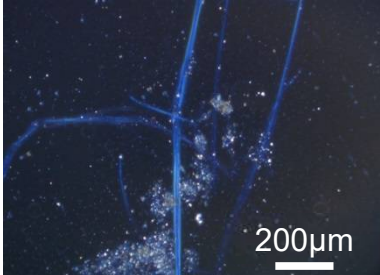

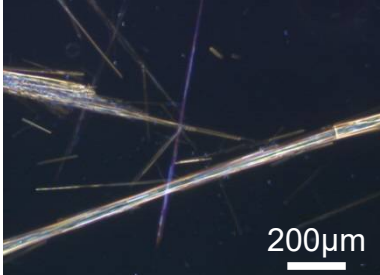

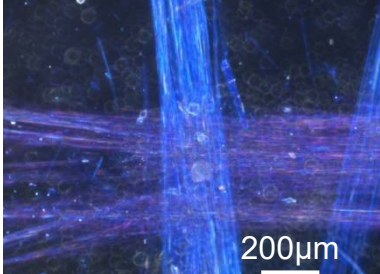
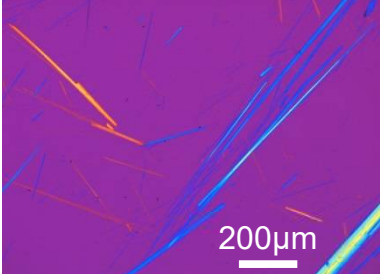
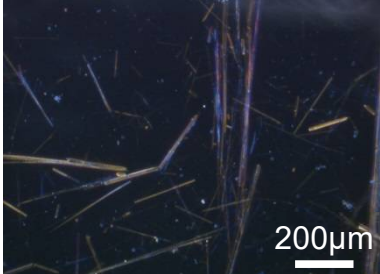
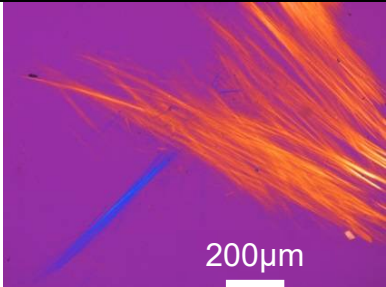
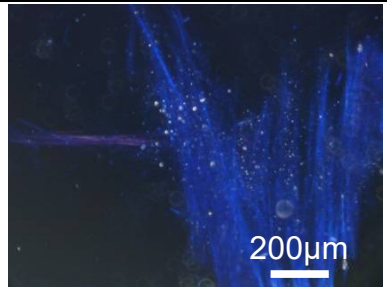
アスベストの種類	直交ポーラ+鋭敏色検板	分散色
クリソタイル		
アモサイト		
クロシドライト		
トレモライトアスベスト		
アクチノライトアスベスト		
アンソフィライトアスベスト		

表 3.17 アスベスト標準試料の偏光顕微鏡写真（その2）

アスベストの種類	直交ポーラ+鋭敏色検板	分散色
リヒテライト・ウィンチャイト アスベスト （リヒテライト・ウィンチャイトアスベストかアクチノライトアスベストを特定するには電子顕微鏡法での同定が必要である。）		

⑤ 定性分析に影響を与える因子

定性分析に影響を与える因子として、加熱されたアスベスト、溶脱クリソタイル、ア
 5 スベストに似た繊維の存在などがある。これらの因子を十分に理解して定性分析を行う
 必要がある。厚労省「分析マニュアル」P59～61において、分析に影響を与える要素と
 して以下の項目についてより詳しく示されている。

(i) 加熱されたアスベスト

10 断熱材に含まれるアスベストはしばしば加熱の影響を受けている。クロシドライト
 は加熱を受けると伸長の符号が負から正に変化する他、色の変化や複屈折の増大が見
 られる。アモサイトは加熱を受けると屈折率が高くなり、多色性が見られるようにな
 る。クリソタイルは加熱を受けると屈折率が高くなり、複屈折が小さくなる。多くの
 15 場合、丹念に試料を観察することにより、加熱の影響を受けなかった繊維を見つけら
 れる。しかし加熱の影響を受けなかった繊維を見つけられない場合は電子顕微鏡による
 分析で同定を行う必要がある。

(ii) 溶脱クリソタイル

クリソタイルは酸に長時間さらされるとマグネシウムの溶脱により屈折率が低下す
 る。このような変化は試料調製や前処理における酸の使用で起きる可能性がある他、
 20 長時間雨に曝されている建材中のクリソタイルでも見られる場合がある。

(iii) アスベストに似た繊維の存在

アスベストとの区別が難しい繊維にはポリエチレン、アラミド繊維などの合成繊維
 や皮革繊維、クモの糸、セルロースといった天然有機繊維、タルクやネマライト(繊
 維状ブルーサイト)、ウォラストナイトなどの鉱物繊維がある。天然有機繊維や合成
 25 繊維の多くは灰化で除去することができる。灰化で除去できないものも形態の観察、
 前述したように伸長の符号や屈折率などの光学的性質を確認することで区別できるた
 め、十分な確認を行うことが重要である。

⑥ アスベスト含有の判定方法

30 上記の手順を踏んで、アスベスト繊維が確認されたら、報告書には検出されたアスベ
 ストの種類を記載する。クリソタイル、アモサイト、クロシドライト、アンソフィライ
 トアスベストのいずれかが市販された建材中から検出された場合、これらは意図的に添
 加したものと考えられるため、含有量は0.1%を超えるものとみなす。

トレモライトアスベスト、アクチノライトアスベスト、リヒテライト・ウィンチャイトアスベストは不純物として検出されることがほとんどであるため、見つかっても直ちに0.1%を超えるとは限らない。

また試料中からアスベスティフォームが一切検出されなかった場合は「アスベスト不
5 検出」とする。

現在の日本の「石綿」の定義は、国際標準でアスベストと定義されているアスベステイフォームに加えて、アスペクト比3対1以上のへき開粒子^{注) 6}、角柱状粒子、針状粒子を含むものとなっている。これらの粒子を確認した場合はそれを報告書に記載する必要
10 がある。

注) 6 へき開粒子：へき開片 (cleavage fragment) ともいう。へき開面に沿って割れた結晶片。非アスベスト様形態角閃石の破碎によって、通常、繊維という定義 (アスペクト比 3:1 以上) に当てはまる細長い碎片が生じるが、それがアスペクト比 30:1 を超えることは稀である。

(2) 定性分析方法2 (X線回折分析法・位相差分散顕微鏡法)

位相差・分散顕微鏡による分散染色法およびX線回折法を用いた定性分析により、その形状および鉱物学的特性を確認し、アスベスト鉱物の有無を確認する。定性分析で、アスベスト鉱物が検出された場合には、必要に応じてX線回折法を用いた定量分析を実施し、その含有量を求める。また、定性分析 (X線回折法) において主成分がパーミキュライトと判定された場合は、別途、「吹付けパーミキュライトを対象とした定性分
20 析」を実施してアスベストの有無を判定する。(測定方法全体の流れについては図 3.33 建材製品中の石綿含有の判定のための定性分析手順を参照)。

各分析作業の詳細については以下に示す。

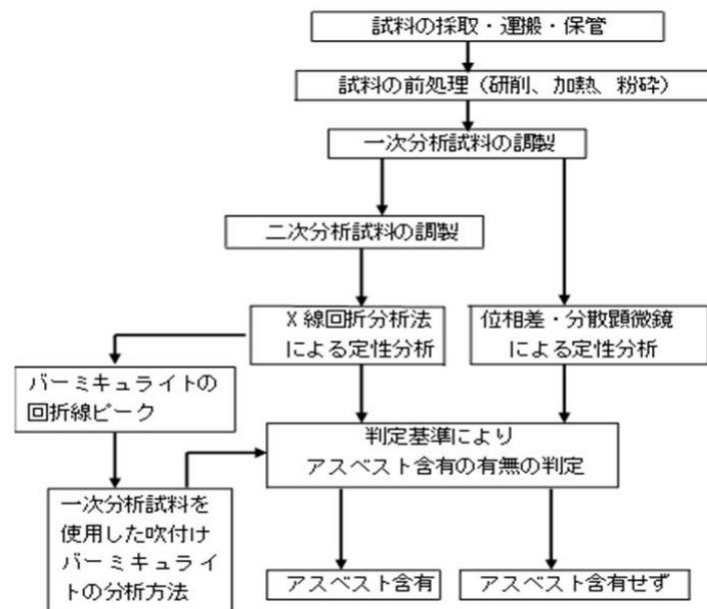


図 3.33 建材製品中の石綿含有の判定のための定性分析手順

出典：厚労省分析マニュアル p66

定性分析法2《吹付けパーミキュライト以外》

①試料作製

《一次分析試料》

(i) 採取した試料それぞれの適量を粉砕器で破砕する。これらの作業はアスベストによる汚染がないように、ドラフトチャンバーなどを使用して、粉じんの飛散に留意しながら実施する。

(ii) 粉砕した試料を、目開き $425\sim 500\ \mu\text{m}$ のふるいを通してふるい分けし、すべての試料がふるい下になるまで、粉砕およびふるい分けの操作を繰り返し行う。粉砕の程度および粉砕時間は、アスベストの繊維形態に影響を与えるので過剰粉砕にならないように注意が必要である。

注) 試料に有機成分を多く含む場合には $450\pm 10^\circ\text{C}$ の電気炉に入れ、灰化した後に一次分析試料を作製する。灰化時間はおおむね1時間以上を目安とするが、長時間の加熱は、対象鉱物の光学的特性などに影響を及ぼす可能性があるので十分に注意すること。

《二次分析試料》

(i) 一次分析試料 100mg を秤量して、コニカルビーカーに入れ、20%ギ酸を 20mL、無じん水を 40mL 加えて、超音波洗浄機を用いて1分間分散する。

(ii) $30\pm 1^\circ\text{C}$ に設定した恒温槽内に入れ、12分間連続して振とう後、ポアサイズ $0.8\ \mu\text{m}$ の白色メンブラン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し、乾燥したものをX線回折の二次分析試料とする。

②X線回折法による定性分析

調製した二次分析試料（または一次分析試料）を試料ホルダーに均一に充填し、X線回折装置でその回折パターンを確認する。アスベスト標準試料のX線パターンと比較してアスベスト含有の有無を判定する。アスベスト以外の鉱物が含まれる場合は、装置付属のデータベースなどで検索する。標準アスベストと同じ角度に複数の回折線が確認された場合は、「アスベスト含有」の可能性が高い。

X線回折装置の一例の写真を図 3.34 に、アスベスト標準物質のX線回折パターンを図 3.35 にそれぞれ示す。



図 3.34 X線回折装置

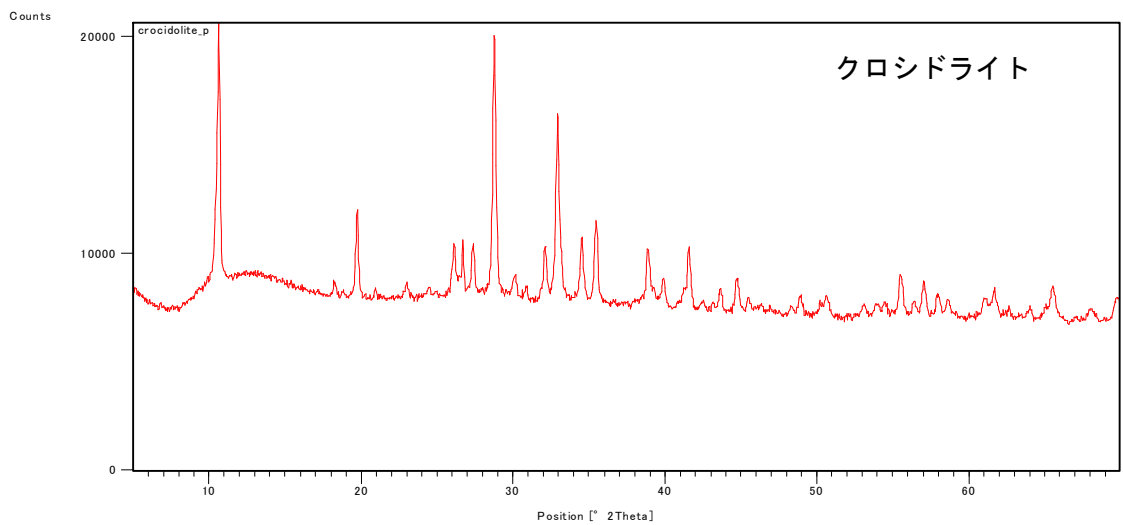
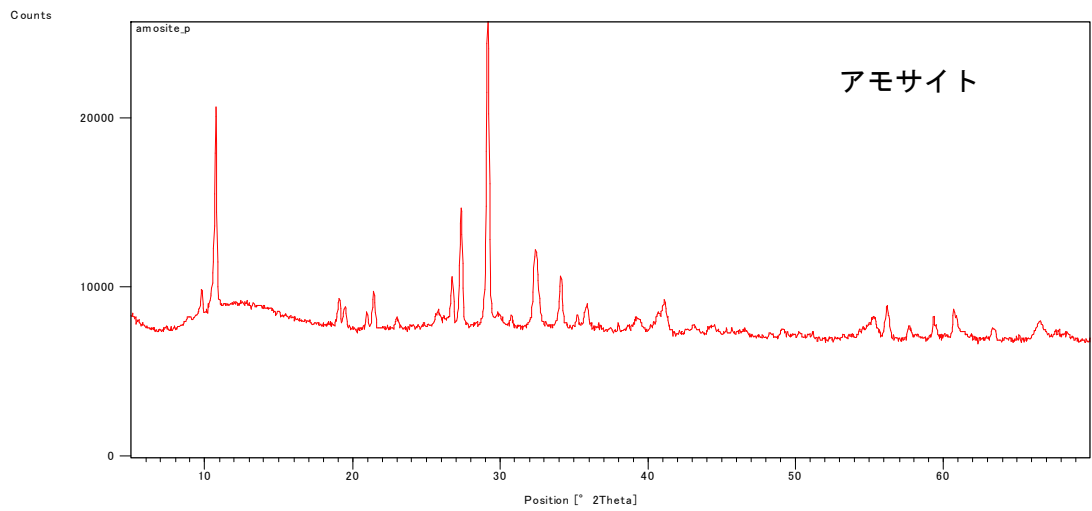
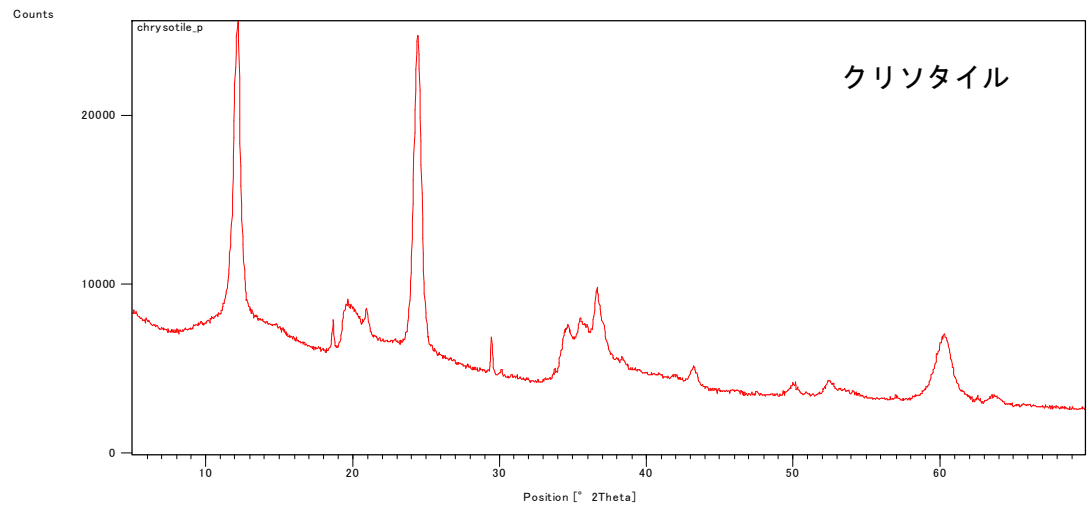


図 3.35 アスベスト鉱物のX線回折パターン

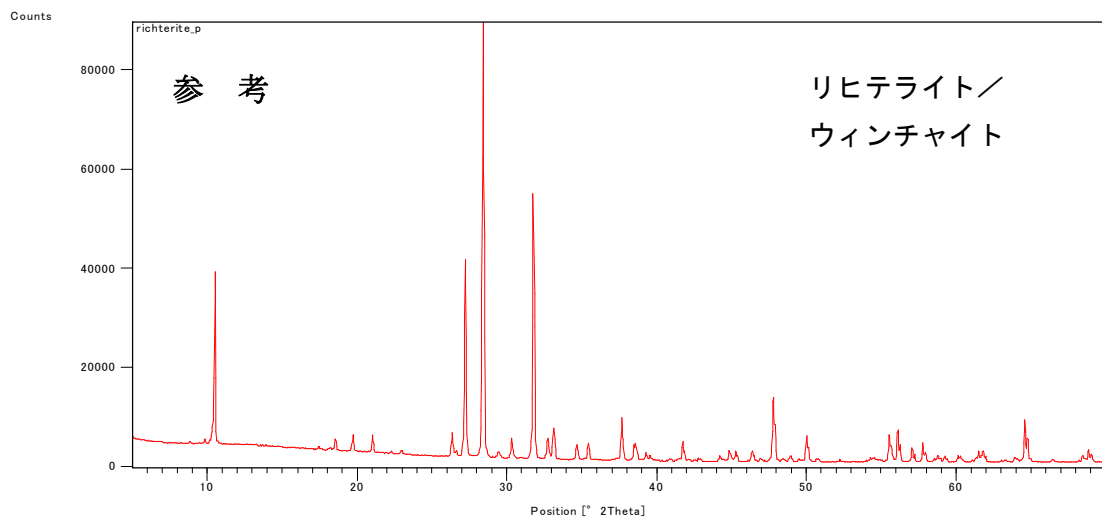
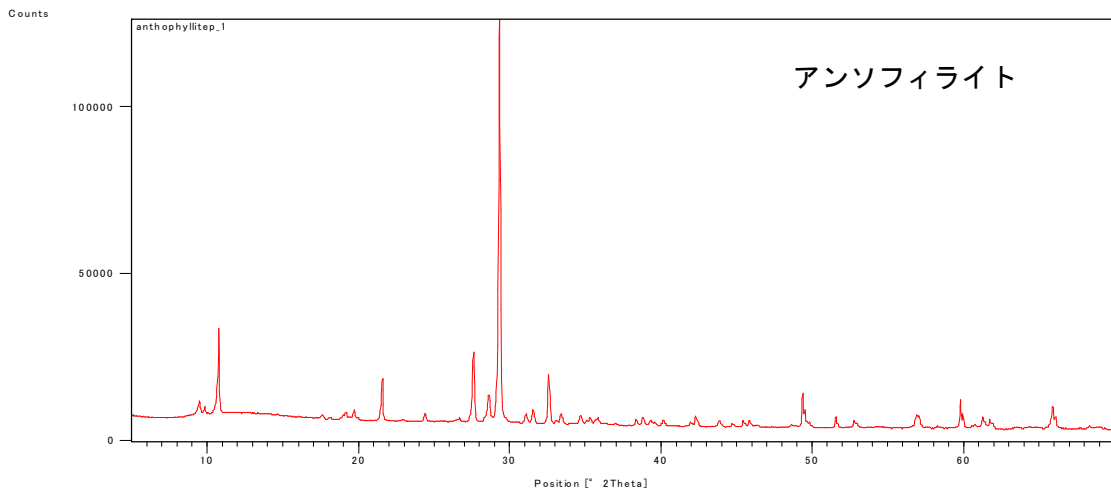
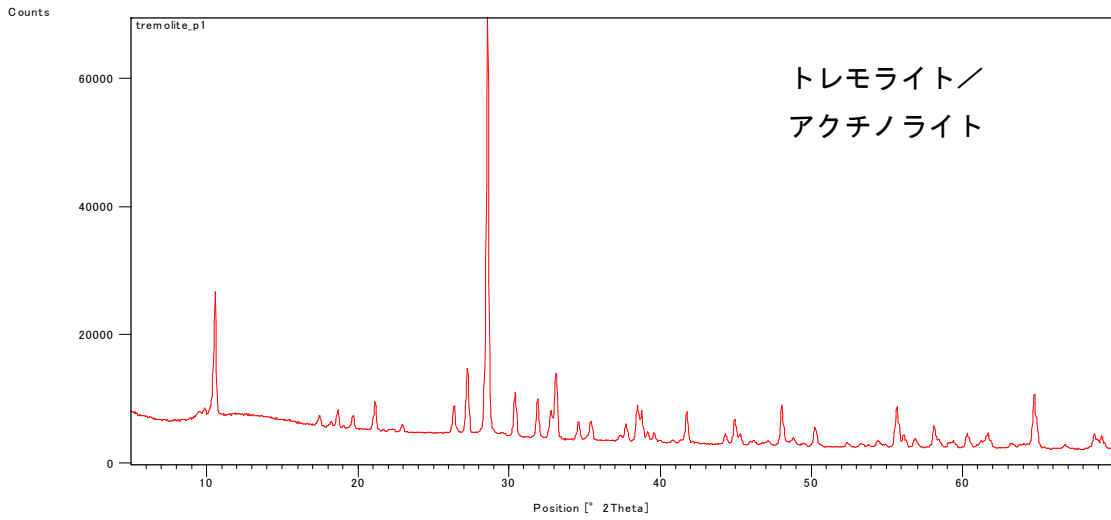


図 3.35 アスベスト鉱物のX線回折パターン (続き)

③位相差・分散顕微鏡法による定性分析

(i) 標本の作成

5 一次分析試料の 10~20mg と精製水（無じん水）20~40mL を混合し、共栓試験管にて激しく振とうした後、コニカルビーカーに移す。コニカルビーカーを十分に攪拌（かくはん）しながら 10~20 μ L を採取し、スライドガラス上に載せた後、ホットプレート上で乾燥させる。スライドガラスに対象とするアスベスト鉱物の鋭敏色を示す
10 屈折率の浸液を 3~4 滴ほど滴下し、カバーガラスを用いて標本とする。X線回折ピークが認められた場合は対象となるアスベストに該当する鋭敏色を示す屈折率の浸液を選ぶ。その際、アスベストが検出されない場合は、鋭敏色以外の屈折率の浸液を用いて標本を作製し、確認する。

15 X線回折ピークが認められない場合は、試料の採取記録などのデータに基づき、使用されたアスベストに該当する鋭敏色を示す屈折率の浸液を選ぶ。試料の採取記録などからデータが得られなかった場合は、表 3.18 の鋭敏色を示す全てのアスベストの屈折率を選ぶ。アスベスト鉱物の判定に用いる浸液の屈折率とその分散色を表 3.18 に示す。

表 3.18 アスベストの分散色

石綿の種類	屈折率 $n_D^{25^\circ\text{C}}$ a)	分散色	偏光振動方向 // (参考) c)	偏光振動方向 ⊥ (参考) c)
クリソタイル	1.550 ^{b)}	赤紫～青	橙	青
アモサイト	1.680 ^{b)}	桃	橙	青
	1.700	青	濃青～紫	淡青
クロシドライト	1.680	だいたい (橙)	濃橙	淡橙
	1.690 ^{b)}	桃	桃	桃
	1.700	青	淡青	濃青
トレモライト	1.605	ゴールデン イエロー	ゴールデン イエロー	紫
	1.620 ^{b)}	赤紫	橙	青
	1.640	青	青	淡青
アクチノライト	1.626 又は 1.628 ^{b)}	赤紫～桃	橙～赤紫	青
	1.630	桃～薄青	橙～赤紫	青
アンソフィライト	1.605	ゴールデン イエロー	淡ゴールデン イエロー	橙
	1.618 ^{b)}	橙～赤紫	橙	赤紫～青
	1.640	青	濃青	淡青

注 a) 25°Cにおける屈折率を示す。
 b) それぞれの石綿の鋭敏色を示す屈折率である。
 c) 顕微鏡に付属のアナライザを使用する場合の偏光振動方向を参考として示す。
 // 方向は、石綿繊維の伸長方向と偏光板の振動方向が平行になった場合を示す。
 ⊥ 方向は、石綿繊維の伸長方向と偏光板の振動方向が直角になった場合を示す。

出典：厚労省分析マニュアル p96

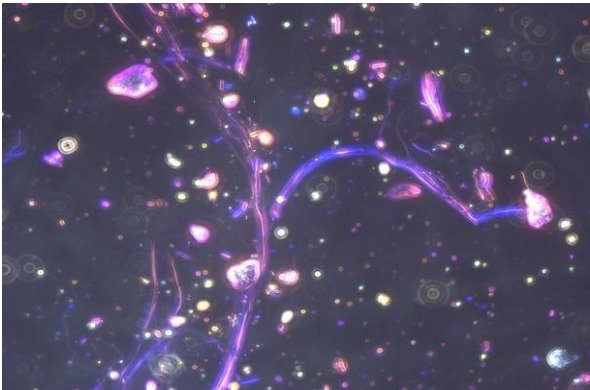
5 (ii) 位相差・分散顕微鏡による観察

作製した標本をステージに載せ、分散対物レンズ 10 倍（全体で 100 倍）で粒子が均一になっているかを確認する。均一性が確認された標本について分散対物レンズ 40 倍（全体で 400 倍）に切り替えて表 3.18 の分散色を示すアスペクト比 3 : 1 以上の繊維の有無を確認する。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、その合計数が 1,000 粒子になるまで視野を動かして計数し、表 3.17 の分散色を示す繊維のアスベストの種類と粒子の数を記録する。アスベストの種類ごとに上記の操作をそれぞれ 3 標本について実施し、3,000 粒子中に 4 本以上のアスベストが検出された場合に「アスベスト含有」と判定する。

位相差・分散顕微鏡の一例の写真を図 3.36 に、各アスベスト鉱物の鋭敏色の浸液における分散色の写真を図 3.37 に示す。



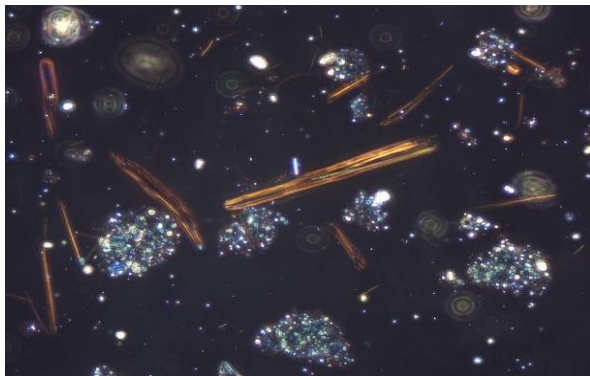
図 3.36 位相差・分散顕微鏡



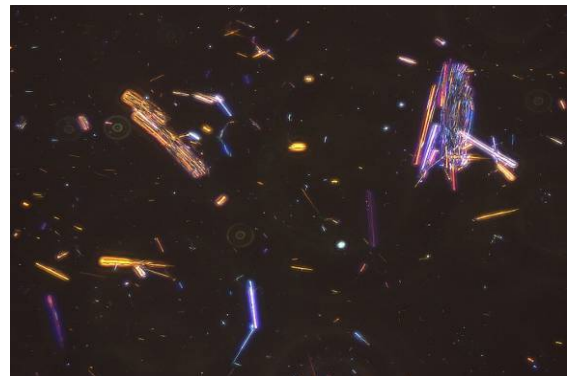
クリソタイル
 $n_D^{25^\circ\text{C}}=1.550$



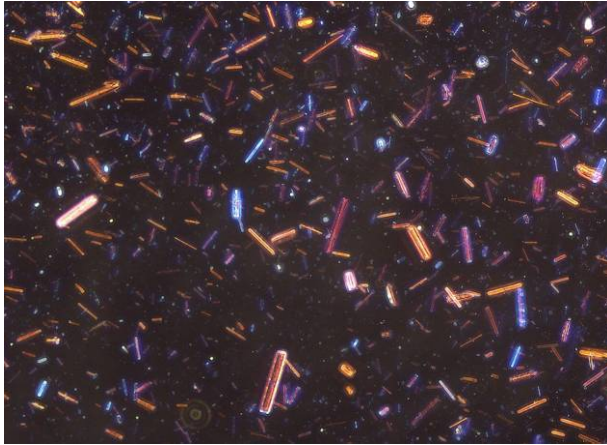
アモサイト
 $n_D^{25^\circ\text{C}}=1.680$



クロシドライト
 $n_D^{25^\circ\text{C}}=1.680$



トレモライト/アクチノライト
 $n_D^{25^\circ\text{C}}=1.620$



アンソフィライト

$n_D^{25^\circ\text{C}}=1.618$



リヒテライト/ウィンチャイト

$n_D^{25^\circ\text{C}}=1.630$

図 3.37 アスベスト鉱物の浸液における分散色

④アスベスト含有の有無の判定方法

定性分析におけるアスベストの有無の判定方法を以下に示す。

5

(i) X線回折法でアスベスト鉱物と疑わしき回折ピークが認められ、かつ、顕微鏡観察で3,000粒子中アスベストが4繊維状粒子以上の場合は「アスベスト含有」と判定する。

10

(ii) X線回折法でアスベスト鉱物と疑わしき回折ピークは認められないが、かつ、顕微鏡観察で3,000粒子中アスベストが4繊維状粒子以上の場合は「アスベスト含有」と判定する。

15

(iii) X線回折法でアスベスト鉱物と疑わしき回折ピークが認められるが、顕微鏡観察で3,000粒子中、アスベストが4繊維状粒子未満の場合は、回折ピークが認められたアスベスト鉱物を対象として、一次分析試料を用いて再度、標本を作製し顕微鏡による分析を行う。再分析の結果、3,000粒子中アスベストが4繊維状粒子以上の場合は「アスベスト含有」と判定する。3,000粒子中アスベストが4繊維状粒子未満の場合は「アスベスト含有なし」と判定する。

20

(iv) X線回折法でアスベスト鉱物と疑わしき回折ピークは認められず、かつ、顕微鏡観察で、3,000粒子中アスベストが4繊維状粒子未満の場合は「アスベスト含有なし」と判定する。

※判定の流れについては図 3.33 の枠線で囲ったフローを参照。

25

蛇紋石、緑泥石、カオリン鉱物及び**ブラウンミレライト**はクリソタイルと同様なX線回折ピークが認められる。また、タルクはアモサイトやクロシドライトと同様なX線回折角度(10°付近)に回折ピークがあるので注意が必要である。判断が難しい場合には、さらに偏光顕微鏡や電子顕微鏡などを用いて確認することが望ましい。

定性分析法2《吹付けパーミキュライト》

① 測定の原理および概要

一般にパーミキュライトとされる鉱産物の多くは、構造層間にカリウムイオンを多く持つヒドロバイオタイトを含むことが多い。これらの鉱物はその成因からアスベスト鉱物としてクリソタイルやトレモライトが共生することがある。

パーミキュライトのX線回折パターンに特徴的な約 12.4° の回折線は、クリソタイルの 12.1° の回折線と重なり合い、ヒドロバイオタイトの約 10.5° の回折線は、トレモライトの 10.4° の回折線と重なり合うことから、通常のX線回折法ではアスベスト鉱物の含有を誤認したり、過剰に評価したりする可能性がある。

パーミキュライトは、構造層間のマグネシウムイオンをカリウムイオンに置換することによって、結晶構造の格子面間隔が小さくなり、X線回折パターンにおいて前述のピークが、クリソタイルおよびトレモライトの回折ピークの付近に出現しなくなる。

この原理を利用して、塩化カリウム処理した試料および標準試料（純粋パーミキュライトにクリソタイル0.8%、トレモライト0.5%を添加したもの）の回折強度を比較してアスベスト含有の有無を確認する。（測定方法全体の流れについては図3.38吹付けパーミキュライトのアスベス分析フローを参照）

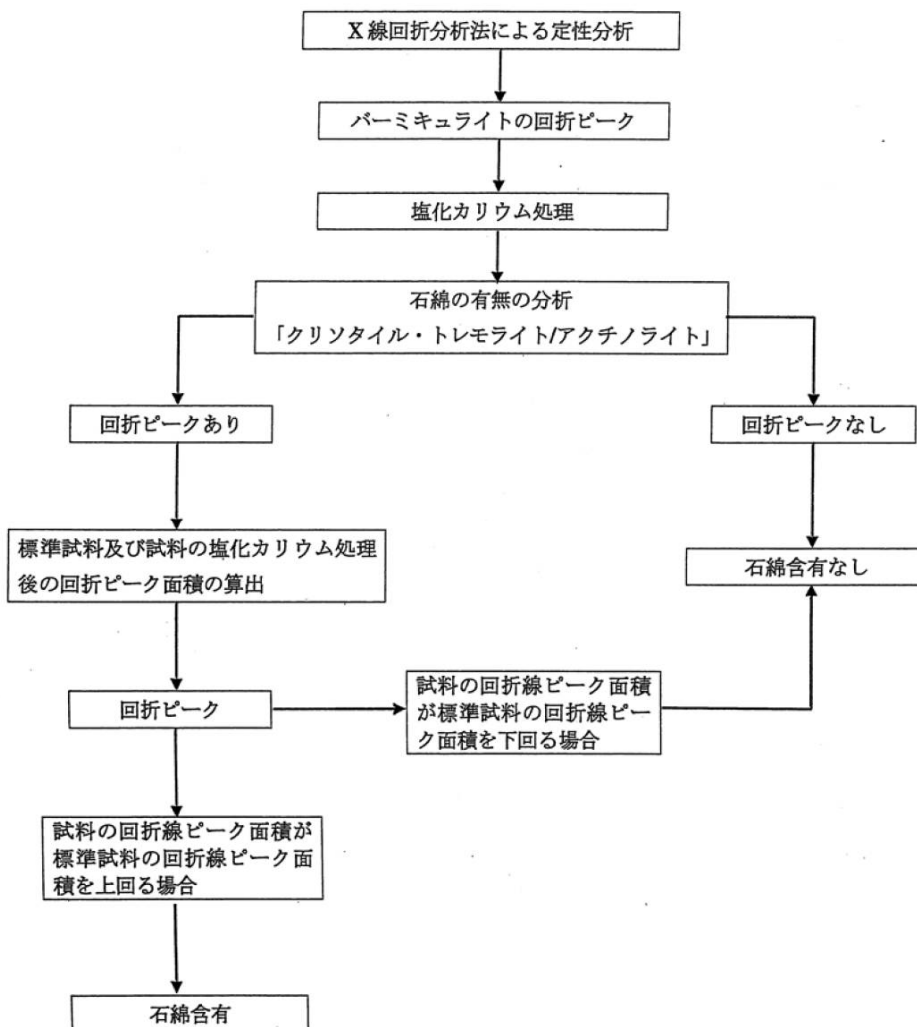


図 3.38 吹付けパーミキュライトの分析フロー

出典：厚労省分析マニュアル p103

② ハイドロバイオタイトおよびバーミキュライトのX線回折パターン

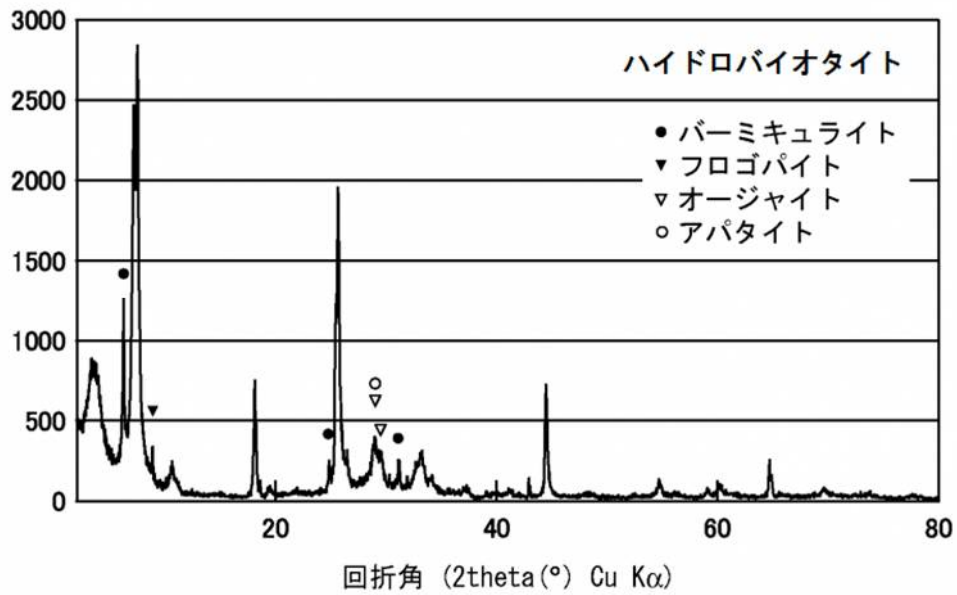


図 3.39 ハイドロバイオタイトのX線回折パターン

出典：JIS A 1481-2:2014 建材製品中のアスベスト含有率測定方法 p11

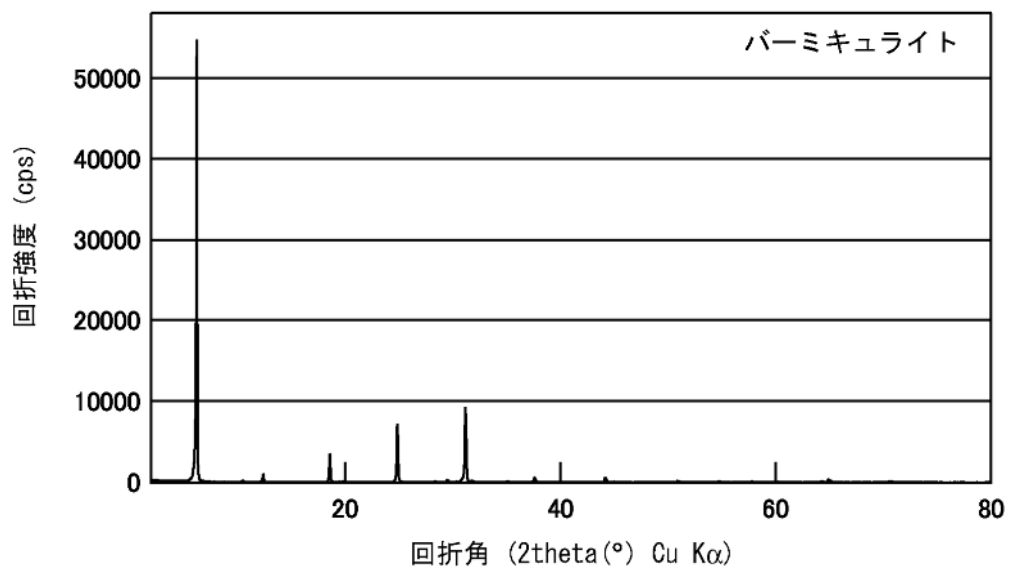


図 3.40 バーミキュライトのX線回折パターン

出典：JIS A 1481-2:2014 建材製品中のアスベスト含有率測定方法 p11

③ 吹付けバーミキュライト分析事例の紹介

バーミキュライトおよび吹付けバーミキュライトの分析事例を図 3.39～図 3.42 にて紹介する。

5 図 3.41 は塩化カリウム処理によりピークが消失し、分散染色法によりクリソタイル繊維が確認されなかったことから「アスベスト含有なし」と判定した。

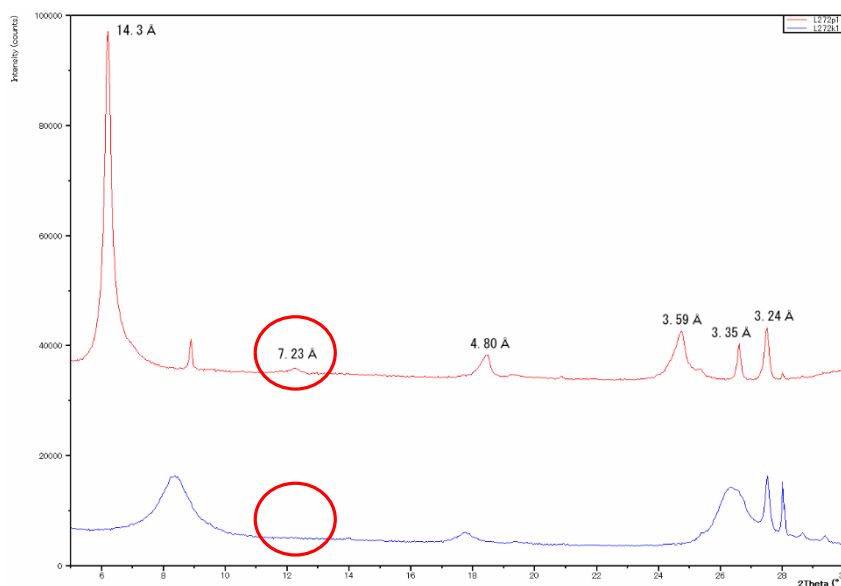


図 3.41 X線回折パターン（主成分：バーミキュライト）

図 3.42 は塩化カリウム処理によりトレモライトの位置のピークは消失した。クリソタイルの位置のピークは残ったが、分散染色法によりクリソタイル繊維が確認されなかったことから「アスベスト含有なし」と判定した。

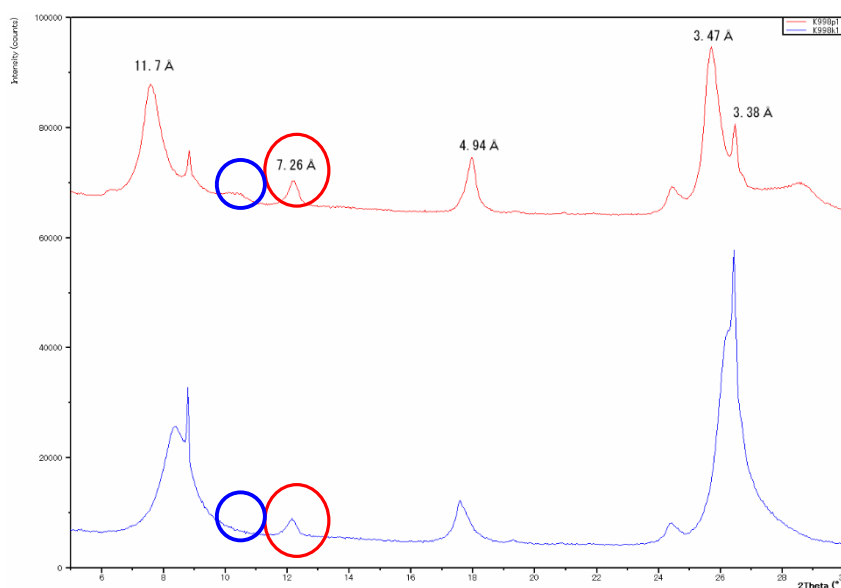


図 3.42 X線回折パターン（主成分：ハイドロバイオタイト）

図 3.43 は塩化カリウム処理してもトレモライト、クリソタイルの回折ピークはいずれも消失しなかった。分散染色法においてもクリソタイル、トレモライトが確認され「アスベスト含有あり」と判定した。

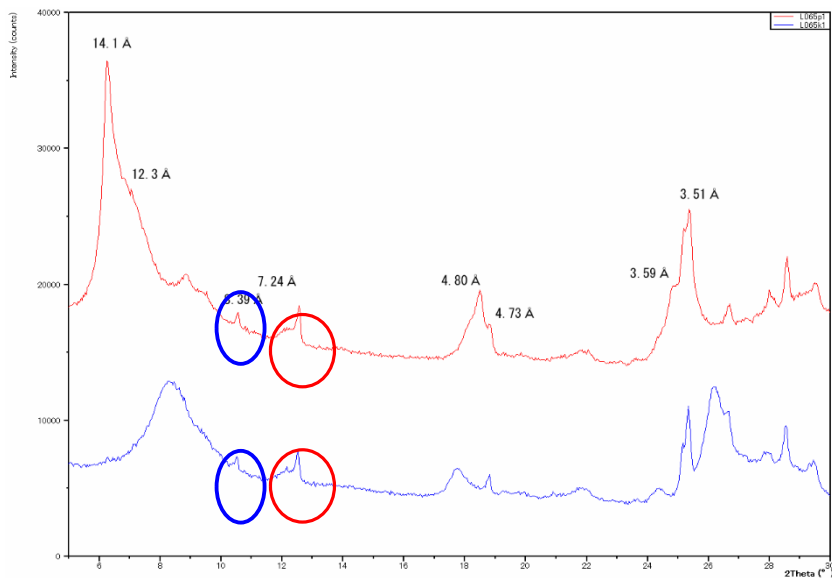


図 3.43 X線回折パターン（主成分：パーミキュライト、ハイドロバイオタイト）

図 3.44 は塩化カリウム処理してもわずかにクリソタイルの位置にピークは残ったが、分散染色法によりクリソタイル繊維が確認されなかったことから「アスベスト含有なし」と判定した。

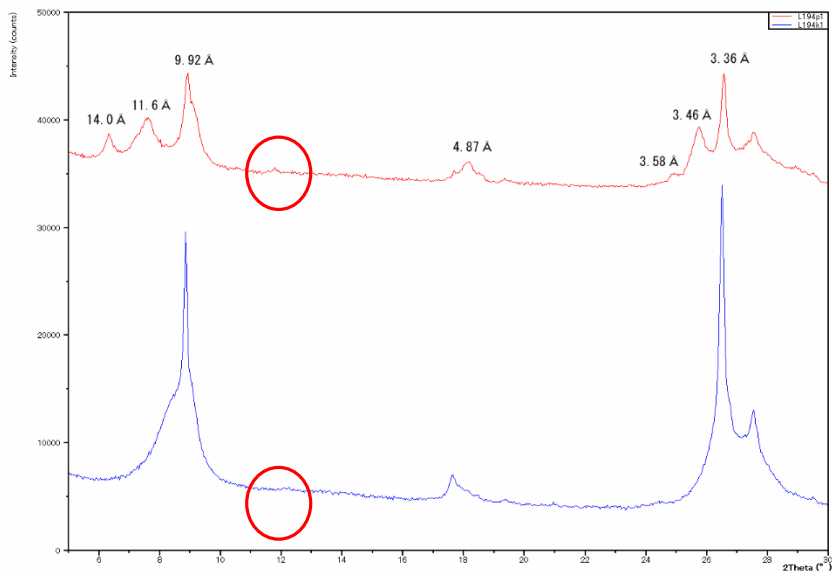


図 3.44 X線回折パターン（主成分：ハイドロバイオタイト、カルサイト）

15 以上を示すように、吹付けパーミキュライトの判定においては、共存する他の鉱物の影響などもあり、JISで規定されている吹付けパーミキュライトの定性分析法（塩化カリウム処理＋X線回折法）のみでは、誤判定する可能性もある。そのため、顕微鏡観察による確認分析を併用する必要がある。

(3) 定量分析方法1 (X線回折分析法)

定性分析によって「アスベスト含有」と判定された試料について定量分析を実施する。

① 試料作製 (定量用二次分析試料および定量用三次分析試料の作製方法)

5 (i) 一次分析試料を 100mg 精秤 (M_1 : 一次分析試料の秤量値) して、コニカルビーカーに入れ、20%ギ酸を 20mL、無じん水を 40mL 加えて、超音波洗浄機を用いて 1 分間分散する。

(ii) 30 ± 1 °C に設定した恒温槽内に入れ、12 分間連続振とうする。

10 (iii) 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」) を装着した吸引ろ過装置で吸引ろ過する。

(iv) 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。1 試料当り三つの定量用二次分析試料を作製する。

※この際、残渣率 (M_2/M_1) が 0.15 を超えた場合は、定量用二次分析試料から 10
15 ~15mg を採取して無じん水で分散後、(iii) と同様の操作を行い、定量用二次分析試料と同様に、乾燥後、フィルタ上に捕集された試料の質量 (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。定量用三次分析試料を用いて定量分析を実施する場合、定量下限値は 0.1% よりも高い値となるケースも想定され、基準値 0.1% 付近の低濃度の定量分析を実施する場合には注意が必要である。

② 基底標準吸収補正法による X 線回折定量分析

調製した定量用二次分析試料 (または定量用三次分析試料) を対象に、基底標準吸収補正法による X 線回折定量分析を実施する (試料のばらつきや測定手法のばらつきを考慮した上で、 $n=3$ 回の分析を原則とする)。

25 基底標準吸収補正法とは、試料による X 線吸収の影響を、試料の後側 (X 線照射面から見て下側) に置いた標準物質 (基底標準) の回折強度によって補正し、定量物質の含有率 (またはマトリックスの割合) の多少に関わらず、純粋定量物質 (今回の場合ではアスベスト標準試料) で作った検量線をそのまま適応して定量できるようにした X 線回折定量法である。

30 試料の厚みが増せば、それだけ多くの X 線を吸収してしまう。これを補正してより正確な定量分析を行うために、測定粉末試料を載せる前 (フィルタのみ) と試料を載せた後 (フィルタ+フィルタ上の試料) の基底標準の回折ピークの強度比で補正するのがこの方法である。現在、国内の分析機関のほとんどは、亜鉛板を基底標準として用いている。

③ 検量線

35 JIS 法には 2 種類の検量線作成方法 (検量線 I 法、検量線 II 法) が示されており、アスベスト含有率が 1% を超えることが予想される場合には検量線 I 法を、アスベスト含有率が 1% 未満と予想される場合には検量線 II 法が推奨されている。対象となる試料に
40 合わせて適切な方法を選択することが必要である。相関係数 r が 0.99 以上の検量線を

用いることも必要である。また、適正な定量分析を実施するため、試料の測定値のプロットは、必ず検量線の範囲内となっていることが重要である。

④ アスベスト含有率の算出と定量下限

5 分析試料中のアスベスト含有率の算出は以下の計算式で求める。

(i) アスベスト含有率の算出

以下の計算式より含有率を求める。

《定量用二次分析試料で分析の場合》

$$C_i = A_s / M_1 \times r \times 100$$

$$10 \quad C = (C_1 + C_2 + C_3) / 3$$

C_i : 個々の分析試料のアスベスト含有率 (%) (C_1 、 C_2 および C_3)

A_s : 検量線から得られた定量用二次分析試料のアスベスト質量 (mg)

M_1 : 一次分析試料の秤量値 (mg)

r : 減量率

15 C : 建材製品中のアスベスト含有率 (%)

《定量用三次分析試料で分析の場合》

$$C_i = [A_{s1} \times (M_2 / M_3)] / M_1 \times r \times 100$$

$$20 \quad C = (C_1 + C_2 + C_3) / 3$$

C_i : 個々の分析試料のアスベスト含有率 (%) (C_1 、 C_2 および C_3)

A_{s1} : 検量線から得られた定量用三次分析試料のアスベスト質量 (mg)

M_1 : 一次分析試料の秤量値 (mg)

M_2 : 定量用二次分析試料の秤量値 (mg)

M_3 : 定量用三次分析試料の秤量値 (mg)

25 r : 減量率

C : 建材製品中のアスベスト含有率 (%)

(ii) 検量線の検出下限と定量下限

30 検量線作成時に調製した最少濃度の標準試料について、X線回折装置によって繰り返して10回計測し、積分X線強度の標準偏差を求める。検量線の検出下限と定量下限は以下の計算式より求める。

$$C_k = (\sigma / a) / M_1 \times 100$$

$$35 \quad C_t = (3 \sigma / a) / M_1 \times 100$$

C_k : 検出下限 (%)

C_t : 定量下限 (%)

σ : 積分X線強度の繰り返し分析の標準偏差

a : 検量線の傾き

M_1 : (想定される) 一次分析試料の秤量値 (100mg)

(4) 定量分析方法2 (偏光顕微鏡法)

定量分析方法2は、JIS A 1481-4 によるアスベスト含有率測定について、JIS A 1481-4 に記載の内容のほか、JIS A 1481-4 の実施に当たって具体的な留意点や補足を加えたものである。定性分析によって「アスベスト含有」と判定された試料について

JIS A 1481-4 は、重量を直接測る方法と顕微鏡法の2つの方法によってアスベスト含有率を決定する方法である。JIS A 1481-4 によるアスベスト含有率決定の手順の一例を図 3.45 に示す。JIS A 1481-4 による定量分析は、アスベストが検出されていてアスベスト濃度がおおむね 5%より低い試料のアスベスト濃度を定量することを意図している。

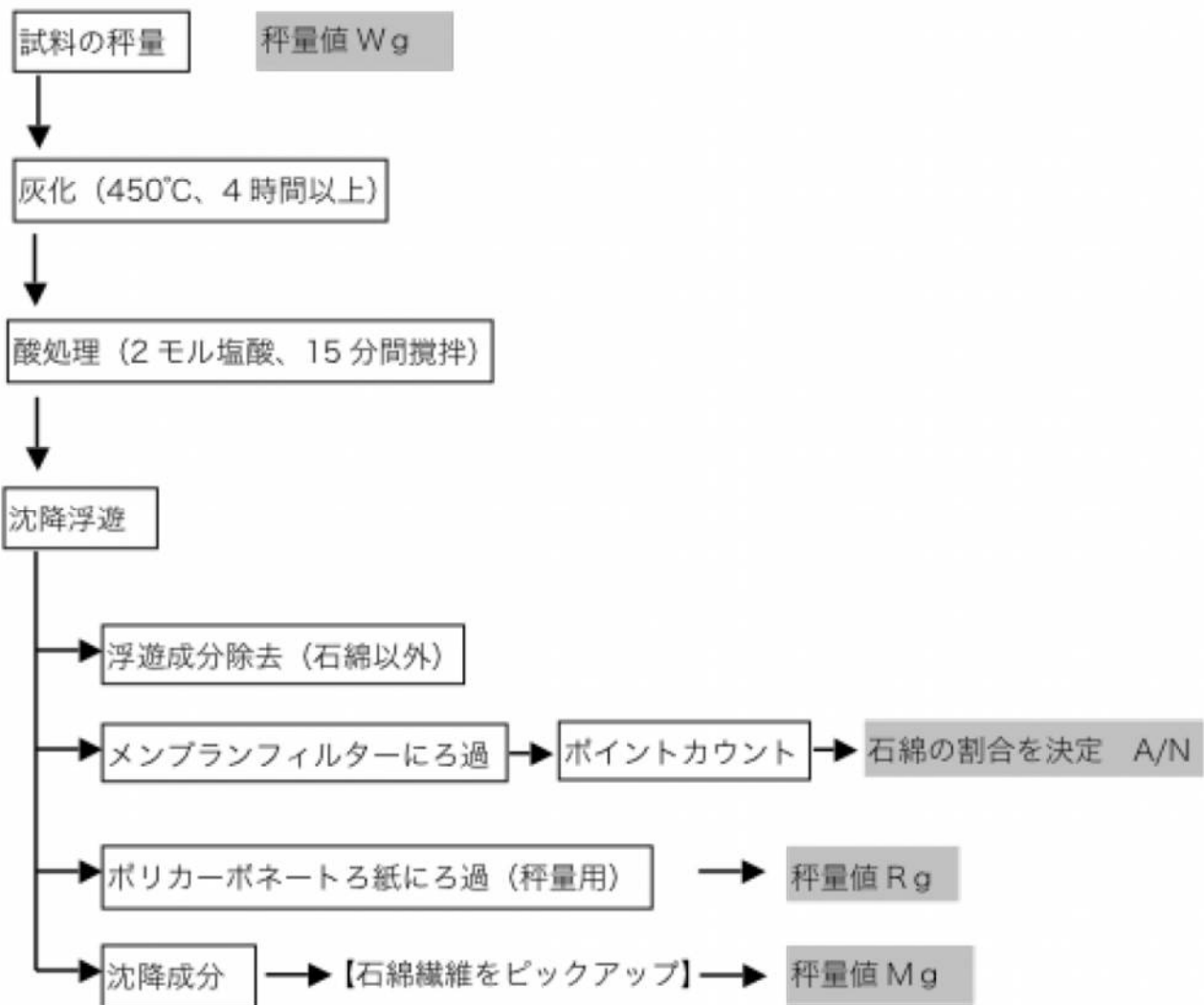


図 3.45 JIS A 1481-4 によるアスベスト含有率決定の手順の例

① 基本的な前処理方法

0.5~1.0 g 程度の精秤した (図 3.46) 試料(Wg)を、有機成分を除去するために電気炉などで 450°C、4 時間以上灰化する。灰化後の試料は三角フラスコに入れた 2 mol/L 塩酸中で 15 分間攪拌し (図 3.47)、酸で溶解する成分を取り除く。床用ビニルタイルはドロマイトを含む可能性があるため、灰化後メノウ乳鉢中ですりつぶしながら濃塩酸で溶解させる (図 3.48)。



図 3.46 試料の精秤

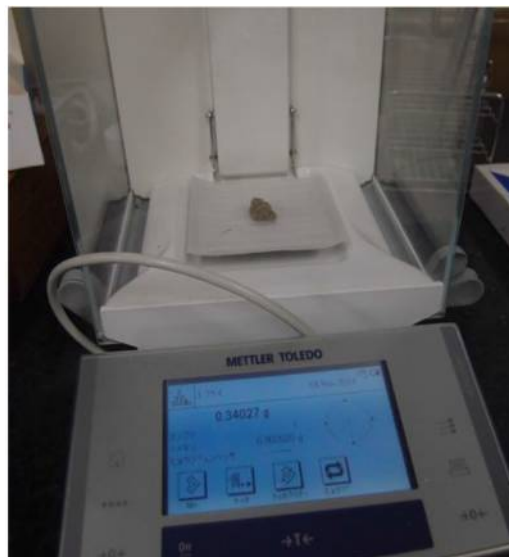


図 3.47 2mol/L 塩酸中で 15 分間攪拌



図 3.48 試料をメノウ乳鉢に入れて塩酸を加え、乳棒で崩す

② 浮遊沈降による石綿以外の成分の除去

水面に浮遊している成分（たとえばバーミキュライトなど）がある場合は、試料と塩酸の入った三角フラスコに蒸留水を口まで注ぎ、薬さじを使って、水面に浮遊しているものを取り除く。次にフラスコを数分間静置し、上澄みの約半分を1,000mLのビーカーに注ぐ。再び蒸留水を注ぎ、手でフラスコを回して沈降している成分を攪拌し（図3.49）、静置したら上澄み液をビーカーに移す（図3.50）。この攪拌、沈降、分離を数回くりかえすことによって、重い骨材などの成分をフラスコに残し、浮遊している石綿をビーカーに移す。石綿は繊維状であることから、懸濁させることで重い成分と分けることができる。最後にフラスコに残ったものを秤量したシャーレに入れホットプレートで乾燥させる。束状の大きな石綿繊維は沈降させて、乾燥後にピンセットで取り出すこともできる。

ビーカー中の懸濁液は、よく攪拌しながら適量（数mL）を分取し、メンブランフィルタ（MCEフィルタ）に吸引ろ過する（図3.51）。MCEフィルタは透明化して顕微鏡観察を行うために使用される。ポイントカウント用の径25mmのMCEフィルタは必要枚数作製する。残った懸濁水はポリカーボネートろ紙に吸引ろ過する（図3.52）。ポリカーボネートろ紙はフィルタに残る残渣を剥がしやすく、また重量が軽いため秤量に適しているという理由から使用される。フィルタはよく乾燥させる。



図 3.49 回転させるように攪拌すると底部に骨材のような重い成分が集まる

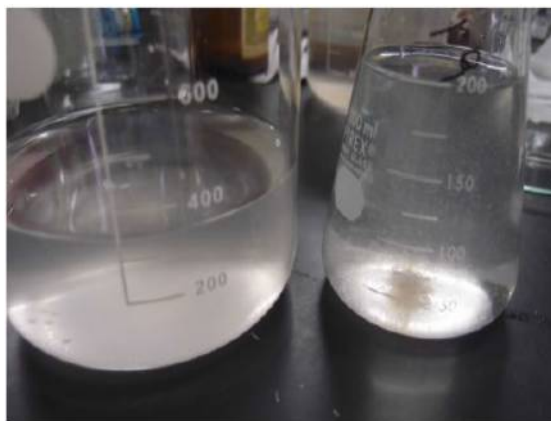


図 3.50 攪拌-静置して上澄みを左のビーカーに移す

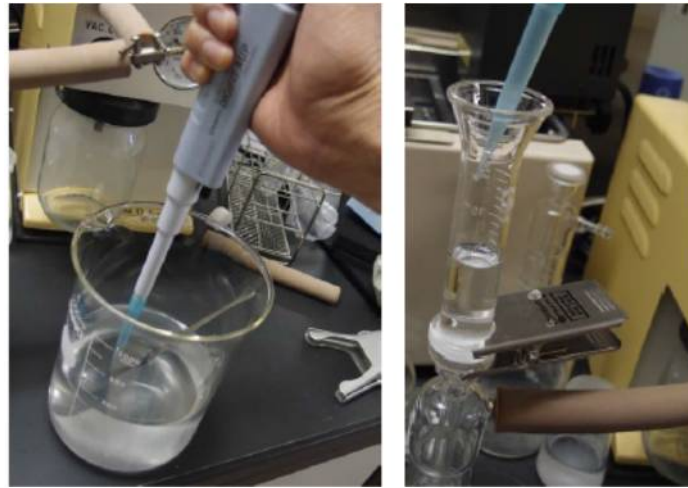


図 3.51 ビーカーの懸濁液を攪拌しながら分取して、MCE フィルタに吸引する



5 図 3.52 必要枚数の MCE フィルタを作成したら、残りはポリカーボネートフィルタに吸引ろ過する

③ 重量測定

シャーレに残された大きく、比重の重い成分を実体顕微鏡で観察し、石綿の繊維束
 (図 3.53) をピンセットで取り出し (図 3.54)、付着しているものを除いて別のシャー
 10 レに移す。またポリカーボネートろ紙も実体顕微鏡で観察し、ピンセットで取り出せる
 大きな石綿の繊維束をピンセットで取り、付着しているものを除いて先の石綿繊維の入
 ったシャーレに移す。これらが手で取り出した石綿繊維 Mg になる。ポリカーボネート
 ろ紙上に粗大な粒子がある場合は、ピンセットで取って沈降成分の入ったシャーレに移
 15 す。沈降成分を入れた元のシャーレには石綿以外の成分のみが残るようにする。シャー
 レとポリカーボネートろ紙を秤量し、残渣の重量を得る (図 3.55)。残渣の重量/元の
 試料の重量=残渣率となる。石綿以外の成分がほとんど残っていないと判断される場合
 はポリカーボネートろ紙の試料の秤量値をそのまま石綿の重量とすることも可能であ
 る。



図 3.53 沈降した成分中のアスベスト繊維（中央の繊維束）



図 3.54 アスベスト繊維をピンセットで取り出す

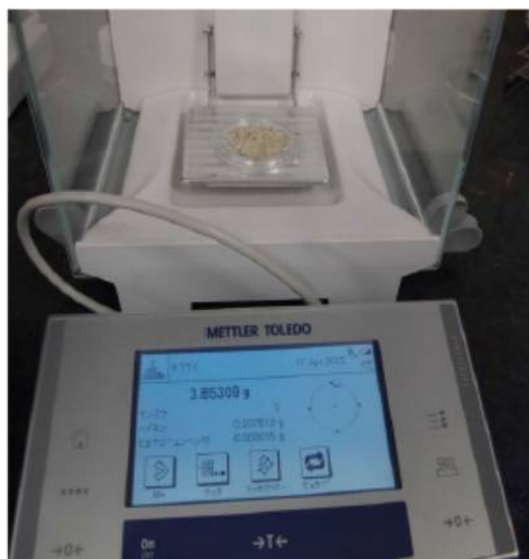


図 3.55 ポリカーボネートろ紙上の懸濁させた成分を秤量する

④ ポイントカウント

メンブランフィルタ (MCE フィルタ) は切らずに一枚をそのまま顕微鏡観察用試料のために使用する。ジメチルホルムアミドと氷酢酸と蒸留水の混合液を約 100 μ L 載せたスライドガラスにフィルタを、ろ過面を下にしてのせ、70 $^{\circ}$ C のホットプレート上で 10 分間加熱して (図 3.56) 透明化した後にトリアセチンを滴下し、カバーガラスをかぶせる。

100 倍の偏光顕微鏡 (図 3.57) を直交ポーラ+530nm 検板のモードにして、試料を全体的に観察し、全体に均一であることを確認する。計数は次のように行う。

(i) 最も大きいと思われる粒子および最も太いと思われる石綿繊維を見つけて、粒径と繊維径を測る。カウント対象は最大粒径の 10% 以上の粒子と最大繊維径の 20% 以上の石綿繊維である。

(ii) 計数は端から一定の間隔で顕微鏡ステージを移動させ、十字線の交点と重なった粒子または石綿繊維をそれぞれ計数する。石綿繊維と重なったポイントを「石綿ポイント (A)」(図 3.58)、計数されたポイントを「空でないポイント (N)」(図 3.59) とする。

(iii) カウントは 20 石綿ポイントまたは 130X 残渣率 (%) の空でないポイントまで行う。最低でも 2 枚のスライドを作製し、少なくとも 100 の空でないポイントを数える。

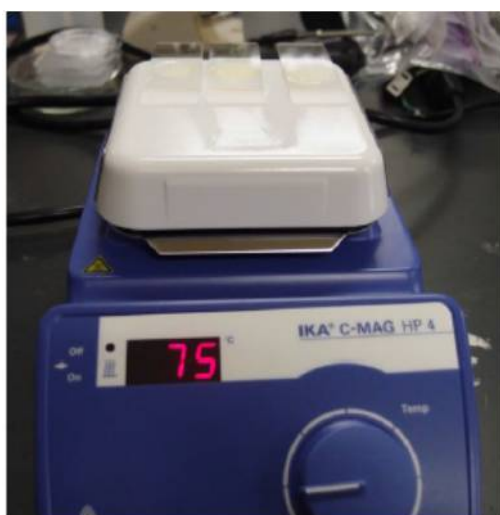


図 3.56 MCE フィルタはジメチルホルムアミド/氷酢酸で透明化する



図 3.57 偏光顕微鏡で観察

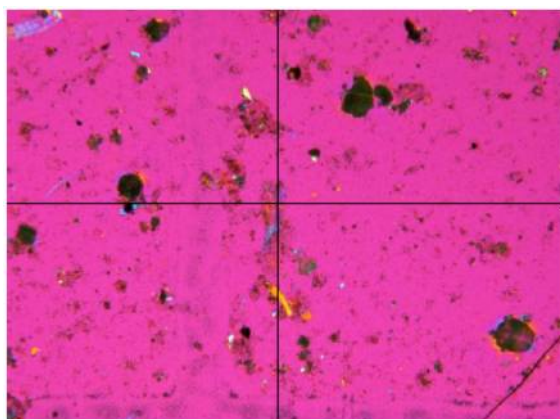


図 3.58 偏光顕微鏡 100 倍で観察し、十字線のクロスポイントと石綿が一致したら石綿ポイント

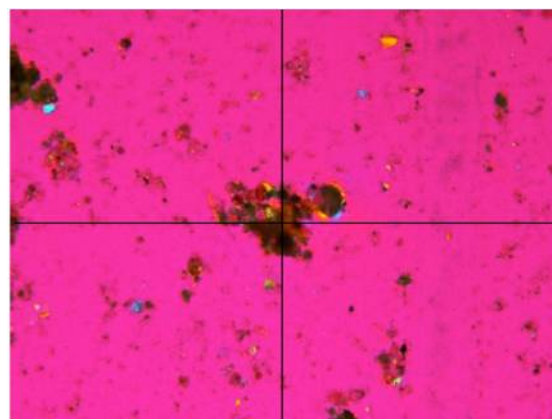


図 3.59 十字線のクロスポイントと粒子が一致したら粒子ポイント

⑤ 石綿含有率の算出

$$C = (M + R \times A / N) / W \times 100$$

C : 石綿含有率 (%)

M : 手で取り出した石綿の重量 (g)

5 R : ポリカーボネートろ紙上の残渣の重量 (g)

A : 石綿ポイント数

N : 空でないポイント数

W : 元の試料の重量 (g)

⑥ 留意点

(i) 石綿以外の成分を取り除くために沈降による分離が重要である。懸濁後の沈降速度は密度と粒径によって決まる。速く沈降する粒径の大きい粒子を取り除くことは後のポイントカウントのために有効である。沈降粒子の中に石綿をできるだけ入れたくないが、完璧に分離することは難しい。しかし速く沈降する太い繊維束は、後の

15 過程の実体顕微鏡観察で取り除くことができる。懸濁後の沈降の時間、ビーカーに移す上澄みの量、分離の回数は試料の種類と成分によって変わりうる。この点は熟練が必要である。初めは何度か失敗するつもりで、灰化試料を多く作り、そこから秤量して酸処理するとよい。

(ii) ポイントカウント用のフィルタは試料の均一性を保つためにアセトン蒸気ではなく、ジメチルホルムアミドを使用する。

(iii) ポイントカウントではポイントカウント用の一定間隔で移動できるステージを使用することによって分析者の意図を排除することができる。

(iv) バーミキュライト中のウィンチャイト/リヒテライトアスベストの定量では、バーミキュライトの粒径が大きい場合は、実体顕微鏡を使用した重量法が記載されているが、耐火被覆材などで粒径が小さい場合は、重液（水よりも比重の重い液体）による分離と電子顕微鏡による分析が必要とされている。建材の種類ごとに最適の前処理と分析方法が異なり、習熟が必要である。

(5) 定性分析方法3 (電子顕微鏡法)

30 定性分析方法1 (偏光顕微鏡法) あるいは定性分析方法2 (X線回折分析法・位相差分散顕微鏡法) によって分析した結果、アスベストの確認が難しいときは電子顕微鏡によるアスベスト繊維の同定等が推奨されている。本法は、そのような場合に用いられる走査電子顕微鏡によるアスベストの定性分析方法である。定性分析方法1ある

35 いて、本法でアスベストが確認された場合はアスベスト含有あり、確認されなければアスベスト含有なしと判定できる。しかし、本法のみによりアスベスト含有なしの判定はできない。



図 3.60 走査型電子顕微鏡 (SEM)

3. 8. 3 アスベスト分析結果報告書例

- 5 分析調査者から結果速報や分析結果報告書を受領したら、調査者は結果を確認する必要がある。調査者は分析方法について学ぶとともに、分析結果報告書のチェックの仕方や、添付された分析写真やチャートの見方などについても経験を積むことは重要である。巻末資料 14 に分析結果報告書の例を示す。
- 以下に結果速報や分析結果報告書について確認するポイントを示す。
- 10 ①必要な書類（社判押印、分析者氏名、分析結果総括、試料別の結果、写真やチャート図その他）が揃っていること。
- ②送付した試料番号や試料名と分析結果報告書の記載に相違がないこと。
- ③分析結果が書面調査と目視調査による推定と合致していること。
- ④添付された写真やチャートに（日時表記も含めて）疑問や違和感がないこと。
- 15 疑問や違和感がある場合には、分析調査者に問い合わせ、解消する必要がある。
- ⑤分析者の氏名と資格（特に 2023（令和 5）年 10 月からは分析調査者が分析する必要がある）