

平成 21 年度版

厚生労働省委託事業

石綿含有建材の石綿含有率測定に係る講習会

テキスト

(社) 日本作業環境測定協会

このテキストは、石綿障害予防規則第3条第2項に基づく石綿等の使用の有無の分析調査を実施する石綿分析機関の能力向上を図るため、当該委託事業により設置した「石綿分析技術検討委員会」において、「講義講習会テキスト」に最新の知見も踏まえ、編集した平成21年度版である。

石綿分析技術検討委員会の委員

委員氏名		所 属
委員長	名古屋 俊士	早稲田大学 創造理工学部 教授
委 員	岡田 孝之	中央労働災害防止協会 関東安全衛生サービスセンター 主任技術員
委 員	神山 宣彦	東洋大学 経済学部 教授
委 員	小西 淑人	前(社)日本作業環境測定協会 調査研究部長 (株)エフアンドエーテクノロジー研究所 代表取締役
委 員	富田 雅行	ニチアス(株) 管理本部 本部長
委 員	舟田 南海	(株)分析センター 材料解析部 リーダー
委 員	山崎 淳司	早稲田大学 創造理工学部 教授

(平成22年1月1日 現在)

目 次

1. 建築物の解体・改修作業に係る石綿の事前調査方法 . . . 3
2. 建築物の解体・改修作業に係る石綿分析方法 20
3. 天然鉱物中の石綿含有率の分析方法 60

1. 建築物の解体・改修作業に係る石綿の事前調査方法

石綿障害予防規則（以下「石綿則」という。）第3条第1項に、事業者は、建築物又は工作物（以下「建築物等」という。）の解体、破砕等の作業（以下「解体等の作業」という。）を行うときは、あらかじめ、当該建築物等について、石綿等の使用の有無を目視、設計図書等（以下「設計図書等」という。）により調査することが規定されている。

また、石綿則第3条第2項に、事業者は、同条第1項の調査を行ったにもかかわらず、当該建築物等について、石綿等の使用の有無が明らかとならなかったときは、石綿等の使用の有無を分析により調査することが規定されている。

なお、石綿等の使用の有無を分析により調査するとは、石綿等がその重量の0.1%を超えて含有するか否かについて分析を行うものである。

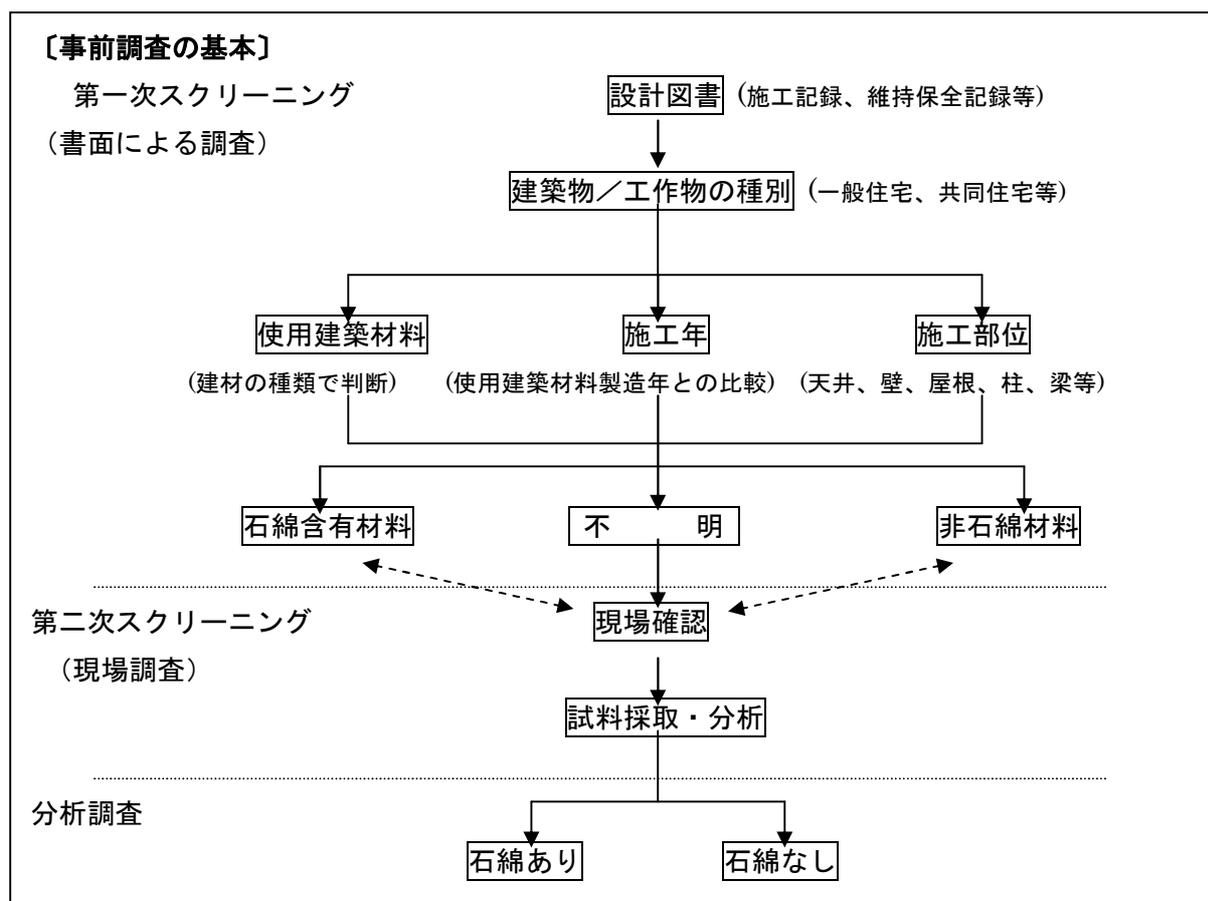
建築物等の解体等の作業については、石綿粉じんの発じん性等を考慮して、表1.1に示す3つのレベルに分類し、そのレベルにおける作業内容に応じた適切な対策を講ずる必要がある。

また、石綿とは、繊維状を呈しているアクチノライト、アモサイト、アンソフィライト、クリソタイル、クロシドライト及びトレモライトをいう。（平成18年8月11日付け基発第0811002号）

表 1.1 レベル分類

レベル分類	レベル1	レベル2	レベル3
対応石綿含有材	<p>【石綿含有吹付け材】</p> <p>①吹付け石綿 ②石綿含有吹付けロックウール(乾式) ③湿式石綿吹付け材 (石綿含有吹付けロックウール(湿式)) ④石綿含有吹付けパーミキュライト ⑤石綿含有吹付けパーライト</p>	<p>【石綿含有耐火被覆材】</p> <p>①耐火被覆板 ②けい酸カルシウム板第二種</p> <p>【石綿含有断熱材】</p> <p>①屋根用折版裏石綿断熱材 ②煙突用石綿断熱材</p> <p>【石綿含有保温材】</p> <p>①石綿保温材 ②けいそう土保温材 ③パーライト保温材 ④石綿含有けい酸カルシウム保温材 ⑤不定形保温材 (水練り保温材)</p>	<p>【その他石綿含有成形板】</p> <p>①石綿スレート ②けい酸カルシウム板第一種 ③住宅屋根用化粧スレート ④押出成形セメント板 ⑤窯業系サイディング ⑥パルプセメント板 ⑦スラグせっこう板 ⑧フロー材 ⑨ロックウール吸音天井板 ⑩石膏板(ボード) ⑪石綿円筒 ⑫ビニル床タイル ⑬その他石綿含有成形板</p>
発じん性	著しく高い	高い	比較的低い
具体的な使用箇所の例	<p>①建築基準法の耐火建築物(3階建以上の鉄骨構造の建築物、床面積の合計が200㎡以上の鉄骨構造の建築物等)などの鉄骨、はり、柱等に、石綿とセメントの合剤を吹付けて所定の被膜を形成させ、耐火被膜用として使われている。昭和38年頃から昭和50年初頭までの建築物に多い。特に柱、エレベーター周りでは、昭和63年頃まで、石綿含有吹付け材が使用されている場合がある。</p> <p>②ビルの機械室、ボイラ室等の天井、壁またはビル以外の建築物(体育館、講堂、温泉の建物、工場、学校等)の天井、壁に、石綿とセメントの合剤を吹付けて所定の被膜を形成させ、吸音、結露防止(断熱用)として使われている。昭和31年頃から昭和50年初頭までの建築物の多い。</p>	<p>①ボイラ本体およびその配管、空調ダクト等の保温材として、石綿保温材、石綿含有けい酸カルシウム保温材等を張り付けている。</p> <p>②建築物の柱、はり、壁等に耐火被覆材として、石綿耐火被覆板、石綿含有けい酸カルシウム板第二種を張り付けている。</p> <p>③断熱材として、屋根用折版裏断熱材、煙突用断熱材を使用している。</p>	<p>①建築物の天井、壁、床等に石綿含有成形板、ビニル床タイル等を張り付けている。</p> <p>②屋根材として石綿スレート等を用いている。</p>

表 1.1 に分類されている石綿含有建材の事前調査には、設計図書等による第一次スクリーニングと現場調査による第二次スクリーニング、分析調査があり、次の手順で事前調査を行う。なお、事前調査の実施者は、石綿作業主任者、特別教育修了者等石綿に関する一定の知識を有している者が行うことが望ましい。



1.1 第一次スクリーニングの方法

第一次スクリーニングは、前述の「事前調査の基本」に示す手順で行うが、使用建築材料には、各種あり、それらの施工部位も異なるので、レベル1の吹付け材、レベル2の耐火被覆材、断熱材、保温材、レベル3のその他成形板についての石綿有無の第一次スクリーニング方法を以下に示す。

なお、各作業レベルの第一次スクリーニングの際に目安として、石綿含有製品の製造期間を示している場合があるが、施工期間における石綿の有無は、この製造期間と物流期間の関係を勘案して判断すべきである。

1.1.2 吹付け材

吹付け材は、鉄骨の耐火被覆、吸音・結露防止等の目的で使用される。

石綿含有吹付け材には、吹付け石綿、石綿含有吹付けロックウール(乾式)、湿式石綿含有吹付け材(石綿含有吹付けロックウール(湿式))、石綿含有吹付けパーミキュライト、石綿含有吹付けパーライトがある。石綿含有の有無の設計図書等による判定は、下記に示す施工時期、施工部位、商品名をもとに総合的に判断する。判断できない場合は、第二次スクリーニングを行うこと。

a) 施工時期

吹付け石綿、石綿含有吹付けロックウール(乾式：建設省通則指定)、湿式石綿含有吹付け材(石綿含有吹付けロックウール(湿式)：建設省個別指定)の使用期間の目安を図1.1に示すが、図1.1中の備考欄を留意すること。

なお、石綿含有吹付けパーミキュライト、石綿含有吹付けパーライトについては、製造時期等が不明であり、意図的に石綿を使用している可能性があることに留意する。

b) 施工部位

吹付け材の施工部位は、天井、壁、鉄骨、柱、梁等であるので、設計図書等を参照する際は、これらの施工部位にどのような素材(吹付けか否か)を使用しているか確認する。

c) 石綿含有吹付け材の商品名

表1.2～表1.6に示す商品名には石綿が含まれているので、設計図書等により確認することになるが、各表下の注に留意すること。

種 類	石綿含有率等	使用 期 間 / 判 定							備 考 (注意事項)
		1955年 (昭和30)	1965 (S40)	1970 (S45)	1975 (S50)	1980 (S55)	1985 (S60)	1990年 (平成2)	
吹付け 石綿	吸音・結露防 止用 (石綿：約 70%)								*1) 1974年(昭和49年)以前に施工中止されているものもある。
	耐火被覆用 (石綿:約 60%)								
石綿含有吹付け ロックウール (建設省 通則指定)	石綿：5～ 30%								*2) 1975(昭和50)年以前に施工中止されているものもある。
	石綿：5%以下								
湿式石綿含有 吹付け材 (建設省 個別指定)	石綿：5%以下								*4) 建設省(当時)が企業に対して、個別指定をしたものであり、1988(昭和63)年以前に施工中止されているものもあるし、それ以降に、意図的に石綿を添加して施工されたものがある可能性がある。

図 1.1 石綿含有吹付け材の石綿含有率，使用されていたおおむねの期間及び判定

表 1.2 吹付け石綿商品名

1) ブロベスト	6) コーベックスA
2) オパベスト	7) ヘイワレックス
3) サーモテックスA	8) スターレックス
4) トムレックス	9) ベリーコート
5) リンペット	10) 防湿モルベルト

注) 上記商品は、1974年（昭和49年）以前に施工中止されており、石綿含有率は60～70重量%である。

なお、上記4) トムレックスは吹付けを意味することで使用する場合がありますので、1975年（昭和50年）以降の設計図書等に、この商品名がある場合は、後述の第二次スクリーニング以降の調査により、石綿含有の有無の確認が必要である。

表 1.3 石綿含有吹付けロックウール(乾式)商品名（建設省通則指定）

1) スプレーテックス	9) スプレーコート
2) スプレース	10) スターレックスR (1982(昭和57)年7月耐火構造としての大蔵省指定取り消し)
3) スプレークラフトS, H	11) バルカロック
4) サーモテックス	12) ヘーワレックス
5) ニッカウール (1987(昭和62)年12月耐火構造としての大蔵省指定取り消し)	13) オパベストR
6) ブロベストR	14) ベリーコートR
7) 浅野ダイアロック (1975(昭和50)年10月耐火構造としての大蔵省指定取り消し)	15) タイカレックス
8) コーベックス(R)	

注1) 上記商品は、1980(昭和55)年以前に施工中止されており、石綿含有率は5重量%以下である。ただし、上記1) スプレーテックス(カラー用)は1987(昭和62)年まで石綿が使用していたので、注意を要する。

注2) 上記商品は、無石綿となっても、商品名を変えずに販売されている場合があり、特に施工時期が1980(昭和55)年以降の場合は、注意が必要である。

表 1.4 湿式石綿含有吹付け材商品名（建設省個別認定）

1) トムウェット	5) A T M-120
2) バルカーウェット	6) サンウエット
3) ブロベストウェット	7) スプレーウエット
4) （アサノ）スプレーコートウェット	8) 吹付けロックンライト

注 1) 上記商品は、1988(昭和 63)年以前に施工中止されており、石綿含有率は5重量%以下であるが、他にも商品化されている可能性がある。

ただし、上記 4)（アサノ）スプレーコートウェットは、1989 年（平成元年）まで石綿が使用されていたので注意を要する。

注 2) 上記商品は、無石綿となっても、商品名を変えずに販売されている場合があり、特に施工時期が 1980(昭和 55)年以降の場合は、注意が必要である。

表 1.5 石綿含有吹付けパーミキュライトの商品名

1)パーミライト	2)ミクライトAP	3)ウォールコートM折版用
4)ゾノライト吸音プラスター	5) モノコート	6) パーミックスAP

注) 他にも商品化されている可能性がある。また、作業現場で、石綿を混入する場合がありますので注意を要する。

表 1.6 石綿含有吹付けパーライトの商品名

1)アロック	2)ダンコートF3
--------	-----------

注) 他にも商品化されている可能性がある。また、作業現場で、石綿を混入する場合がありますので注意を要する。

1.1.2 耐火被覆板、断熱材

耐火被覆板、断熱材の石綿有無の第一次スクリーニング方法は以下のとおり。

a) 耐火被覆板

耐火被覆板は、化粧目的に鉄骨の耐火被覆等のため、吹付け材の代わりに、使用されているため、施工部位は明確のため、表 1.7 に示す商品名（製造期間を含む）がある場合は、石綿含有と判断する。表 1.7 以外の商品名が記載されている場合は、第二次スクリーニングを行うこと。

b) 断熱材

断熱材は断熱を目的に、施工部位も明確で、屋根折版用、煙突用として使用されている。表 1.7 に示す商品名（製造期間を含む）がある場合は、石綿含有と判断する。また、屋根折版用と煙突用の断熱材については、製造メーカーが明確であることから、1990 年以降に製造されたものは石綿が使用されていない。しかし、煙突用については、断熱材に石綿は含まれていないが、その基材の管（円筒）には石綿が含まれている可能性が高いので、断熱材に含まれていなくても、基材の石綿有無の分析を行い、石綿有りの場合はレベル 3 の措置をとること。

なお、これら以外については、第二次スクリーニングを行うこと。

表 1.7 耐火被覆材、断熱材

一般名	商品名	製造期間
〔耐火被覆板〕 石綿含有耐火被覆板	トムボード	～1973
	プロベストボード	～1973
	リフライト	～1973
	サーモボード	～1973
	コーベックスマット	～1978
〔耐火被覆板〕 石綿含有けい酸 カルシウム板第二種	キャスライト L, H	～1990
	ケイカライト・ケイカライト L	～1986
	ダイアスライト E	—
	カルシライト一号・二号	～1987
	ソニックライト一号・二号	～1987
	タイカライト一号・二号	～1986
	サーモボード L	～1987
	ヒシライト	～1999
	ダイオライト	—
	リフボード	—
ミュージライト	～1986	
耐火被覆塗り材	ひる石 plaster	—
屋根用折版裏石綿断熱材	フェルトン	～1982
	ブルーフェルト一般用	～1971
	ウォールコート M 折板用	～1989

一般名	商品名	製造期間
煙突用石綿断熱材	カポスタック	～1987
	ハイスタック	～1988

1.1.3 保温材

保温材は保温・断熱が主であり、工作物本体の保温・断熱及び配管経路での保温・断熱が施工部位となる。また、工作物関連は、定期メンテナンスにより、一部分メンテナンス時に、無石綿の保温材に変更している場合があるので、注意が必要である。保温材の石綿有無の第一次スクリーニング方法を以下に示す。

a) 成形保温材

成形保温材は、プラント、ボイラー、タービン本体及び配管の保温のために用いられており、表 1.8～表 1.9 に記載されているものに合致する場合は石綿含有と判定する。また、製造者から石綿を含有していないとの証明がある場合はなしと判定する。これら以外は第二次スクリーニングを行うこと。

b) 不定形保温材(水練り保温材)

不定形保温材は、前述 a) の成形保温材の隙間を埋めるために使用される補助的な保温材で、少なくとも 1988 年まで、石綿が使用されていたこと(含有率 1-25%)に留意して、上記 a) と併せて総合的に石綿の有無を判定すること。

表 1.8 石綿含有保温材

保温材の種類	石綿の種類	石綿使用時期	石綿含有率(%)
石綿保温材	クリソタイル, アモサイト	～昭和 55 年	90 以上
けいそう土保温材	アモサイト	～昭和 49 年	1～10
パーライト保温材	アモサイト	～昭和 55 年	1～5
けい酸カルシウム保温材	クリソタイル, アモサイト	～昭和 55 年	1～25
不定形保温材(水練り保温材) ^{注1)}	クリソタイル, アモサイト, トレモライト ^{注2)}	～昭和 63 年	1～25

注 1) 配管等の保温では、最終仕上げで、バルブ、フランジ、エルボ等の部分に不定形保温材を使用するが、この不定形保温材に少なくとも 1988 年(昭和 63 年)頃まで、石綿が含有している場合がある。

注 2) トレモライトを使用している可能性がある。

表 1.9 石綿含有保温材の商品名

一般名称	製品名	製造時期と含有量			備考	石綿種類
		製造開始年月	製造終了年月	含有量(重量比%)		
けい酸カルシウム保温材	シリカ(カバー・ボード#650 シリカ)	S27	S53	4~5%	S54以降、無石綿化にて製造	茶
	シリカ(カバー・ボード#1000 シリカ)	S40	S53	6%	S54以降、無石綿化にて製造	白
	ダイライト(カバー・ボード)	S51/11	S54/2	7~10%	S54/2~S55/2在庫出荷	茶
	インビライト(カバー・ボード)	S52/6	S54	7%	S54~S55/2在庫出荷	茶
	エックスライト(ボード)	S40/4	S54/2	10%	S54/2~S55/2在庫出荷	茶、白
	ベストライト(カバー)	S35/5	S54	4.6%	S54~S55/2在庫出荷	茶
	ベストライト(ボード)	S40/4	S54	10%	S54~S55/2在庫出荷	茶、白
	ダイヤライト	S35	S53	3%	筒型成形の配管保温材 S54~H6 無石綿化にて製造	茶
	ダイヤライトL					
	シカライト	S15	S55	1~25%		茶
スーパーテップボード	S38	S54	5~10%	S54無石綿化、現在も製造・販売継続	茶	
石綿保温材	スポンジボード スポンジカバー	S47	S53	不明	設備機器、設備配管用保温材	茶、白
	カボサイト	S35	S54	80~100%	S55以降販売中止	茶
けいそう土保温材	珪藻土保温材1号	S39	S49	1~10%		茶
パーライト保温材	三井パーライト保温材	S40	S49/9	1.17%	筒型成形の配管保温材 H12製造終了	茶

1.1.4 成形板その他

成形板その他のうち、石綿含有成形板に関しては、労働安全衛生法第55条に基づく製造等の禁止が2004年(平成16年)10月1日からであり、また、石綿代替化材料と同時並行的に販売されている場合もあるので、平成16年10月より前に製造された窯業系建築材料には石綿が含有されている可能性が高いと判断すべきであるが、その目安として、表1.10(吹付け材、耐火被覆材、断熱材は除く)に示す。なお、詳細な調査が必要な場合は、(社)日本作業環境測定協会発行「建築物解体等に係わるアスベスト飛散防止対策マニュアル2007」や国土交通省/経済産業省の石綿(アスベスト)含有建材データベース (<http://www.asbestos-database.jp/>)等を参考にされたい。

表 1.10 建築物における考えられる施工部位と主な石綿含有建築材料の例

施工部位	主な石綿含有建材	製造期間	代替品開始年
内装材(壁、天井)	スレートボード	1931~2004	1988
	けい酸カルシウム板第一種	1960~1998	1984
	パルプセメント板	1954(1958)~ 2004(2003)	1987
	スラグせっこう板	1973(1979)~ 2004(2003)	1993
	押出成形セメント板	1970~2004	2000
	石綿含有ワケール吸音天井板	~1987	—
	石綿含有石膏板(ボード)	~1986	—
	けい酸カルシウム板第一種	1960~1998	1984
耐火間仕切り	ビニル床タイル	(1952)~ 1987(1986)	—

施工部位	主な石綿含有建材	製造期間	代替品開始年
床材	押出成形セメント板	1970～2004	2000
	フロア材	～1990	—
	窯業系サイディング	1967～2004	1973
外装材(外壁、軒天)	パルプセメント板	1954 (1958)～ 2004 (2003)	1987
	スラグせっこう板	1973 (1979)～ 2004 (2003)	1993
	押出成形セメント板	1970～2004	2000
	スレート波板	1918～2004	—
	スレートボード	1931～2004	1988
屋根材	けい酸カルシウム板第一種	1960～1998	1984
	住宅屋根用化粧スレート	1961 (1974)～ 2004	—
煙突材	石綿セメント円筒	～2004	—

注 1) 石綿含有ロックウール吸音天井板は石綿含有率は5%未満であるが、比重が0.5未満のため、解体/改修にあたっては、石綿粉じんの飛散に留意すること。また、製造者によっては、この製造期間以前に石綿を含まない製品もあるので確認すること。

注 2) 製造会社により製造期間が異なる。() 内は、国交省データベースの値。

1.2 第二次スクリーニングの方法

第一次スクリーニングで調査を行った結果、石綿の有無が不明な場合、第二スクリーニングとして現場調査（分析のための試料採取も含む）を行うことになる。

ただし、吹付け材以外の材料に関しては、石綿が含有しているとみなして必要な対策を行う場合は、第二次スクリーニングを行う必要はない。

1.2.1 現場調査での留意事項

現場調査においては、次の点に留意する。なお、第一次スクリーニングの記録と同様な施工（吹付け、成形板等）が行われているかの確認も必要である。

(1) 作業レベル1の吹付け材の特徴

- ・吹付け石綿は、石綿の含有率が約60%以上と高いため、現場経験をつむことにより、容易に現場の判別が可能である。
- ・吹付けロックウールとの識別

吹付け石綿、石綿含有吹付けロックウールとの類似材料に石綿をまったく含まない吹付けロックウールがある。

ロックウールは、ガラス質であるため、手で揉みほぐすと折れて粉々になり、綿状のものは残らないが、石綿などの天然鉱物繊維は結晶質のため、手で揉みほぐしただけでは折れなく、綿状のままである。

この性質を利用すると、石綿をまったく含まない吹付けロックウール

との識別はある程度可能であるが、もし、石綿が含まれていた場合は、石綿の飛散が考えられるので、この方法を行う場合は、注意が必要である。また、当該吹付け材に綿状のものが残った場合は、即石綿と判定することはできないので、分析調査が必要である。

- ・湿式石綿含有吹付け材(石綿含有吹付けロックウール(湿式))は風圧、衝撃にも耐えられるような仕様となっているため、エレベーター周りで用いられることが多い。

石綿含有吹付けロックウール(乾式)に比べて、かなりの強度があり、針等で容易に貫通しない。また、この代替品として石綿の代わりにセピオライト(繊維状けい酸マグネシウム)などが使用されている場合があるので、留意する必要がある。

- ・バーミキュライト吹付けか否かの判断としては、黄金色がひとつの目安となるが、石綿の有無については分析調査が必要である。

(2) 作業レベル2の耐火被覆材、断熱材、保温材の特徴

- ・「耐火被覆材」は板状で、鉄骨作りの柱、梁に使用されているが、表面化粧があり、石綿が含有していない材料の密度(0.5g/cm³程度以下)も同程度であるため、現場の判別ができないので、原則として分析調査を行う。なお、石綿が含有していないものは、ガラス長繊維等を使用している。

- ・「断熱材」には、屋根折版用石綿断熱材(クリソタイル)と煙突用石綿断熱材(アモサイト)がある。

屋根折版用はフェルト状であり、石綿の含有率が80%以上と高いが、代替品もガラス長繊維を使用しているため、見た目での判別できないため、原則として分析調査を行う。

また、煙突用は円形状であり、石綿の含有率が80%以上と高いが、代替品もガラス長繊維を使用しているため、見た目での判別できないため、原則として分析調査を行う。

なお、ガラス長繊維は針状(直径9μm程度)であるので、ごくわずかな試料を現場で採取し、現場において簡易な顕微鏡観察で判別できる。

- ・「保温材」(アモサイト、クロシドライト)は、機器本体及び配管等の形状により、板状、半円筒状を使用することになるが、通常、保温材の表面に化粧用として鋼板を巻いているので、見た目では、判別できない。仮に鋼板を剥いだ場合でも、代替品と形状が似ていること及び保温材そのものに石綿が含まれていなくとも、保温材と保温材の隙間に不定形保温材(水練り保温材:アモサイト、クロシドライトが主であるが、トレモライトを使用している可能性がある)を使用する場合、ここに石綿が含まれているおそれがあるため、原則として分析調査を行

う。

なお、代替品として、ロックウール保温材、グラスウール保温材があり、また、けい酸カルシウム保温材の場合はガラス繊維、パルプとなっている。

(3) レベル3の成形板の特徴

- ・「成形板」に関しては、各種あり、表面化粧している場合もあり、かつ製造時期も最近までであったので、現場での判別ができないため、原則として分析調査を行う。なお、平成元年から平成7年までは石綿含有率が5重量%を超えて、平成7年から平成16年に生産された石綿含有建材には、一枚一枚の建材の裏側に石綿（asbestos）を含有している意味で「a」マーク表示がされているので、確認すること。

1.2.2 試料採取

現場での調査でも、石綿の有無が確定できない場合は、分析調査を行うために、現場での試料採取を行うが、試料を採取する場合は次の点に注意する。

(1) 試料採取にあつたての共通注意事項

- ・試料採取にあつては、石綿含有の可能性があるので、必ず呼吸用保護具を着用し、可能であれば湿潤化して採取すること。
- ・密封した容器には、試料番号、採取年月日、採取建物名、施工年、採取場所、採取部位、採取したものの形状（板状 不定形状等）を記入すること。
- ・採取部位を補修する場合は、アスベストが含まない材料を使用し、また、接着剤を使用する場合は、ホルムアルデヒド、VOC（揮発性有機化合物）が含まれているものは避けること。

(2) 吹付け材の試料採取の注意事項

- ・試料は、 又は  の採取位置の例に従い、原則として、該当吹付け材施工部位の3箇所以上から一箇所当たり10cm³程度の試料をそれぞれ採取して密閉容器に入れ、それらの試料を一纏めにして収納すること。
- ・該当吹付け材施工部位からは、必ず貫通して試料の採取を行うこと。
- ・施工年によっては、アスベスト入りの吹付け材とアスベストを含まない吹付け材が混在している可能性があるため、施工階単位で試料を採取すること。また、一フロアの施工面積が3000m²以上の場合は600m²ごとに試料を採取して密閉容器に入れ、それらの試料を一纏めにして収納すること。

(3) 保温材の試料採取の注意事項

- ・保温材については、1.1.3 に述べたように、成形保温材と不定形保温材があり、不定形保温材は成形保温材に比べて、石綿含有の期間が長いため、試料採取にあたっては、成形保温材と成形保温材のつなぎ目を貫通して試料を採取すること。
- ・施工部位の3箇所以上から一箇所当たり100cm²程度の試料をそれぞれ採取して密閉容器に入れ、それらの試料を一纏めにして収納すること。

(4) 成形板の試料採取の注意事項

- ・施工部位の3箇所以上から一箇所当たり100cm²程度の試料をそれぞれ採取して密閉容器に入れ、それらの試料を一纏めにして収納すること。

1.3 事前調査記録の記載事項

事前調査記録の記載事項例を表 1.11 に示す。

表 1.11 事前調査記録の記載事項例

- ① 調査年月日
- ② 調査者名(所属、氏名)
- ③ 調査対象物件
 - ア 建築物、工作物等の種別
 - 建築物：一般住宅、共同住宅、校舎、病院、ビル、工場等建屋
 - 工作物：化学プラント、ボイラー、タービン、焼却施設など
 - ：船 舶：機関室、居住区など
 - イ 建築物、工作物等の施工年(竣工年)
 - ウ 建築物/工作物等の規模
 - 記載可能であれば規模を記載する。例として何階建、おおよその施工面積数等である。
 - エ 改修、補修の有無
 - わかる範囲で記載する。
 - オ 建築物、工作物の所在地
- ④ 調査対象物件の調査方法
 - どのような方法で調査したかを記載する。
 - ア 設計図書、施工記録、維持保全記録
 - イ 現場調査
 - ウ 分析調査
- ⑤ 調査結果
 - ア 施工階、施工部位別
 - イ 使用材料の種別による石綿有無の結果
 - 吹付け材、保温材、断熱材、耐火被覆材、成形板
 - ウ 石綿有無の判断根拠
 - 設計図書等の記録による、現場調査による、分析結果によるなど
- ⑥ 添付資料
 - 設計図書等の記録を除く石綿有無の判断根拠資料
 - 例：メーカーの証明書、現場調査結果報告書、分析結果報告書

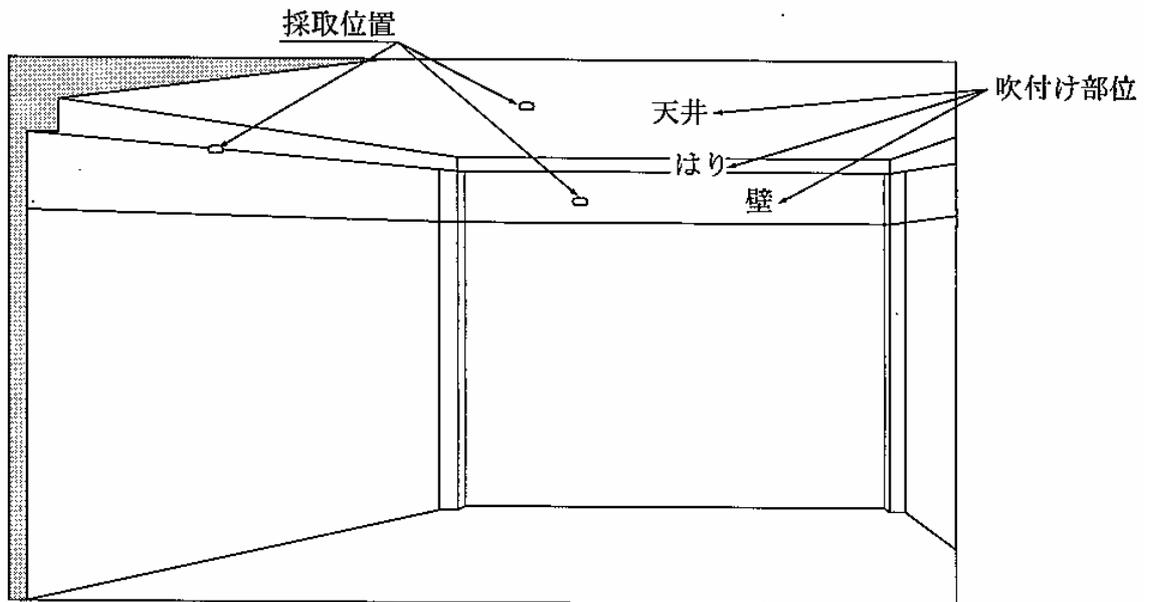


図 1.2 天井、壁における採取位置の例

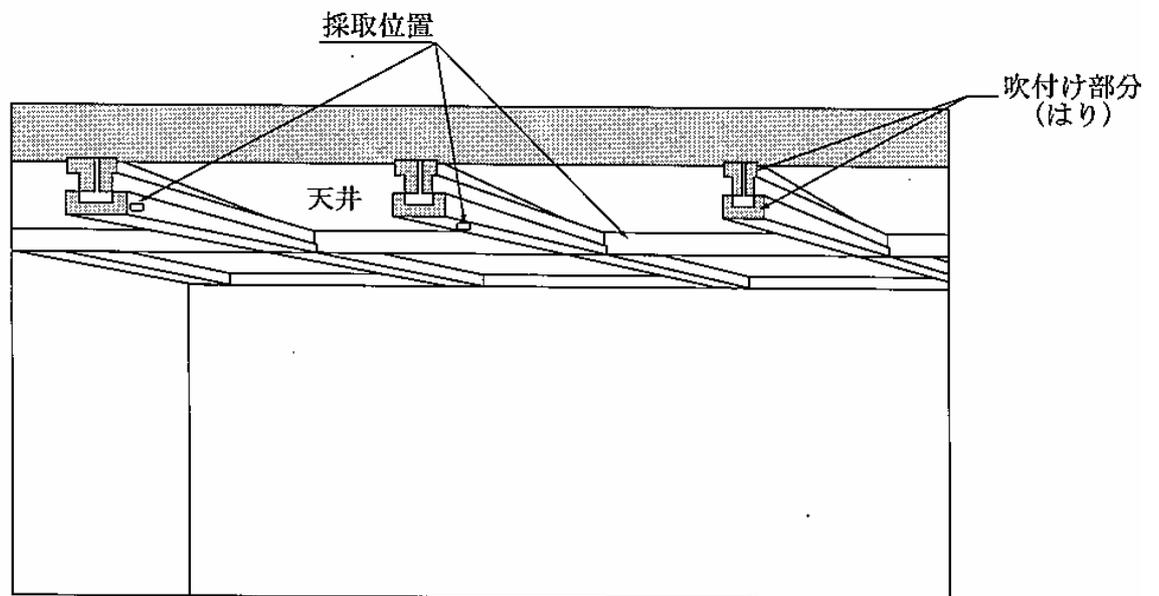


図 1.3 耐火被覆された鉄骨における採取位置の例

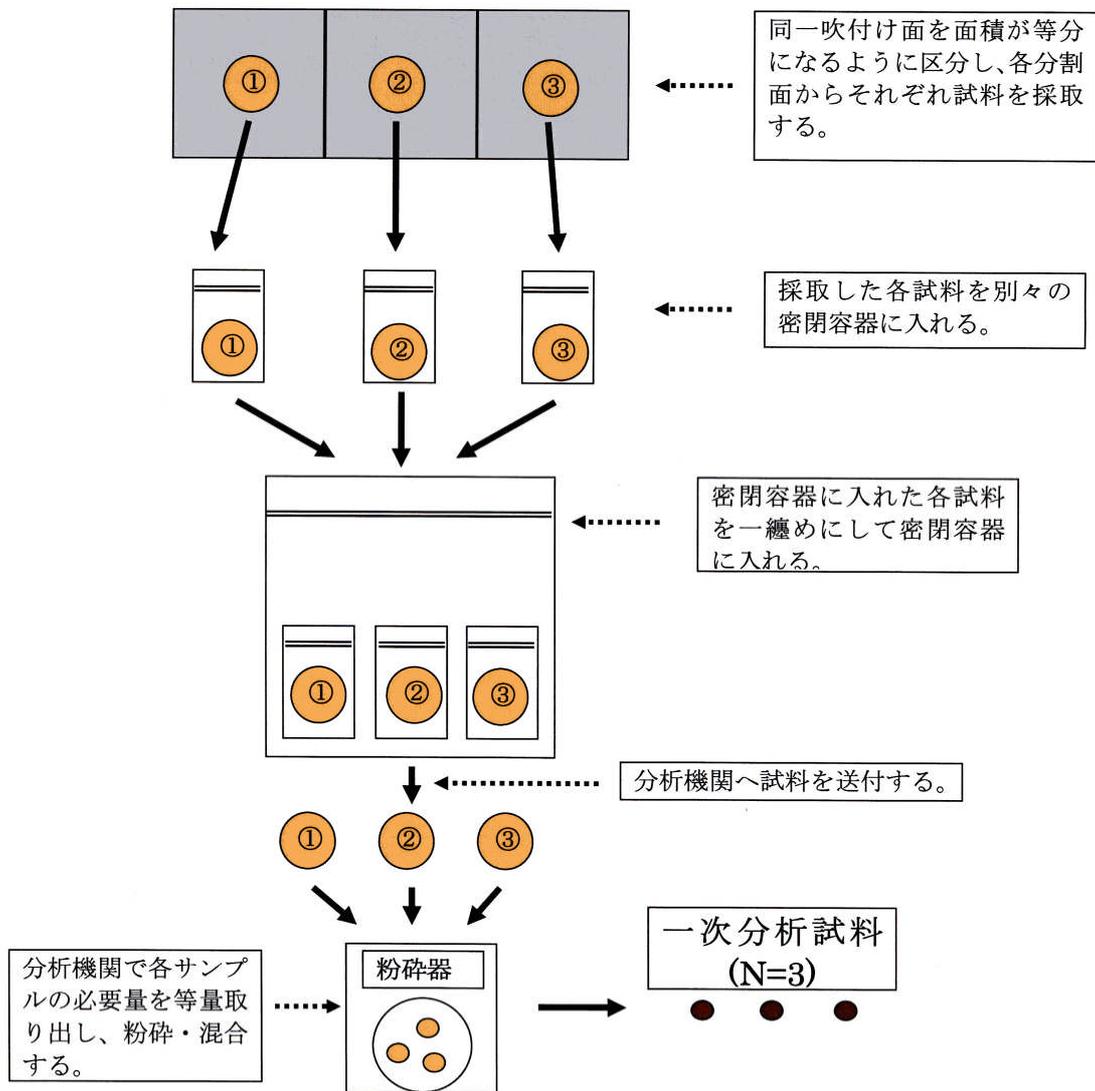


図 1.4 吹付け材の試料採取から分析までの試料取り扱いの概念

2. 建築物の解体・改修作業に係る石綿分析方法

2.1 我が国で規定されてきた石綿含有率の測定手法

我が国で現在までに規定されてきた石綿含有率の測定手法には、

- ①「ベビーパウダーに用いられるタルク中のアスベスト試験法」
(昭和 62 年 11 月 6 日付け薬審 2 第 1589 号の別紙)
- ②「建築物の耐火等吹付け材の石綿含有率の判定方法について」
(平成 8 年 3 月 29 日付け基発第 188 号 労働省通達)
- ③「蛇紋岩系左官用モルタル混和材による石綿ばく露の防止について」
(平成 16 年 7 月 2 日付け基発第 0702003 号 厚生労働省通達)
- ④「建材中の石綿含有率の分析方法について」
(平成 17 年 6 月 22 日付け基安化発第 0622001 号 厚生労働省通達)
- ⑤「建材製品中のアスベスト含有率測定方法」
(JIS A 1481、平成 18 年 3 月 25 日に制定)
- ⑥「天然鉱物中の石綿含有率の分析方法について」
(平成 18 年 8 月 28 日付け基安化発第 0828001 号 厚生労働省通達)

があるが、これらのうち、平成 18 年 8 月 21 日に②及び④が廃止され、石綿障害予防規則 第 3 条 第 2 項に基づく石綿含有の有無及び含有率の測定法は JIS A 1481 に従って実施することになった。

2.2 石綿の定義

石綿含有の有無及び含有率の測定を実施するためには分析対象の石綿の定義を明確に定めておく必要がある。

ILO の石綿の使用における安全に関する条約(第 162 号、1986 年)では、「『石綿』とは、蛇紋石族の造岩鉱物に属する繊維状のけい酸塩鉱物、すなわち、クリソタイル(白石綿)及び角閃石族の造岩鉱物に属する繊維状のけい酸塩鉱物、すなわち、アクチノライト、アモサイト(茶石綿又はカミングトン・グリュネル閃石)、アンソフィライト、クロシドライト(青石綿)、トレモライト又はこれらの一若しくは二以上を含有する混合物をいう」とされている。

平成 17 年 2 月 24 日に制定された石綿障害予防規則(平成 17 年 7 月 1 日施行)の施行通達(平成 17 年 3 月 18 日付け基発 0318003 号)では、「石綿の種類には、アクチノライト、アモサイト(茶石綿)、アンソフィライト、クリソタイル(白石綿)、クロシドライト(青石綿)及びトレモライトがあること」とされていた。

平成 18 年 8 月 11 日付け基発第 0811002 号「労働安全衛生法施行令の一部を改正する政令及び石綿障害予防規則等の一部を改正する省令の施行等について」では、「『石綿』とは、繊維状を呈しているアクチノライト、アモサイト、アンソフィライト、クリソタイル、クロシドライト及びトレモライト(以下「ク

リソタイル等」という。)をいうこと」とされ、定義がより明確となった。

また、労働安全衛生法施行令及び石綿障害予防規則の一部が改正され、平成18年9月1日から、これら法令に基づく規制の対象となる物の石綿の含有率(重量比)が1%から0.1%に改められた。このため、天然鉱物中に不純物として石綿をその重量0.1%を超えて含有するものについても規制対象となった。

JIS A 1481 では、これらの定義に基づき、アスベスト(石綿)を「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)及び角閃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、アクチノライト及びアンソフィライトで、アスペクト比(長さ/幅)3以上のもの。石綿(せきめん)ともいう」と定義している。

なお、アクチノライトはやや鉄成分の多いトレモライトのことをいい、通常のX線回折分析では区別がつかない。分析電子顕微鏡などではじめて識別できるが、両者を識別しないときは一般にトレモライトと表現されることが多い。

2.3 建材製品中の石綿含有率測定方法の概要

石綿含有建材等の石綿含有率測定は図2の手順に従って実施する。

分析対象の建材等から適切な量の試料を採取し、当該建材の形状や共存物質によって研削、粉碎、加熱等の処理を行った後、分析用試料(一次分析試料)を調整する。

次に、分析用試料に石綿が含有しているか否かについて、X線回折分析法による定性分析及び位相差顕微鏡を使用して分散染色分析法による定性分析を実施し、判定基準に基づいて石綿含有の有無を判定する。石綿含有と判定された試料はぎ酸で処理して定量分析用の試料(二次分析試料)を調整し、基底標準吸収補正法によるX線回折分析法により定量分析を行い、石綿含有量を求め、石綿含有率を算出する。

ぎ酸処理で残渣率が大きい試料は一次分析試料又は二次分析試料から三次分析試料を調製し、改めて基底標準吸収補正法によるX線回折分析法により定量分析を行い、石綿含有量を求め、石綿含有率を算出する。

なお、分析用試料に石綿が含有しているか否かについてのX線回折分析法による定性分析の結果、バーミキュライトの回折ピークが認められる吹付け材の石綿含有率測定方法については、「3. 天然鉱物中の石綿含有率の分析について」の「3.4.3.3 バーミキュライト中の石綿含有率の分析方法」に準じて実施する。

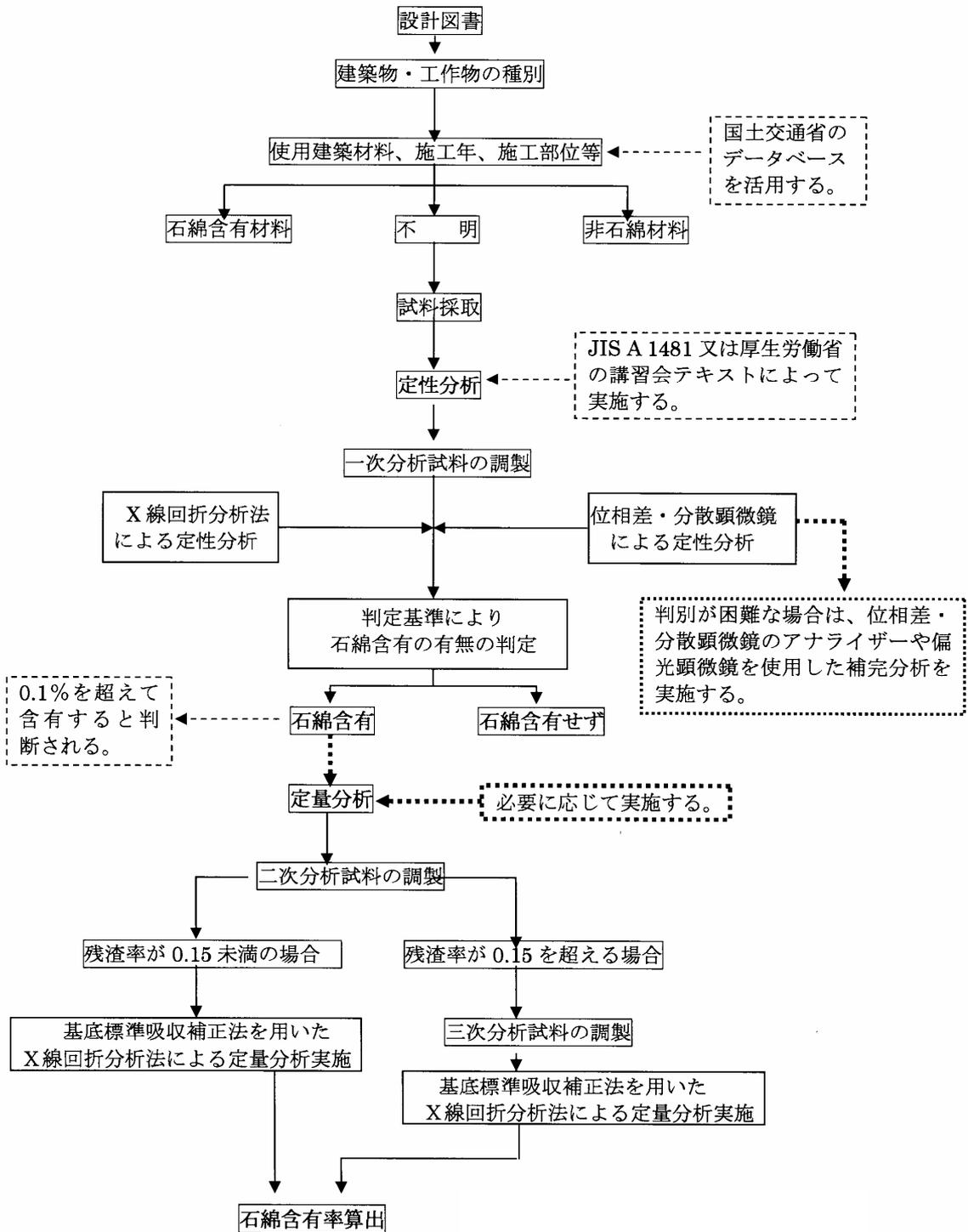


図2. 事前調査から分析までの手順

2.4 石綿含有率測定手順

(1) 試料の採取

- ① 現場での試料採取は、1.2.2に従って粉じんの飛散に留意して実施する。
- ② 採取した試料は、識別のために、必要な項目を記録する。
 - － 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
 - － 試料の概要（形状又は材質：板、吹付け、床タイル等、
試料の大きさ：おおよその試料量）、採取方法及び採取年月日

(2) 一次分析用試料の調整

① 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砕器に入れて粉じんの飛散に留意しながら十分に粉砕した後、目開き 425～500 μm の篩い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砕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一次分析用試料とする。

成形された建材試料の場合は、カッターナイフやボードサンダー等で側面を削りとった試料を粉砕器に入れ、十分に粉砕した後、目開き 425～500 μm の篩い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砕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一次分析用試料とする。

粉砕器としては乳鉢（磁性乳鉢、瑪瑙乳鉢、アルミナ乳鉢など）、ウイレー粉砕器、超遠心カッター、振動ミル、ボールミルなどを使用し、粉砕の程度と粉砕時間は石綿の繊維形態に影響を与えるとともに、建材の一部のものは細くなりすぎるものもあるので過剰粉砕にならないように、短時間粉砕で篩い分け回数を多く繰り返すこと。

② 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±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、試料を粉砕器に入れ、(2)①に従って粉砕・調整し、一次分析用試料とし、減量率：rを算出する。

また、灰化には低温灰化装置を用いて有機成分を灰化してもよい。

$$r = \frac{\text{加熱処理後の分析試料量}}{\text{加熱処理前の試料量}}$$

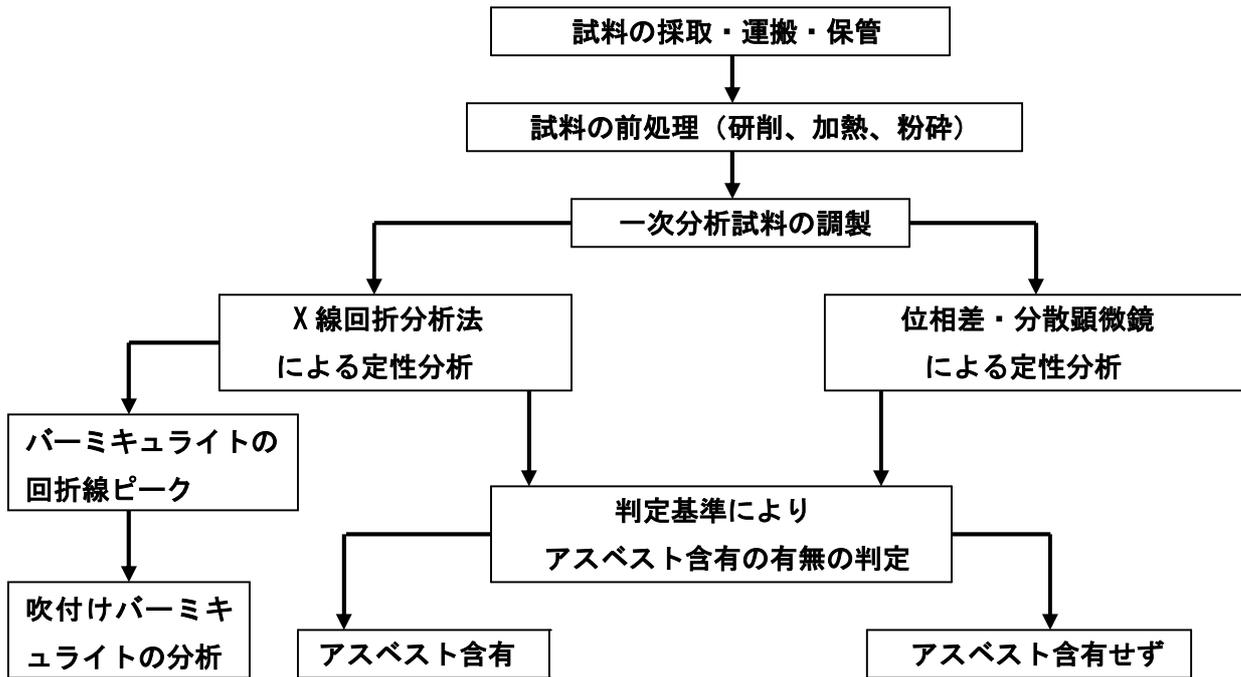


図3. 建材製品中の石綿含有に係る定性分析手順

(3) 定性分析方法

① X線回折分析法による定性分析

一次分析用試料を一定量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、X線回折分析装置にセットし、表2に示す定性分析条件で測定し、得られたX線回折パターンの回折線ピークに分析対象の6種類の石綿の回折線ピークが認められるか否かを確認するとともに、共存する石綿以外の結晶性物質の種類を確認・把握し、その結果を定量分析用の二次分析試料および三次分析試料の調製に活用すること。

図4から図8に標準石綿のX線回折パターンを、図9及び図10にパーミキュライト標準試料 クリソタイル0.8%含有とトレモライト0.5%含有のX線回折パターンを示しておく。

【参考：定性分析の基本的な解析手順】

〈 Search Manual によるカード検索方法〉

- ① 回折パターンから主な回折線の回折角度 (2θ) を読み取る。
- ② $2\theta - d$ 対照表を使用して各回折線に対する格子面間隔 d (Å) を求める。
- ③ 回折線の強度比を求める。
- ④ 3強線を選び、既知物質データ集の Hanawalt 索引を使って調べる。
石綿含有建材等の場合は、一種類の物質では説明できない回折線が存在するため、上記の作業を繰り返し、すべての回折線の帰属が説明できるように、混在している物質を特定する。

〈検索用データベースによる方法〉

コンピュータ制御の検索システムでは計算対象の回折線の数や評価精度、構成元素情報など詳細な条件設定の指定が可能で、処理時間も大幅に改善されている。検索用データベースは、1936年 J・D・Hanawalt により、化合物の回折線の面間隔と強度を測定したデータベースが作成され、ASTM (American Standard for testing Materials) からカード形式で刊行された。その後、1969年に ASTM から独立した JCPDS (Jointo Committee Diffraction Standard) に引き継がれ、現在は ICDD (International Centre for Diffraction Data) データベースにいたっている。

表5～表17に石綿及び関連鉱物の ICDDX 線回折線データファイルの抜粋を示しておく。

表2. 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
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
フルスケール (cps)	1 000～2 000
時定数 (sec)	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 (2θ) ($^{\circ}$)	5～70

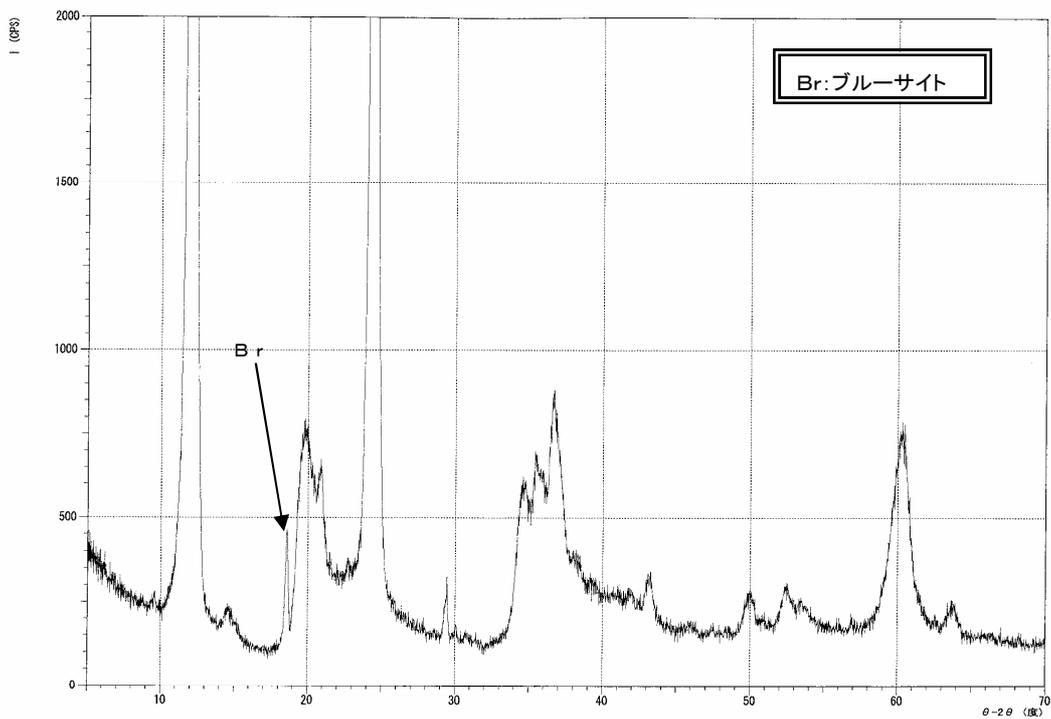


図4. クリソタイル JAW131 の X 線回折パターン

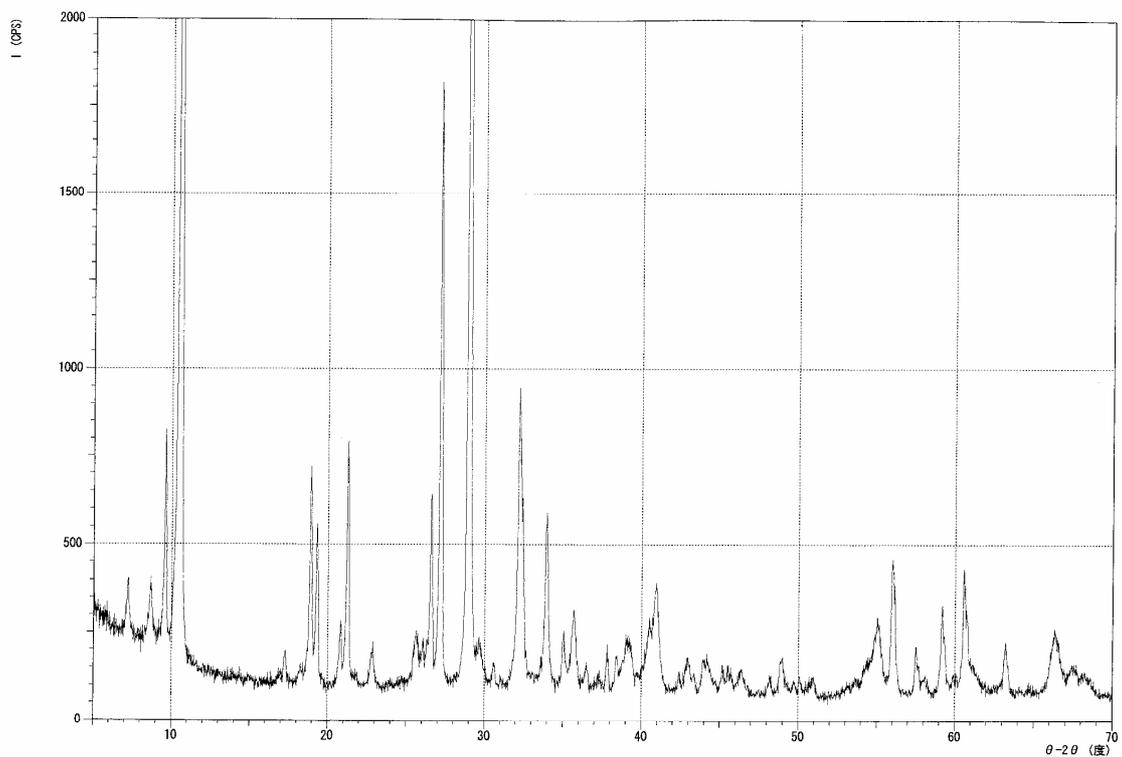


図5. アモサイト JAW231 の X 線回折パターン

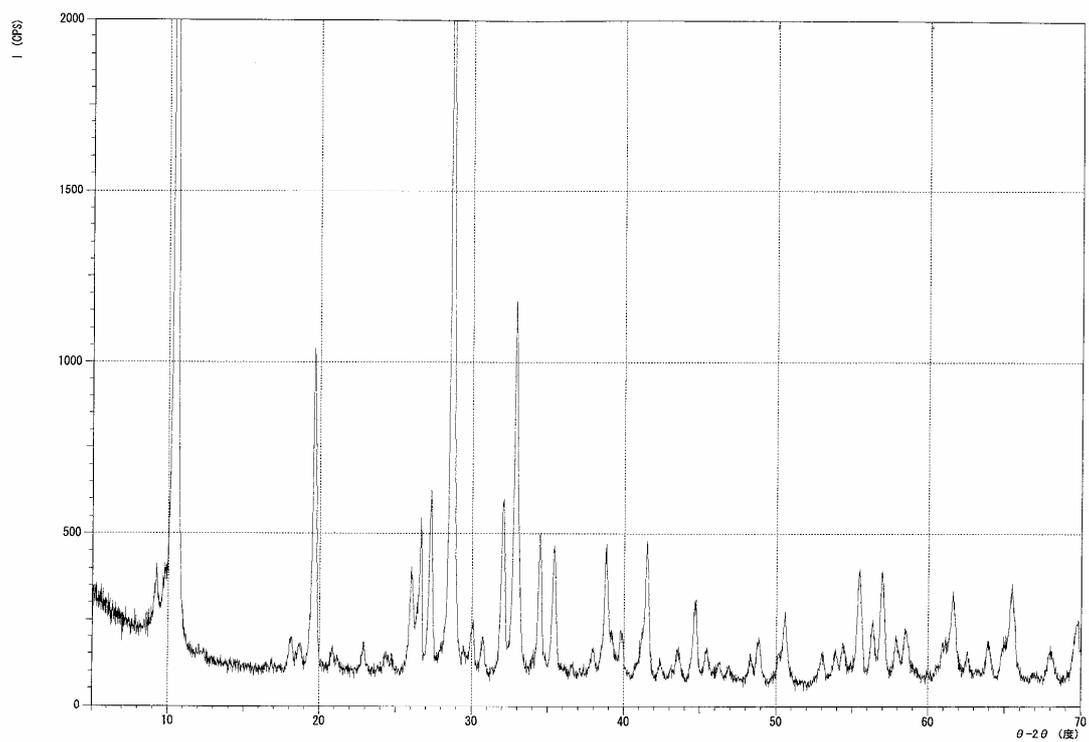


図6. クロシドライト JAWE331 のX線回折パターン

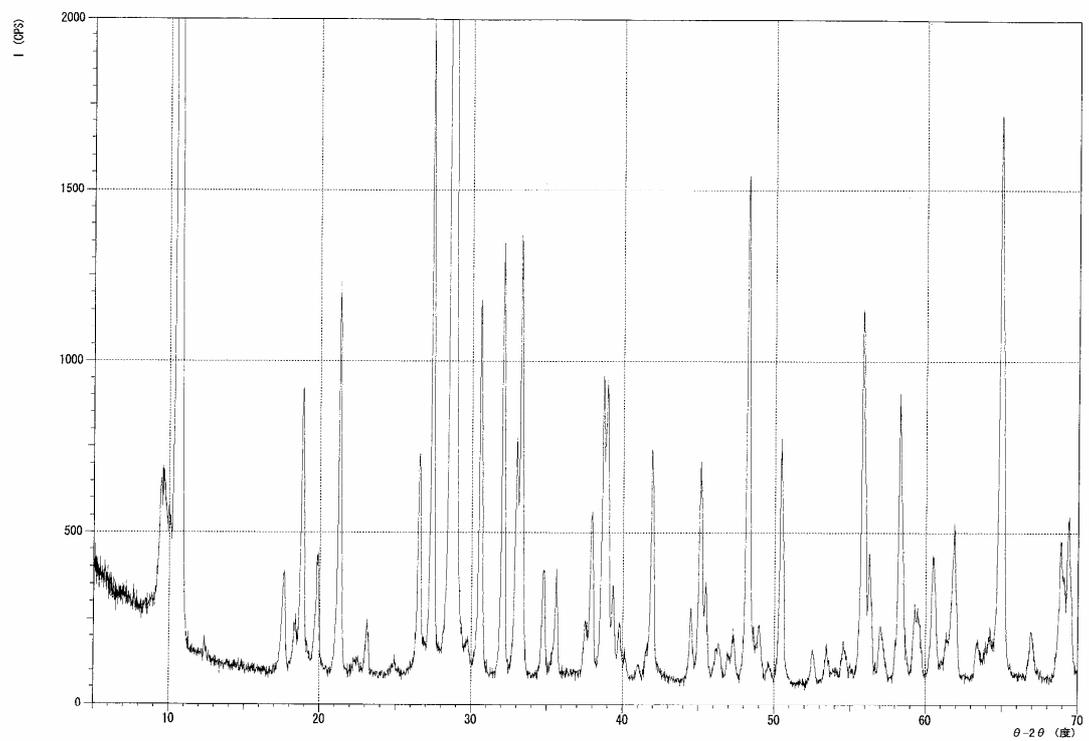


図7. トレモライト/アクチノライト JAWE431 のX線回折パターン

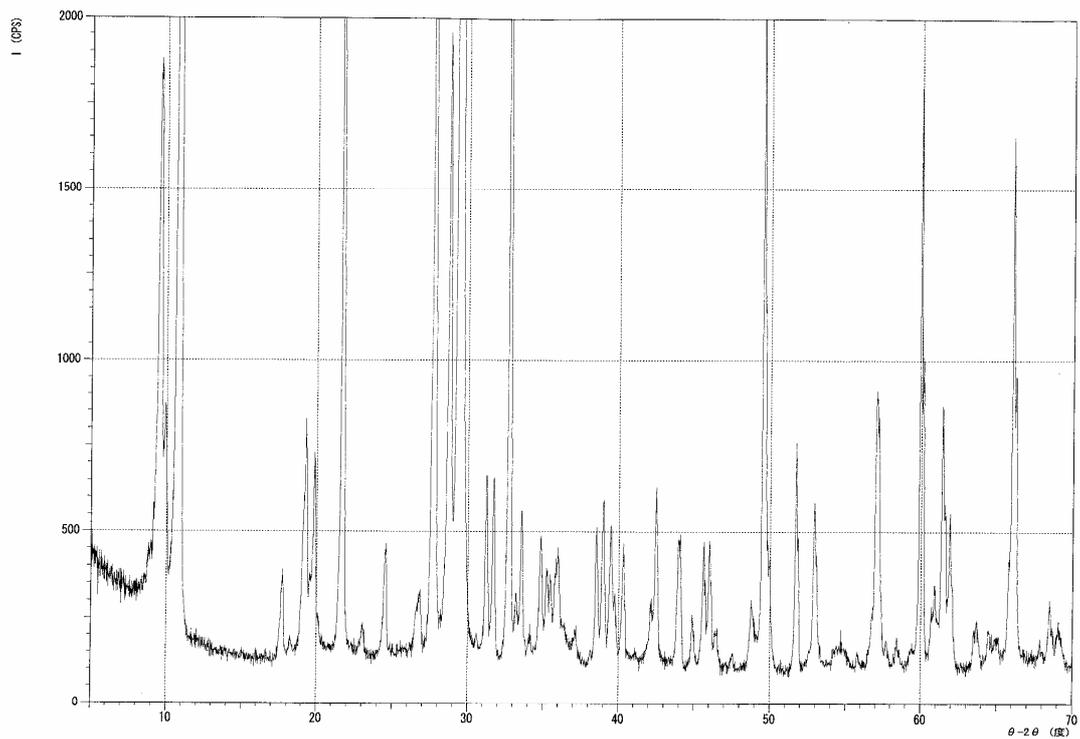
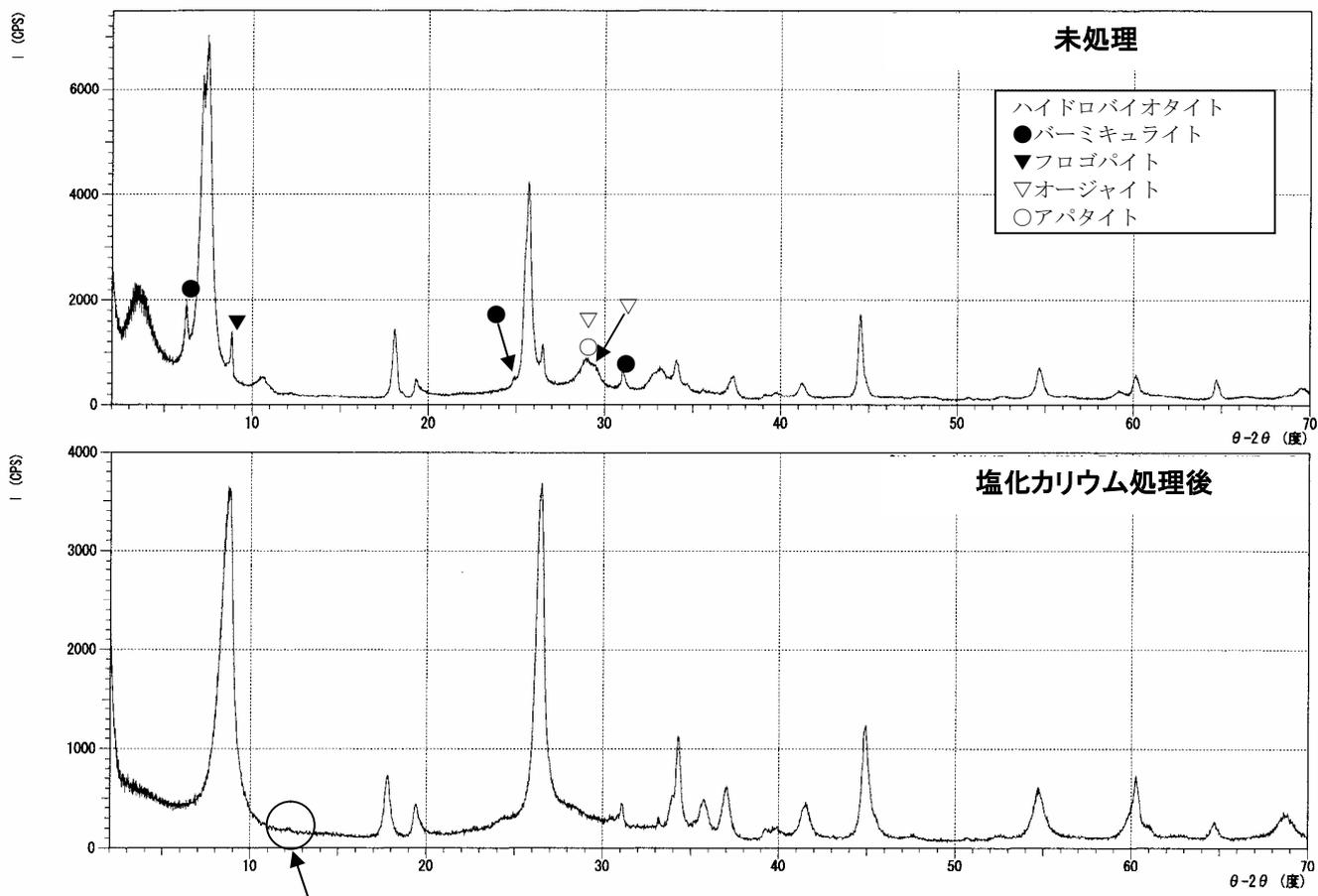


図8. アンソフィライト JAW531 のX線回折パターン



拡大したX線回折パターン

(管電圧 : 40kV 管電流 : 40mA 走査速度 : 1/8° /min)

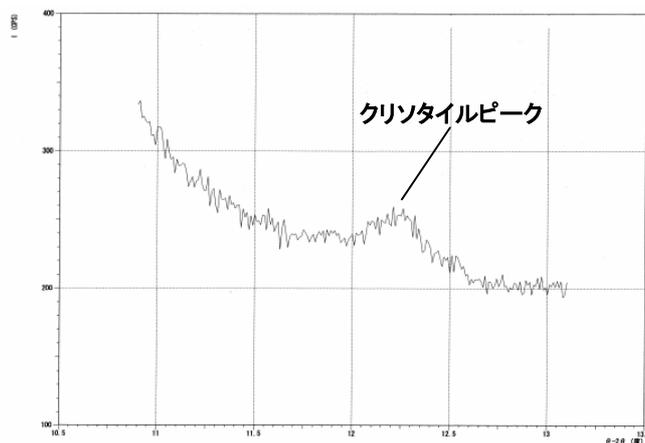
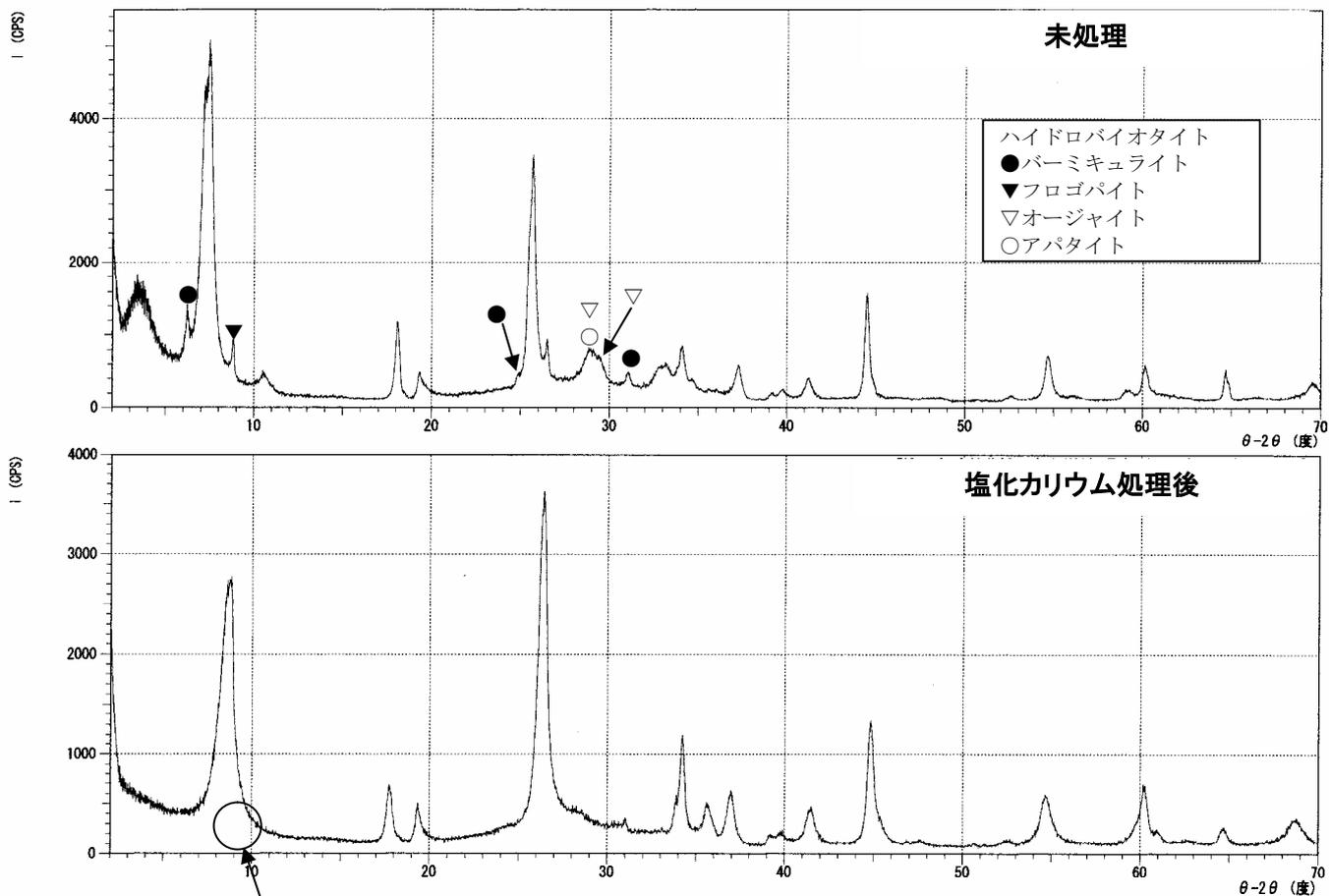


図9. パーミキュライト標準試料(クリソタイル 0.8%含有)のX線回折パターン
 (管電圧 : 40kV 管電流 : 40mA 走査速度 : 1° /min)



拡大したX線回折パターン

(管電圧 : 40kV 管電流 : 40mA 走査速度 : 1/8° /min)

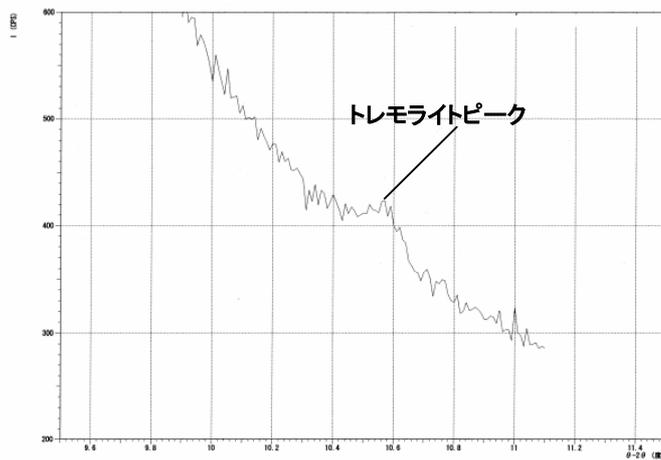


図10. バーミキュライト標準試料(トレモライト0.5%含有)のX線回折パターン
(管電圧 : 40kV 管電流 : 40mA 走査速度 : 1° /min)

② 位相差顕微鏡を使用した分散染色分析法による定性分析

〈標本の作製方法〉

容量 50ml の共栓試験管に一次分析用試料 10～20mg と無じん水 40ml を入れ、激しく振とうした後、容量 50ml のコニカルビーカーに移し、回転子をいれ、マグネチックスターラーで攪拌しながら清拭したスライドガラス上に載せた円形のガイド内にそれぞれマイクロピペッターで 10～20 μ l 滴下し、円形のガイドを載せたまま 100 \pm 10 $^{\circ}$ C に設定したホットプレート上で乾燥し、乾燥後、円形のガイドをはずす。同様の操作を繰り返し、一分析試料に付き、石綿の種類及び選択した浸液の種類に応じた標本数を作製する。

【X 線回折分析法による定性分析の結果、

石綿の回折線ピークが認められた場合】

X 線回折分析法による定性分析結果に基づき、屈折率 $n_D^{25^{\circ}\text{C}}=1.550$ 、1.618、1.620、1.626 又は 1.628、1.680、1.690 の 6 種類の浸液から当該石綿に該当する浸液を選び、一種類の浸液に対して 3 枚の標本に当該浸液をそれぞれ 3～4 滴滴下し、その上に清拭したカバーガラスを載せて標本とし、試料No.、浸液の屈折率をそれぞれ記載しておく。

浸液の選択に当たっては、次の表に示す屈折率 $n_D^{25^{\circ}\text{C}}=1.605$ 、1.640、1.700 の浸液を併用し、分散色の変化を確認しておくことが重要である。

【X 線回折分析法による定性分析の結果、

石綿の回折線ピークが認められなかった場合】

試料採取時の記録及び X 線回折分析法による定性分析結果から入手した石綿以外の結晶性物質の種類に関するデータに基づき、屈折率 $n_D^{25^{\circ}\text{C}}=1.550$ 、1.618、1.620、1.626 又は 1.628、1.680、1.690 の 6 種類の浸液から、使用の可能性のある石綿に相当する浸液を選択する。

【参考】

分析対象試料に関して、設計図書や試料採取時の記録、国土交通省の建材製品等のデータ、X 線回折分析法による定性分析の結果のいずれからも情報が得られない場合には、一次分析試料をそのまま使用して、予め、屈折率 $n_D^{25^{\circ}\text{C}}=1.550$ 、1.618、1.620、1.626 又は 1.628、1.680、1.690 の浸液に対して分散色を示す粒子（アスペクト比 3 以上の粒子及びそれ以外の粒子を含めた粒子）の存在を確認し、その中で分散色を示す粒子が認められた浸液を選択することが望ましい。

写真 1. 標本作製用
円形ガイドの例

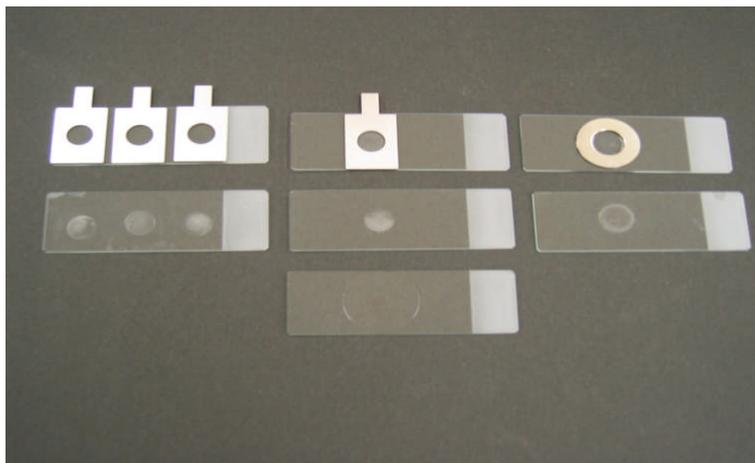


表 3. 石綿の分散色の確認に使用する浸液の屈折率と鋭敏分散色

アスベストの種類	屈折率 $n_D^{25^\circ\text{C}}$	分散色
クリソタイル	1.550 (鋭敏色)	赤紫(一部青)
アモサイト	1.680 (鋭敏色)	桃
	1.700	青
クロシドライト	1.680	橙～赤褐
	1.690 (鋭敏色)	桃
	1.700	青
トレモライト	1.605	ゴールドンイエロー
	1.620 (鋭敏色)	赤紫
	1.640	青
アクチノライト	1.626 又は 1.628 (鋭敏色)	赤紫～桃
	1.630	桃～薄青
アンソフィライト	1.605	ゴールドンイエロー
	1.618 (鋭敏色)	赤紫
	1.640	青

※1. この表に示した浸液の屈折率と分散色はカーギルオイルを 25℃で使用した場合のものであり、他のメーカーの浸液を使用には適用できない場合がある。

※2. 分散染色の色は浸液の温度変化の影響を受けるため、一般的には、25℃で観察できるよう顕微鏡用温度制御装置を利用するか、室温を 25℃に保つなどが簡便な方法である。

<位相差顕微鏡を使用した分散染色分析法による定性分析>

作製した標本を位相差・分散顕微鏡のステージに載せ、倍率 10 倍の分散対物レンズで粒子が均一に分散しているかを確認する※¹。均一性が確認された標本について、分散対物レンズの倍率を 40 倍に切り替え、接眼レンズの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粒子数と分散色を示したアスペクト比 3 以上の繊維数を計数し、その合計粒子数が 1000 粒子になるまでランダムに視野を移動して計数し、分散色を示し

た石綿の種類と繊維数を記録する^{※2}。アイピースグレーティクルの直径 100 μm の円の境界に掛かる粒子の取り扱い作業環境測定ガイドブックNo. 1 に準じる。

- ※1. この場合、粒子が多すぎたり、少なかったりした場合には一次分析試料の分取量やマイクロピペッターの分取量を調整して標本作製し直すこと。
- ※2. 計数に際しては、1000 粒子を計数した視野数を記録しておき、3 枚の標本が近似した視野数であるか否かを確認し、変動が大きい場合は 100~150 視野前後で 1000 粒子となるように標本作製し直すこと。
- ※3. 分散染色法でアスベストの種類を同定する場合には、予め標準アスベスト繊維を使用して屈折率の異なる浸液の分散色を確認し、浸液の屈折率と当該アスベストの分散色の関係をグラフ化（分散曲線を作成）しておくか、写真でシリーズ化しておくことが重要であり、鋭敏分散色のみで判断すると誤った判断をする場合があるので注意が必要である。
- ※4. ISO（国際標準化機構）では、バルク材料中のアスベスト分析法を検討中で、第1部（ISO/DIS22262-1）では市販されているバルク材料中のアスベストのサンプリングと定性分析、第2部（ISO/CD 22262-2）では試料の前処理方法、偏光顕微鏡ポイントカウンティング法、電子顕微鏡（SEM、TEM）を用いた繊維測定による質量の計算方法等が提案されている。さらに、第3部でX線回折分析方法が追加される予定である。

③ 石綿含有の有無の判定方法

- ア. X線回折分析法による定性分析の結果、一次分析用試料に6種類のうち1種類以上の石綿の回折線ピークが認められ、かつ、位相差顕微鏡を使用した分散染色分析法による定性分析の結果、当該石綿に対応する浸液の3つの標本で計数した合計3000粒子中に石綿繊維が4繊維以上認められた場合は「石綿含有試料」と判定する。
- イ. X線回折分析法による定性分析の結果、一次分析用試料に6種類すべてに該当する石綿の回折線ピークが認められなかったが、位相差顕微鏡を使用した分散染色分析法による定性分析の結果、選択した浸液の内、1種類でも当該浸液の3つの標本で計数した合計3000粒子中に石綿繊維が4繊維以上認められた場合は「石綿含有試料」と判定する。
- ウ. X線回折分析法による定性分析の結果、一次分析用試料に6種類のうち1種類以上の石綿の回折線ピークが認められたが、位相差顕微鏡を使用した分散染色分析法による定性分析の結果、当該石綿に対応する浸液の3つの標本で計数した合計3000粒子中、石綿繊維が4繊維未満であった

場合は、2.4 (3) ②の位相差顕微鏡を使用した分散染色法により、浸液の屈折率を変えて再度定性分析を行う^{*}。

再分析の結果、石綿繊維が認められない場合は「石綿含有せず」と判定する。

※1. X線回折分析法による定性分析の結果クリソタイルのピークが認められた場合には、1.566 でアンチゴライト、1.552 でリザルタイトを確認する。

※2. 石綿以外の天然の鉱物繊維の屈折率は繊維状石膏（ギプサム）が1.52～1.53、セピオライトが1.49～1.53、ウォラストナイトが1.62～1.66、アタパルジャイトが1.50～1.56、ハロサイトが1.53～1.54、モルデナイト（ゼオライト）が1.47～1.49等があり、人造鉱物繊維の屈折率はグラスウール、ガラス長繊維が1.56以下、ロックウール、スラグウールが1.56以上であり、これらの屈折率に対応した浸液を使用して分散色を確認することができる。

エ. X線回折分析法による定性分析の結果、一次分析用試料に6種類すべてに該当する石綿の回折線ピークが認められず、かつ、位相差顕微鏡を使用した分散染色分析法による定性分析の結果、選択した浸液のそれぞれ3つの標本で計数した合計3000粒子中石綿繊維が4繊維未満の場合は「石綿含有せず」と判定する。

(4) X線回折分析法による定量分析

(3)の③で石綿含有が認められた試料について、基底標準吸収補正法によるX線回折分析法により定量分析を行い、石綿含有量を求め、石綿含有率を算出する。

定性分析の回折線ピークから、分析対象の石綿含有率が5%以上であることが予想される場合には、以下の処理を行わず、基底標準吸収補正法（標準添加法、内標準法）により定量分析を行う。

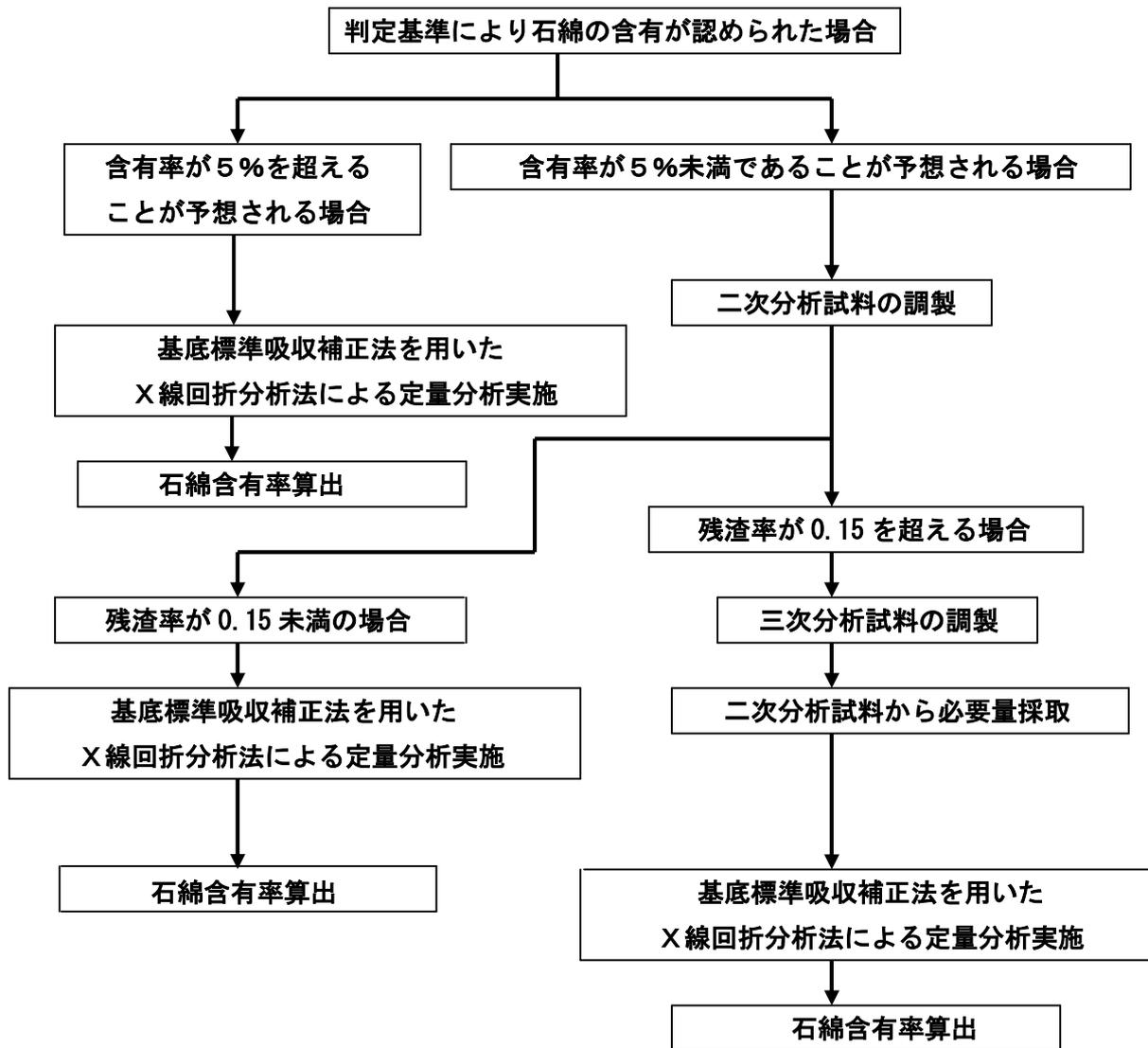


図 1 1. 建材製品中の石綿含有率定量分析手順

① 定量分析用二次分析試料の調製

定量分析に使用する直径 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)の質量および基底標準板の X 線回折強度を計測しておく。

(2) で調整した一次分析用試料を 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、無じん水を 40ml 加えて、超音波洗浄器で 1 分間分散した後、 $30^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ に設定した恒温槽内に入れ、30 秒攪拌、1 分 30 秒静置の操作を 6 回繰り返してから、フィルタを装着した直径 25mm の

ガラスフィルタベース付の吸引ろ過装で吸引ろ過を行い、無じん水にて数回洗浄する。ろ過後の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の質量 (M_2 : 二次分析試料の秤量値) を求め、二次分析試料とする。二次分析試料の調製に当たっては、1 試料当り 3 つの二次分析試料を作製する。

なお、二次分析試料の調製で、残渣率 (M_2 / M_1) が 0.15 を超えた場合には三次分析試料を作製する。

② 三次分析試料の調製

三次分析試料の調製は (4) ① で作製した二次分析試料から 5 ~ 10mg を分取して無じん水中に分散後、基底標準板の X 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 : 三次分析試料の秤量値) を求め、三次分析試料とする。

なお、三次分析試料として一次分析試料を 2.4 (2) ② に規定する加熱条件によって減量した後にぎ酸処理により作製した二次分析試料を用いてもよい。

③ 検量線の作製

検量線は、検量線 I 法又は検量線 II 法のいずれかにより作成する。

検量線 I 法は石綿含有率が 1 % を超えて含有する場合に、検量線 II 法は 1 % 未満の場合に使用することが望ましい。

【検量線 I 法】

検量線の作製に使用する直径 25mm のフィルタの質量および基底標準板の X 線回折強度を計測しておく。

分析対象の石綿標準試料を 0.1mg、0.5mg、1.0mg、3.0mg、5.0mg 精秤しコニカルビーカーに入れ、それぞれ 20% のぎ酸を 0.02ml、0.1ml、0.2ml、0.6ml、1.0ml、無じん水を 0.04ml、0.2ml、0.4ml、1.2ml、2.0ml 加えて超音波洗浄器で 1 分間分散した後、 $30^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ に設定した恒温槽内に入れ、30 秒攪拌、1 分 30 秒静置の操作を 6 回繰り返してから、フィルタを装着した直径 25mm のガラスフィルタベース付の吸引ろ過装で吸引ろ過を行い、無じん水にて数回洗浄する。ろ過後の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の質量を求め、検量線用試料とする。

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、基底標準板と分析対象の石綿の X 線回折強度を表 4 に示す分析条件で計測し、基底標準吸収補正法によって検量線を作成する。

【検量線 II 法】

検量線の作製に使用する直径 25mm のフィルタの質量および基底標準板の X 線回折強度を計測しておく。

分析対象の石綿標準試料 10mg を精秤して 500ml のビーカーに入れ、イソプロピルアルコール 100~150ml 中でよく攪拌した後、超音波洗浄器を用いて十分に分散させる。調製した石綿標準試料溶液を 1000ml のメスフラスコに移してイソプロピルアルコールを追加して 1000ml に定容し、母液とする。(母液 1ml あたり 0.01mg に相当する。)

次に、母液から 5ml、10ml、30ml、50ml 及び 100ml をそれぞれ 3 点ピペットで分取してコニカルビーカーに入れ、各溶液にそれぞれ 0.01ml、0.02ml、0.06ml、0.1ml 及び 0.2ml のぎ酸を加えて後、1 分間よく攪拌させる。30±1℃ に設定した恒温槽内に入れ、30 秒攪拌、1 分 30 秒静置の操作を 6 回繰り返してから、フィルタを装着した直径 25mm のガラスフィルタベース付の吸引ろ過装で吸引ろ過を行い、無じん水にて数回洗浄し、検量線試料とする。

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、基底標準板と分析対象の石綿の X 線回折強度を表 4 に示した分析条件で計測し、基底標準吸収補正法によって検量線を作成する。

表 4. 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		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 (sec)		1
走査速度 (° /min)	連続スキヤニング (° /min)	1/8~1/16
	ステップスキヤニング	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

④ 定量分析手順

(4) の①及び②で作製した二次分析試料又は三次分析試料を X 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定量分析条件で基底標準板と分析対象の石綿の X 線回折強度を計測し、基底標準吸収補正法によって (4) の③で作製した検量線から当該石綿の質量 (As) を算出し、次式により石綿含有率を求める。

【二次分析試料からの石綿含有率の算出】

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

【三次分析試料からの石綿含有率の算出】

$$C_i = \frac{A_s \times (M_2 / M_3)}{M_1} \times r \times 100$$

$$C = (C_1 + C_2 + C_3) / 3$$

ここに、 C_i : 1つの定量分析用試料の石綿含有率 (%)

A_s : 検量線から読み取った定量分析用試料中の石綿質量 (mg)

M_1 : 一次分析試料の秤量値 (mg)

M_2 : 二次分析試料の秤量値 (mg)

M_3 : 三次分析試料の秤量値 (mg)

r : 減量率。但し加熱処理をしない場合は $r=1$ とする。

C : 分析対象試料の石綿含有率 (%)

⑤ 検量線の検出下限及び定量下限

検量線用最小試料を X 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石綿の X 線回折強度を繰り返して 10 回計測し、積分 X 線強度の標準偏差 (σ) を求め次式により石綿含有率の検出下限と定量下限を算出する。

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

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

ここに、 a : 検量線の傾き

M_1 : 一次分析試料の秤量値 (100mg)

C_k : 石綿含有率の検出下限 (%)

C_t : 石綿含有率の定量下限 (%)

石綿 6 種類及び関連鉱物の X 線回折線データファイル (Cu-K α)

※総ての石綿データは Cu-K α による回折角度に換算したものである。

表 5. クリソタイルの X 線粉末回折線データ
(Clinochrysotile-2M) 43-0662

$2\theta (^{\circ})$	$d(\text{\AA})$	I/I_0
12.110	7.302	100
19.342	4.585	40
24.352	3.652	80
33.730	2.655	30
34.644	2.587	20
35.263	2.543	30
36.617	2.452	80
39.562	2.276	10
40.814	2.209	10
43.230	2.091	60
51.813	1.763	30
60.238	1.535	30

文献: Moody, J., Can. Mineral., 14, 462 (1976)

産地、試料: East Broughton, Quebec, Canada

表6. アモサイトのX線粉末回折線データ
(Grunerite) 44-1401

2θ(°)	d(Å)	I/I ₀	2θ(°)	d(Å)	I/I ₀
9.680	9.1367	15	44.060	2.0552	1
10.610	8.3378	100	44.320	2.0437	2
17.020	5.2094	4	45.320	2.0009	1
17.380	5.1023	<1	45.660	1.9868	2
18.360	4.8321	5	46.520	1.9521	4
19.020	4.6659	7	48.320	1.8835	2
19.420	4.5707	6	49.070	1.8564	2
21.370	4.1578	u	49.770	1.8319	1
21.620	4.1103	8u	50.730	1.7995	1
22.950	3.8750	9	51.030	1.7896	2
25.730	3.4623	11	52.890	1.7310	<1
26.100	3.4140	2	53.300	1.7186	1
27.270	3.2701	17	53.710	1.7065	2
29.090	3.0696	33	54.400	1.6865	3
29.760	3.0020	5	54.790	1.6754	3
30.680	2.9140	2	55.210	1.6636	8
32.400	2.7631	38	56.130	1.6358	6
33.690	2.6602	2	57.680	1.5981	8
34.040	2.6337	18	58.180	1.5856	3
35.180	2.5509	3	59.370	1.5566	4
35.800	2.5081	23	60.680	1.5261	4
37.340	2.4081	2	60.880	1.5216	u
37.930	2.3720	<1	61.230	1.5137	5u
38.580	2.3335	1	62.830	1.4789	<1u
38.910	2.3145	2	63.280	1.4695	4
39.220	2.2969	6	66.250	1.4107	2
40.600	2.2220	11	66.570	1.4046	5
41.040	2.1992	14	67.590	1.3859	4
43.060	2.1006	7	68.620	1.3676	3
43.570	2.0772	1			

文献: Davis, B., South Dakota School of Mines and Technology,
Rapid City, South Dakota, USA, ICDD Grant-in-Aid(1991)
産地、試料: Transvaal, South Africa

表7. クロソドライトのX線粉末回折線データ
(Riebeckite) 19-1061

$2\theta(^{\circ})$	$d(\text{\AA})$	I/I_0
9.798	9.020	4
10.523	8.400	100
18.126	4.890	10
19.668	4.510	16
22.902	3.880	10
24.299	3.660	10
26.033	3.420	12
27.249	3.270	14
28.586	3.120	55
30.001	2.976	10
31.924	2.801	18
32.827	2.726	40
34.439	2.602	14
35.293	2.541	12
38.713	2.324	12
39.116	2.301	4
39.709	2.268	10
41.166	2.191	4
41.463	2.176	16
43.494	2.079	6
44.576	2.031	8
45.305	2.000	4
48.157	1.888	4
48.761	1.866	6
50.523	1.805	6
55.330	1.659	10
56.214	1.635	6
56.896	1.617	8
57.834	1.593	10
58.234	1.583	8
58.518	1.576	6
60.897	1.520	4
61.389	1.509	4
61.615	1.504	4
65.236	1.429	6
69.463	1.352	4

文献:

産地、試料: Doubrutscha, Rumania.

表8. アンソフィライトのX線粉末回折線データ
(Anthophyllite) 09-0455

$2\theta(^{\circ})$	$d(\text{\AA})$	I/I_0
9.502	9.3	25
9.930	8.9	30
10.702	8.26	55
11.821	7.48	8
17.582	5.04	14
18.089	4.9	10
19.195	4.62	14
19.712	4.5	25
21.498	4.13	20
22.783	3.9	14
24.366	3.65	35
26.506	3.36	30
27.506	3.24	60
29.257	3.05	100
31.137	2.87	20
31.474	2.84	40
32.655	2.74	20
33.407	2.68	30
34.604	2.59	30
35.307	2.54	40
36.899	2.434	13
38.817	2.318	20
39.311	2.29	20
40.003	2.252	14
41.503	2.174	10
42.152	2.142	30
43.604	2.074	10
43.915	2.06	10
45.521	1.991	16
48.512	1.875	12
49.525	1.839	20
52.747	1.734	30
54.127	1.693	14
56.065	1.639	10
56.858	1.618	30
58.234	1.583	20

文献: Beatty, Am. Mineral., 35, 579 (1950)

産地、試料: Specimen from Georgia, USA.

表 9. トレモライトのX線粉末回折線データ
(Tremolite) 13-0437

$2\theta(^{\circ})$	$d(\text{\AA})$	I/I_0
9.841	8.98	16
10.548	8.38	100
17.477	5.07	16
18.201	4.87	10
18.626	4.76	20
19.668	4.51	20
21.136	4.2	35
22.962	3.87	16
26.378	3.376	40
27.266	3.268	75
28.577	3.121	100
29.474	3.028	10
30.399	2.938	40
31.878	2.805	45
32.778	2.73	16
33.089	2.705	90
34.576	2.592	30
35.466	2.529	40
37.328	2.407	8
37.767	2.38	30
38.524	2.335	30
38.765	2.321	40
39.169	2.298	12
39.618	2.273	16
40.874	2.206	6
41.364	2.181	6
41.724	2.163	35
44.323	2.042	18
44.949	2.015	45
45.257	2.002	16
46.208	1.963	6
47.071	1.929	6
48.049	1.892	50
48.817	1.864	16
50.255	1.814	16
52.357	1.746	6
54.37	1.686	10
55.695	1.649	40
56.065	1.639	10

文献: Stemple, Brindley, J. Am. Ceram. Soc., 43, 34 (1960)
産地、試料: Gotthard, Switzerland.

表 10. アクチノライトのX線粉末回折線データ
(Actinolite) 25-0157

$2\theta(^{\circ})$	$d(\text{\AA})$	I/I_0
9.69	9.12	60
10.436	8.47	70
17.271	5.13	40
18.052	4.91	70
18.547	4.78	10
19.537	4.54	60
19.891	4.46	10
20.984	4.23	30
22.83	3.892	60
26.181	3.401	80
27.08	3.29	50
28.373	3.143	70
30.178	2.959	70
31.669	2.823	30
32.606	2.744	40
32.914	2.719	100
33.875	2.644	60
34.91	2.568	30
35.264	2.543	100
35.817	2.505	10
36.618	2.452	20
37.057	2.424	20
37.571	2.392	20
38.37	2.344	50
38.609	2.33	30
38.992	2.308	40
39.347	2.288	50
40.605	2.22	50
41.166	2.191	30
41.563	2.171	50
41.805	2.159	20
42.214	2.139	20
44.118	2.051	60
44.785	2.022	60
45.114	2.008	30
46.009	1.971	30
46.661	1.945	30
47.914	1.897	30
48.595	1.872	50
49.183	1.851	30
50.077	1.82	10
50.255	1.814	10
52.26	1.749	30
53.648	1.707	20
54.266	1.689	60
54.687	1.677	40
55.585	1.652	70

文献: Dostal, Acta Univ. Carol., Geol., 3, 175 (1965)
産地、試料: Sobotin, Czechoslovakia.

表 1 1. バーミキュライトのX線粉末回折線データ
(Vermiculite-2M) 16-0613

$2\theta(^{\circ})$	$d(\text{\AA})$	I/I_0
6.224	14.2	100
12.397	7.14	15
18.641	4.76	10
19.423	4.57	60
20.135	4.41	10
20.416	4.35	10u
20.901	4.25	u
25.012	3.56	25
31.387	2.85	30
34.291	2.615	50
34.911	2.57	50
35.553	2.525	45
36.993	2.43	5
37.799	2.38	35u
38.048	2.365	u
39.797	2.265	5
41.025	2.2	5u
41.618	2.17	u
43.508	2.08	5b
44.406	2.04	10u
45.105	2.01	u
45.95	1.975	5
50.121	1.82	5u
51.02	1.79	u
53.09	1.725	10u
53.424	1.715	u
54.105	1.695	5
55.162	1.665	15
59.949	1.543	10
60.598	1.528	70
61.219	1.514	25
61.761	1.502	15

文献: Mukherjee, Clay Miner. Bull., 5, 194(1963)

産地、試料: Ajmer-Marwar, India

表 1 2. セピオライトのX線粉末回折線データ
(Sepiolite) 13-0595

$2\theta(^{\circ})$	$d(\text{\AA})$	I/I_0
7.300	12.100	100
11.837	7.470	10
13.144	6.730	6
17.688	5.010	8
19.712	4.500	25
20.590	4.310	40
22.094	4.020	8
23.707	3.750	30
25.208	3.530	12
26.426	3.370	30
27.857	3.200	35
29.257	3.050	12
30.462	2.932	4
31.646	2.825	8
32.279	2.771	4
33.266	2.691	20
34.236	2.617	30
34.659	2.586	2b
35.022	2.560	55
36.206	2.479	6
36.665	2.449	25
37.344	2.406	16
39.800	2.263	30
40.874	2.206	4
42.506	2.125	8
43.715	2.069	20
44.530	2.033	4
46.358	1.957	4
47.279	1.921	2
48.348	1.881	8
50.136	1.818	2
51.909	1.760	6
53.886	1.700	10
56.139	1.637	4
57.874	1.592	10
59.597	1.550	16
60.986	1.518	16
61.706	1.502	8
63.298	1.468	4

文献: Brindley, Am. Mineral., 44, 495(1959)

産地、試料: Little Cottonwood, Utah, USA

表 1 3. タルクのX線粉末回折線データ
(Talc-2M) 19-0770

$2\theta (^{\circ})$	$d(\text{\AA})$	I/I_0	$2\theta (^{\circ})$	$d(\text{\AA})$	I/I_0
9.451	9.35	100	40.624	2.219	6
18.988	4.67	8	40.835	2.208	6
19.322	4.59	45	41.225	2.188	2
19.45	4.56	25	41.704	2.164	<2
19.58	4.53	12	42.401	2.13	4b
20.494	4.33	6	42.951	2.104	4b
21.551	4.12	6	43.34	2.086	2
22.962	3.87	2	43.67	2.071	2
24.098	3.69	2	46.108	1.967	2
25.281	3.52	<2	47.279	1.921	2
28.586	3.12	40	48.65	1.87	4
33.889	2.643	6	52.846	1.731	10b
33.995	2.635	18	53.011	1.726	4b
34.101	2.627	8	53.411	1.714	4b
34.33	2.61	14	53.614	1.708	4b
34.507	2.597	20	54.162	1.692	4
34.617	2.589	14	54.44	1.684	6b
35.95	2.496	20	55.006	1.668	6b
36.206	2.479	30	55.512	1.654	2b
36.434	2.464	14	59.261	1.558	2
36.541	2.457	10	60.024	1.54	<2
38.1	2.36	2	60.501	1.529	55
38.489	2.337	2	60.72	1.524	12b
39.329	2.289	2	61.299	1.511	12
39.527	2.278	2	61.66	1.503	2b
39.763	2.265	2	66.174	1.411	4b
40.339	2.234	4	67.526	1.386	4b
40.471	2.227	6	68.083	1.376	2b
			69.113	1.358	2b

文献: Technisch Physische Dienst, Delft, The Netherlands

ICDD Grant-in-Aid, (1966)

産地、試料:

表 1 4. ブルーサイトのX線粉末回折線データ
(Brucite) 07-0239

$2\theta (^{\circ})$	$d(\text{\AA})$	I/I_0
18.586	4.77	90
32.839	2.725	6
38.016	2.365	100
50.854	1.794	55
58.64	1.573	35
62.073	1.494	18
68.253	1.373	16
68.823	1.363	2

文献: Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, 6, 30 (1956)

産地、試料: NBS調整

表 1 5. カルサイトのX線粉末回折線データ
(Calcite) 05-0586

$2\theta (^{\circ})$	$d(\text{\AA})$	I/I_0
23.021	3.86	12
29.404	3.035	100
31.416	2.845	3
35.964	2.495	14
39.399	2.285	18
43.143	2.095	18
47.121	1.927	5
47.487	1.913	17
48.51	1.875	17
56.551	1.626	4
57.398	1.604	8
58.071	1.587	2
60.674	1.525	5
60.983	1.518	4
61.341	1.51	3
63.056	1.473	2
64.674	1.44	5
65.594	1.422	3
69.226	1.356	1

文献: Swanson, Fuyat, Natl. Bur. Stand. (U.S.),

Circ. 539, II, 51 (1953)

産地、試料: Mallinckrodt Chemical Works.

表 16. ウォラストナイトのX線粉末回折線データ
(Wollastonite-1A) 27-1064

$2\theta(^{\circ})$	$d(\text{\AA})$	I/I_0
11.528	7.67	25
16.25	5.45	8
23.205	3.83	85
25.354	3.51	75
26.881	3.314	100
27.489	3.242	13
28.908	3.086	60
29.991	2.977	30
31.936	2.8	5
32.889	2.721	30
35.079	2.556	45
36.236	2.477	25
38.438	2.34	30
39.098	2.302	50
40.777	2.211	6
41.304	2.184	16
43.297	2.088	6
44.808	2.021	8
45.74	1.982	13
47.357	1.918	25
47.968	1.895	2
48.348	1.881	3
48.375	1.88	2
49.126	1.853	2
49.785	1.83	3
50.433	1.808	11
50.794	1.796	4
51.941	1.759	35
53.077	1.724	14
53.243	1.719	17
57.361	1.605	8
58.477	1.577	3
60.24	1.535	20
62.773	1.479	6
67.306	1.39	6
68.309	1.372	3
68.939	1.361	20
69.937	1.344	7

文献: Matsueda, H., Mineral. J., 7, 180 (1973)

産地、試料: Sampo mine, Chugoku Province, Japan.

表 17. 石英のX線粉末回折線データ
(Quartz) 46-1045

$2\theta(^{\circ})$	$d(\text{\AA})$	I/I_0
20.86	4.2549	16
26.64	3.3434	100
36.544	2.4568	9
39.465	2.2814	8
40.3	2.2361	4
42.45	2.1277	6
45.793	1.9798	4
50.139	1.8179	13
50.622	1.8017	<1
54.875	1.6717	4
55.325	1.6591	2
57.235	1.6082	<1
59.96	1.5415	9
64.036	1.4528	2
65.786	1.4184	<1
67.744	1.3821	6
68.144	1.3749	7
68.318	1.3718	5

文献: Kern, A., Eysel, W., Mineralogisch-Petrograph. Inst., U

Heidelberg, Germany, ICDD Grant-in-Aid, (1993)

産地、試料:

2.5 吹付けバーミキュライトの石綿含有率測定手順

吹付けバーミキュライト(テキストP9の表1.5)の石綿含有率測定は図12の手順に従って実施する。

(1) X線回折分析方法による定性分析

2.4(2)で調整した一次分析用試料を一定量試料ホルダーに、均一にかつ試料ホルダー面と一致するように充填し、X線回折分析装置にセットし、表2に示す定性分析条件で測定し、得られたX線回折パターンの回折線ピークに表11に示したバーミキュライトの回折線が認められるか否かを確認する。

バーミキュライトの回折線が認められた場合には、吹付けバーミキュライトを対象とした定性分析を行う。但し、回折線ピークにクリソタイル、トレモライト/アクチノライト以外の石綿回折線が認められた場合は、2.4の石綿含有率測定手順に従って分析すること。

(2) 吹付けバーミキュライトを対象とした定性分析方法

バーミキュライトの回折線が認められた一次分析用試料は、粉砕機で再度粉砕して、目開き75 μ m以下の篩下に調整する。

①塩化カリウム処理試料の調整

目開き75 μ m以下の篩下に調整した試料1.0gをビーカーに入れ、JIS K 8121に規定する1モルの塩化カリウム水溶液100m l中によく分散させる。

次いで、70~80 $^{\circ}$ Cの温度の中で1時間以上放置する。

放置後、遠心分離機で遠沈させ、蒸留水で十分洗浄して沈殿物を採取する。

この沈殿物を100 \pm 10 $^{\circ}$ Cの乾燥機内又はシリカゲルデシケータで十分乾燥する。

②吹付けバーミキュライト中のアスベスト有無の分析方法

①で得られた塩化カリウム処理試料を試料ホルダーに均一、かつ、試料ホルダー面と一致するように充てんする。

充てんした試料ホルダーを、表2に示した定性分析条件で、走査範囲(2 θ)2~70 $^{\circ}$ の測定を行い、クリソタイル及びトレモライト/アクチノライトの回折ピークが認められるか否かの定性分析を行う。

(3) 吹付けバーミキュライトの定量分析方法

クリソタイル及びトレモライト/アクチノライトと考えられる回折ピークが認められた場合は、①と同様の塩化カリウム処理を行った石綿含有バーミキュライト標準試料と塩化カリウム処理試料をそれぞれ表4に示した定量分析条件で、クリソタイル 11.0-13.0 $^{\circ}$ (回折ピーク位置 12.1 $^{\circ}$ 付近)又は 23.0-26.0 $^{\circ}$ (回折ピーク位置 24.3 $^{\circ}$ 付近)、トレモライト 10.0-11.0 $^{\circ}$ (回折ピーク位置 10.4 $^{\circ}$ 付近)におけるクリソタイル及びトレモライト/アクチノライトの回折線強度(面積)を求める。

塩化カリウム処理を行った石綿含有バーミキュライト標準試料と塩化カリウム処理試料はそれぞれ試料を詰め直して3回繰り返し測定し、平均回折線強度(面積)を記録する。

※石綿含有バーミキュライト標準試料は(社)日本作業環境測定協会で販売されている JAWE1311~1316(トレモライト含有標準試料)及び JAWE1411~1416(クリソタイル含有標準試料)を使用すること。

(4) 判定方法

(2)②の定性分析の結果、塩化カリウム処理試料にクリソタイル及びトレモライト/アクチノライトの回折ピークが認められない場合、あるいは(3)の結果から、塩化カリウム処理試料の平均回折線強度が標準試料の当該平均回折線強度以下である場合は、当該試料中にはクリソタイル、トレモライト/アクチノライトが0.1重量%を超えて含有していないと判定する。

(2)②の定性分析の結果、塩化カリウム処理試料にクリソタイル及びトレモライト/アクチノライトの回折ピークが認められ、(3)の結果から、塩化カリウム処理試料の平均回折線強度が標準試料の当該平均回折線強度を超える場合は、当該試料中にはクリソタイル、トレモライト/アクチノライトが0.1重量%を超えて含有すると判定する。

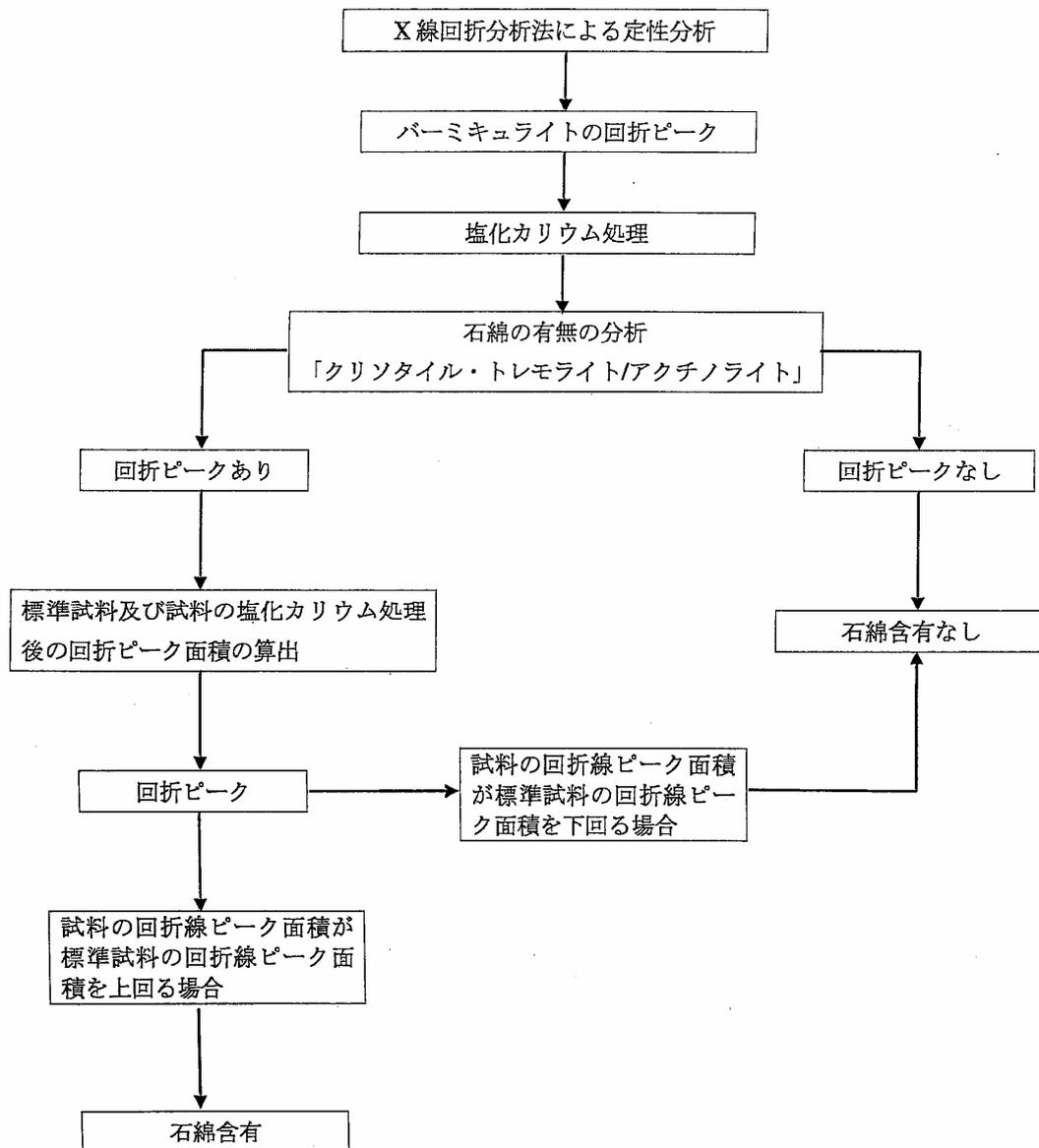


図12. 吹付けパーミキュライトの分析手順

2.6 けい酸カルシウム保温材の前処理方法

石綿の有無を分析する試料のうち残渣率が0.15を超える試料については、JIS A 1481に定める三次分析試料の作製方法が示されている。しかし、けい酸カルシウムを主体とした試料については、示されたJIS方法よりも、残渣率を0.15以下になるような前処理ができるようになった。そのため、本項では、けい酸カルシウムを主体とした試料の定量操作を行うための試料の作製手順を述べる。

なお、けい酸カルシウムを主体とした試料でも、その試料の使用過程で、約1000°C程度の温度にさらされていたもの等、残渣率が0.15以下にならないものについては、JIS A 1481に定められた三次分析試料を作製すること。

- (1) 一次分析試料の X 線回折分析法による定性分析の結果、けい酸カルシウム(トバモライト、ゾノトライト等)が主体の試料であることが判明した場合に適用する。
- (2) けい酸カルシウムを主体とした試料の定量操作を行うための試料の作製手順
 - ①一次分析試料を100mg精ひょうし、100mlのコニカルビーカーに入れる。
 - ②100mlのコニカルビーカーに、20%水酸化ナトリウム溶液60mlを加える。
 - ③次いで、電熱器等を利用して、上記②の20%水酸化ナトリウム溶液が約50mlなるまで濃縮する。
 - ④その後、常温になるまで、放冷する。
 - ⑤放冷後、質量及び基底標準物質のX線回折強度を計測してある直径25mmのふっ素樹脂バインダグラスファイバーフィルタ直径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。
この時に、コニカルビーカーに付着している残渣物及びフィルタ上の残渣物に対して、20%のぎ酸で洗浄する。
 - ⑥吸引ろ過装置を停止した後、フィルタ上の残渣物に、20%のぎ酸20ml、無じん水を40mlを加えて、12分間放置する。
 - ⑦その後、無じん水で洗浄しながら、吸引ろ過装置で吸引ろ過した後、乾燥し、フィルタ上に捕集された試料の質量を求め、けい酸カルシウムを主体とした定量分析試料とする。

なお、この分析試料の作製に当たっては、1試料当たり三つの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同一のものを使用する。

【参 考】

位相差・分散顕微鏡による定性分析で石綿繊維の判別が困難な場合の補完分析方法

位相差・分散顕微鏡を使用した分散染色法による定性分析で観察されたアスペク比が3以上の繊維について、石綿繊維か否かの判別が困難な場合の補完分析方法として、位相差・分散顕微鏡に付属している偏光板（アナライザー）を使用する方法と偏光顕微鏡による方法を示しておく。

(1) 位相差・分散顕微鏡に付属している偏光板（アナライザー）を使用した定性分析方法

石綿は天然鉱物で複屈折性（偏光特性）を持っているため、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、これを回転も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。偏光板の振動方向とアスベストの伸長方向がほぼ一致、又はほぼ直交する2つの方位に合わせたときに、それぞれの方位で石綿と浸液との組合せによる特徴ある分散色を確認することができるため、偏光板を入れない状態で判別しにくい石綿について、判定の一助とすることができる（表18参照）。一方、複屈折を持たない試料は、分散色が出て偏光板による変化がないのがわかる。

表18. 25℃の時の振動方向と分散色の表

アスベスト種類	浸液屈折率	分散色 (偏光板なし)	偏光板⊥方向 ^{a)}	偏光板∥方向 ^{b)}
クリソタイル	1.550	red-purple	blue	red-purple
アモサイト	1.680	pink	pale blue	blue
クロシドライト	1.680	red-yellow	yellow	pale yellow
トレモライト	1.605	golden-yellow	pale yellow	very pale yellow
アクチノライト	1.605	golden-yellow	pale yellow	very pale yellow
アンソフィライト	1.605	golden-yellow	red-purple	yellow

注^{a)} ⊥方向は、アスベスト繊維の伸長方向と偏光板の振動方向が直交した場合を示す。
注^{b)} ∥方向は、アスベスト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。

（詳細については参考文献: ASBESTOS IDENTIFICATION 1988年, McCRONE RESEARCH INSTITUTE を参照）

(2) 偏光顕微鏡による定性分析方法

ここに記載する定性分析方法は、ISO/DIS 22262-1「バルク材料-第1部:市販バルク材料中のアスベストのサンプリング及び定性的定量」から一部、抜粋・引用したものである。

詳細はISO/DIS 22262-1を参照・確認すること。

① 複屈折性の有無

鋭敏色検板（以下「検板」と略記）を45°の角度で挿入した直交ポーラー間において、垂直な方向の二つの屈折率が異なる薄い結晶粒子には干渉色が観察される。石綿の場合、この干渉色は繊維の太さ、複屈折の大きさ、及び繊維を構成する微小繊維の方向性の乱雑さによって決まる。

直交ポーラー間においては、偏光子の振動方向に対して、観察対象の石綿繊維の伸長方向を45°の位置に合わせた場合に、明瞭に観察できる状態が望ましい。クリソタイルの複屈折は小さく、細い繊維では灰色を示し、太い繊維では白色或いはさらに上位の一次色あるいは二次色を示す。クロシドライトの複屈折は小さく、異常干渉色は灰色から淡青色である。アモサイトの複屈折は中程度で、細い繊維での干渉色は白色で、太い繊維ではより上位の一次色あるいは二次色を示す。例えばくさび形断面など、太さが様々な繊維で構成される束状組織の場合、伸長方向に沿って平行な色帯を示し、断面が細くなるにつれて下位の干渉色を示す。

ガラスなど等方性の物質では複屈折はなく、従って干渉色も生じない。直交ポーラー間においては、人工ガラス繊維など等方性の物質はほぼ暗黒であるが、対象物質の屈折率と浸漬液の屈折率との格差次第では、550 nmの位相板を入れた場合、あるいはかすかに直交ポーラーの条件を外れた場合に干渉色が見られることが多い。干渉色は有機繊維と石綿を識別する際に利用でき、有機繊維は繊維の伸長方向に沿って不均一な干渉色を示し、かつ消光も不完全な場合がある。

② 消光角の測定

偏光顕微鏡のステージ（試料台）を360°回転させるにつれて、直交ポーラー間に置いた石綿繊維は、互いに90°ずつ回転した4箇所で見えなくなる（「消失」する）。一方、消失位置の間である45°の回転位置において、干渉色が一般に見える。石綿を含め、繊維状結晶の多くは、その伸長方向が下方ポーラーの振動方向と平行になった時に、完全な消光が見られるのが一般的である。例えば、クリソタイル、アモサイト及びクロシドライトではそれぞれ、繊維の伸長方向が下方ポーラーの振動方向とほぼ平行になった時に、消光が見られる。（直消光）トレモライト、アクチノライト及びリヒター閃石系／ウィンチ閃石系は、繊維の伸長方向に対して直消光又は斜消光を示す場合があるが、繊維の結晶学的な方位や繊維の

結晶性に左右される。これらの角閃石系石綿のうち、アスペクト比が大きい繊維は全ての結晶軸方向で直消光を示す場合がある。アスペクト比の大きい他の繊維状物質は斜消光を示す場合があることから、例えばスライドのカバーガラスを針で触れてずらし、繊維をその伸長方向を軸として回転させると、最大消光角が測定可能となる。トレモライトや、Fe 濃度の低いアクチノライト系鉱物の繊維状結晶で直消光しか示さないものは、アンソフィライトと識別することができる。しかし、サンプル中のトレモライト又はアクチノライトの繊維が全て直消光を示すことは少なく、斜消光を示すものが観察されることも多いと予想される。類似する消光挙動を示す同様の鉱物結晶と考えられる繊維の場合、それがアンソフィライト、トレモライト又はアクチノライトであるかを確実に識別するには、SEM 又は TEM に付属した分析装置により繊維の化学組成を調べる以外にない。

③ 伸長性の正負の判定

繊維状結晶の「伸長性」は、繊維の結晶学的方位と光学特性との関係を表すものである。石綿繊維の場合、その結晶を通る偏光の振動方向は、繊維の伸長方向にほぼ平行な方位とそれに垂直な方位である。高い屈折率の方向（偏光波の遅い振動方向）が伸長軸とほぼ平行な場合は、その繊維の「伸長は正」であると表される。逆に、低い屈折率の方向（偏光波の早い振動方向）が伸長軸とほぼ平行な場合は、その繊維の「伸長は負」であると表される。繊維の伸長の正負は、直交ポラーの間 550 nm の検板を下方ポラーの振動方向に対し 45° の角度で挿入し、その繊維の伸長方向を鋭敏色検板の挿入方向に合わせた場合に、灰色または白色の一次干渉色が相減的になる（伸長は正）か、相加的になる（伸長は負）かで判定できる。挿入方向が偏光波の遅い方向（通常は偏光波の遅い方向は“ α' ”、速い方向は“ γ' ”と表示されている。）の検板の場合、観察される色は以下の通りである。

「伸長が正」の繊維 — 橙黄色（繊維の伸長方向が検板の挿入方向と平行のとき）
— 青緑色（繊維の伸長方向が検板の挿入方向と垂直のとき）

「伸長が負」の繊維 — 青緑色（繊維の伸長方向が検板の挿入方向と平行のとき）
— 橙黄色（繊維の伸長方向が検板の挿入方向と垂直のとき）

クロシドライトは、唯一、「伸長が負」の市販石綿である。しかし、約 300℃ 以上に加熱すると、クロシドライトの「伸長が正」に転じる場合がある。そのような場合には、繊維の熱履歴は干渉色の変化で示される。

④ 屈折率の測定（オープンニコル観察）

石綿繊維の屈折率は、単離した繊維を、屈折率が分かっている浸液に浸し、その繊維の外形の様子を観察することによって測定する。測定は上方ポーラーを取り除き、下方ポーラーのみで行う。繊維と浸液の屈折率の差が大きいときは、繊維の外形のコントラストが明瞭となる（繊維の屈折率の方が高い場合は浮き上がって見え、低い場合は凹んで見える）。繊維と浸液の屈折率が比較的近い値のときは、両者の境界は不明瞭となる。このとき、ステージの下のしぼりを細くして視野を暗くすると、両者の境界線にそって明るい線（ベッケ線）が見える。顕微鏡の鏡筒またはステージを上下させ、対物レンズとステージとの間の距離を増加させると、ベッケ線は屈折率の高い物体の方へ移動する。順次、屈折率の異なる浸液で浸し、繊維を下方ポーラーと平行な方向と垂直な方向に置いてベッケ線を観察していき、繊維と等しい屈折率をもつ浸液を見出すことによって、繊維の屈折率を決定する（複屈折を有する光学的異方体は、2つの屈折率の値をもつ）。この方法で測られる屈折率の精度は±0.002程度であり、用いる浸液の屈折率は随時アップの屈折計等を用いて検定（測定）しておく必要がある。

⑤ 多色性の観察及び分散色の観察

繊維の方向が偏光子に対し平行或いは垂直の場合、石綿繊維の屈折率の差により、様々な色が観察される。繊維の屈折率の特性評価には、支配的な色が用いられる。クリソタイル、アモサイト及びクロシドライトの同定は、3種類の屈折率の分散液を用いた分散染色の色によって行うことができ、液の屈折率は、クリソタイルの場合 1.550、アモサイトの場合 1.680、クロシドライトの場合 1.700 である。実際には、石綿の出处に応じた繊維組成の多様性により、一定範囲での屈折率が見られる場合があり、特にクリソタイルではそうである。この3つの屈折液は、あらゆる既知の主な市販原料から作られた、クリソタイル、アモサイト及びクロシドライトにおいて観察される屈折率の範囲を、適切にカバーするものである。ボリビア産のクロシドライトは例外で、その屈折率は別な産地のクロシドライトより低い。とは言え、ボリビア産のクロシドライトはほとんど市場に出回っていない。ボリビア産のクロシドライトに遭遇したとしても、繊維形態、負の伸長性、及び青色／灰色の多色性に基づき、容易に認識できる。

トレモライト、アクチノライト及びアンソフィライトの同定は大抵、屈折率が 1.605 から 1.630 の液を用いる分散染色の色を利用して実施可能である。トレモライト又はアクチノライトは、一部の繊維が斜消光を示せば存在が疑われるはずであり、消光位置に平行して観察される γ 屈折率を用いて、その繊維がトレモライト又はアクチノライトのどちらであるか定義するとよい。トレモライトとアクチノライトの区別が重要視される場合、 γ 屈折率が 1.637 以下と推定されれば、その繊維をトレモライトとして区分し、 γ 屈折率が 1.637 を上回ると推定されれば、アクチノライトとして区分する。

タルク原料の中には、アンソフィライトと間違えられる可能性のある繊維を含むものがある。この繊維には、アンソフィライト及びタルク双方の結晶構造の連晶がある。この繊維が示す屈折率は、アンソフィライトの屈折率より低く、タルクの屈折率とアンソフィライトの屈折率の間にある。この種の繊維が存在する場合、屈折率 1.615 の液中でサンプルを検査する。1.615 より高い γ 屈折率が観察されれば、その繊維をタルクとして区分する。1.615 に等しい又はこれを超える γ 屈折率を持つ繊維は、いずれもアンソフィライトとして区分する。

1.550 の屈折液に浸漬したクリソタイルの微小繊維で波状の外観、及び北東方向における青緑色が、繊維を北西方向に回転させると橙色に変化し、繊維の伸長性が正方向であることを示している点に着目のこと。また、分散染色条件下でのクリソタイルが、偏光子の振動方向に平行な繊維は赤紫色を呈し、偏光子の振動方向に垂直な繊維は青色を呈する。ただし、2つの方向において示されている色は、クリソタイルの出处や、加熱或いは酸処理によって変化するという点を考慮しなければならない。とは言え、如何なる変化でも α 及び γ 双方の屈折率に影響され、また両者の格差（複屈折）はほぼ一定に保たれる。

1.680 の屈折液に浸漬したアモサイトの細い繊維は北東方向で青緑色を呈し、繊維を北西方向に回転させると橙色に変化し、繊維の伸長性が正方向を示す。アモサイトは複屈折が大きいため、一部の太い繊維では、一次及び二次の干渉色を示す。また、分散染色条件下で観察されるアモサイトが、偏光子の振動方向に平行な繊維は金色を呈し、偏光子の振動方向に垂直な繊維は青色を呈する。加熱したアモサイトを除き、出处が異なるアモサイトにおけるこの色の変化はごくわずかである。加熱したアモサイトの屈折率は大幅に高くなり、偏光子の振動方向に対する、平行及び垂直な繊維それぞれについて、濃い茶色及び薄い茶色の多色性を呈す。

1. 700 の屈折液に浸漬したクロシドライトの繊維は北東方向で黄色—橙色を呈し、繊維を北西方向に回転させると青色に変化し、繊維の伸長性が負方向であることを示す。クロシドライトの複屈折は極めて低いため、偏光子の振動方向に対する、平行及び垂直それぞれの繊維の、分散染色による色は大差ない。しかし、明るい方の青は平行方向のものであると認識でき、低い方の屈折率が繊維の長方向と平行である。クロシドライトにおける青色—灰色の多色性も示している。加熱したクロシドライトは、偏光子の振動方向に対する、平行及び垂直な繊維それぞれについて、濃い茶色及び薄い茶色の多色性を呈す。加熱したクロシドライトの場合、伸長性は正方向となり、この条件においては、エネルギー分散型 X 線分析が可能な電子顕微鏡によるクロシドライトとアモサイトの識別が必要となる。

1. 605 の RI 液に浸漬した NIST SRM 1867 のトレモライトの薄い繊維は北東方向で青緑色を呈し、繊維を北西方向に回転させると橙色に変化し、繊維の伸長性が正方向であることを示す。トレモライトは複屈折が中程度であるため、一部の太い繊維が、一次及び二次の干渉色を示す可能性がある。また、分散染色条件下で観察される NIST SRM 1867 のトレモライトが、偏光子の振動方向に最も近い消光位置に平行な繊維は黄色を呈し、別な消光位置にある繊維は濃い青色を呈する。トレモライト繊維の濃い青色及び消光角の大きさは、この繊維がこの方向で α 屈折率を示す。

1. 630 の RI 液に浸漬した NIST SRM 1867 のアクチノライトの薄い繊維は北東方向で青緑色を呈し、繊維を北西方向に回転させると橙色に変化し、繊維の伸長性が正方向であることを示す。アクチノライトは複屈折が中程度であるため、一部の太い繊維が、一次及び二次の干渉色を示す可能性がある。また、分散染色条件下で観察される NIST SRM 1867 のアクチノライトでは、偏光子の振動方向に最も近い消光位置に平行な繊維は赤紫色を呈し、別な消光位置にある繊維は明るい青色を呈する。

1. 605 の RI 液に浸漬した NIST SRM 1867 のアンソフィライトの薄い繊維は北東方向で青緑色を呈し、繊維を北西方向に回転させると橙色に変化し、繊維の伸長性が正方向であることを示す。アンソフィライトは複屈折が中程度であるため、一部の太い繊維が一次及び二次の干渉色を示す可能性がある。また、分散染色条件下で観察されるアンソフィライトが、偏光子の振動方向に平行な繊維は青紫色を呈し、偏光子の振動方向に垂直な繊維は明るい青色を呈する。紫色の分散染色を呈する一部の繊維はその方向での屈折率が 1. 630 より高く、 γ 屈折率に相当することを示す。他の繊維は青

色を呈し、これは特定の軸方向での屈折率が 1.630 より低いことを示す。これはおそらく繊維束に含まれるタルクの連晶の結果であるが、それは偏光子の方向に相対する方向にある繊維は全て、 γ 屈折率のみ示すはずだからである。

1.630 の RI 液に浸漬したりヒター閃石系／ウィンチ閃石系の薄い繊維は北東方向で青緑色を呈し、繊維を北西方向に回転させると橙色に変化し、繊維の伸長性が正方向であることを示す。複屈折が中程度であるため、一部の太い繊維が、一次及び二次の干渉色を示す。また、分散染色条件下で観察されるリヒター閃石系／ウィンチ閃石系が、偏光子の振動方向に最も近い消光位置に平行な繊維は紫色を呈し、別な消光位置にある繊維は青色を呈している。このサンプルは高度にアスベスト様な外観であるにもかかわらず、繊維は斜消光を示している。

(3) 消光角法について <参考：JIS A 1481、解説より抜粋>

試料が石綿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。

石綿の消光角は、表 19 から試料の同定をする。

表 19. 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	$B \wedge \beta = 0 \sim 7^\circ$
アモサイト	$C \wedge \gamma = 10 \sim 15^\circ$
クロシドライト	$C \wedge \alpha = 3 \sim 21^\circ$
トレモライト	$C \wedge \gamma = 10 \sim 21^\circ$
アクチノライト	$C \wedge \gamma = 16 \sim 21^\circ$
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、表 20 による。

表 20. 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	$B \wedge \beta = 0^\circ$
セピオライト	$C \wedge \gamma = \text{小}$
アタパルジャイト	$C \wedge \gamma = \text{小}$
ハロサイト	$B \wedge \gamma = 0^\circ$
繊維状せっこう	$C \wedge \gamma = -52^\circ$
モルデナイト	$C \wedge \alpha = 0^\circ$
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

偏光顕微鏡による消光角法の手順は、次による。

- a) 標本を偏光顕微鏡のステージに載せる。
- b) 対物レンズ 10 倍で表 8 の消光角を示すアスベスト繊維の有無を確認する。
- c) b) 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。
- d) 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、b) 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。

なお、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 0.65 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。

注 1 白色光では光学的方向が分散するので、グリーンフィルタを挿入

して単色光で観察するとよい。

注2 消光角の計測は、次による。

注^{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とる。

注^{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とる。最も暗くなる角位の判断が難しい場合は、鋭敏色検板を挿入して視野の背景色（赤紫色）とし、繊維状粒子が背景色と同色に見えた角度を読みとることもできる。

注^{c)} 注^{a)}で読み取った角度と注^{b)}で読み取った角度との差を、消光角として算出する。

注^{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。

なお、一次分析試料による定性分析法としての偏光顕微鏡による消光角法は、偏光顕微鏡を使用するための専門的な技術が要求されるため、次の点に注意して分析を行うことが必要である。

- 1) 結晶系でアスベストのように繊維状になったものは、光学軸と結晶軸の方向が顕微鏡の観察方向からはあらゆる方向に回転している場合があり、その輪郭線ないし劈開線の見極めを慎重に行わなければならない。回転ステージに標本を置いたままでの観察状態では測れないこともある。
- 2) クリソタイルの光学軸は $a = \gamma'$ (遅い) 軸が、繊維の進捗方向にあるが他の軸は螺旋方向になっており、しかもそれ自体がよれた状態になっているため、劈開線(面)の見極めはむずかしい。一方、角閃石系のアモサイト及びクロシドライトでは繊維状形態が明確なため、比較的測定が容易ではある。太い繊維の場合は、光学的方位の分散が大きくなるため方位が決めにくい場合がある。

なお、偏光顕微鏡は消光角法だけでなく、種々の測定が可能でありそのデータを用いてより精度の高い分析ができるよう、総合して定性分析の判断をすることが望ましい。測定例としては、結晶の伸長の光学性の正負の確認で判定の一助とすることができる。クリソタイル及びアモサイトは正の光学性、クロシドライトは負の光学性を示す。他には、屈折率の測定及びリターデーション測定による複屈折の判定もある。

3. 天然鉱物中の石綿含有率の分析について

3.1 背景

労働安全衛生法施行令及び石綿障害予防規則（平成 17 年 7 月に施行。それまでは特定化学物質等障害予防規則）においては、これまで 1 重量%を超えて石綿を含有する製品を規制の対象としており、石綿含有製品と非含有製品とを峻別する方法として 1 重量%レベルの石綿含有率測定方法が行われてきた。今般、これらの法令が改定され、平成 18 年 9 月 1 日から、規制の対象となる石綿含有製品の石綿の含有率が 1 重量%から 0.1 重量%に改められることとなった。

意図的に石綿を 0.1 重量%を超えて添加したと思われる製品の石綿含有率の分析方法については、平成 18 年 3 月に JIS A 1481「建材製品中のアスベスト含有率測定方法」が示されており、一定条件下のもとでは、石綿含有率 0.1 重量%程度は分析できるものである。しかし、本 JIS 法においては、天然鉱物の不純物としての石綿分析は適用しないとしている。この理由は、天然鉱物は産地によって各種不純物を含んでいるため、酸等の化学処理も困難な鉱物もあつたり、かつ石綿と同様な化学組成、結晶性、屈折率などをもつ鉱物も存在したりする等、石綿として精度よく分析するには、高度な分析技術が必要である。また、国際的にも、天然鉱物中の不純物としての石綿分析については、統一された分析方法は示されていない。

こうした状況で、天然鉱物に石綿が 0.1 重量%を超えているか否かの判定をする方法の検討を行った。その結果、いくつかの天然鉱物について一定の条件下では、0.1 重量%の可否の判定が可能であることがわかったので、その分析方法を以下に示す。

3.2 基本的考え方

工業的に利用されている天然鉱物は様々あるが、この天然鉱物の中に石綿を不純物として含むものもある。さらに、同一名の天然鉱物でも産地によって石綿を不純物として含むものと全く含まないものがある。これらの天然鉱物は各種の石綿と類似の屈折率や粒子形態をもつ多種多様な粒子から構成されており、その中の石綿を偏光顕微鏡や分散染色顕微鏡法で検出して定量的に計数するためには専門的な技術が必要である。一方、分析電子顕微鏡（エネルギー分散型 X 線検出器を備えた走査型あるいは透過型の電子顕微鏡）では、含有石綿を同定することは可能であるが、現在、バルク試料の微量含有石綿粒子の定量計数方法が確立されていないこと、分析電子顕微鏡そのものが測定機関に普及しておらず分析者の養成も進んでいないことなどから、広く測定機関で用いる判定方法として用いることは難しい。そこで、広く普及している X 線回

折分析法と微分熱重量分析法を採用することにした。

(1) X線回折装置をどうするか

定量手段の X 線回折装置はその出力を上げれば、それだけ定量下限値を下げられるので、できるだけ高出力の X 線回折装置を使用することが望ましい。しかし、多くの測定機関では普及型 X 線回折装置を使用している。この普及型 X 線回折装置を用いた場合、バルク材中の微量結晶相の定量下限値は大略 1 重量%程度であり、試料の濃縮を行うことにより、大略 0.1 重量%が可能である。しかし、天然鉱物は、酸による溶解が容易でなく、試料の濃縮が困難なこと、また、繊維状だけでなく板状の粒子も石綿と同様な回折ピークを示すため、石綿のみの 0.1 重量%の定量は難しい。

しかし、分析機関等の現状からこの普及型 X 線回折装置を使用して最大限の精度を担保して、労働安全衛生法施行令に定められている条件にできるだけ近づける必要がある。

そのためには、多くの分析機関で使用している普及型 X 線回折装置を使用することを前提とするが、その装置の設定条件、操作条件を明確にする必要がある。更に、この分析の精度を確保するためには、分析機関の分析技術のレベルアップを図る必要がある。

(2) 粉末化して産業利用される天然鉱物で石綿含有の可能性のあるもの

現在までに、粉末化して産業利用されている天然鉱物で石綿含有の可能性のあるものとしては、タルク、セピオライト、バーミキュライト、天然ブルーサイト、及び蛇紋岩粉末などがある。これらに含有される可能性のある石綿としては、トレモライト（アクチノライト）とクリソタイルとがある。アモサイトやクロシドライトは、意図して入れない限り、これらの天然鉱物に含有する可能性はないと考えられる。

なお、アクチノライトはやや鉄成分の多いトレモライトのことをいい、通常の X 線回折分析では区別がつかない。分析電子顕微鏡などではじめて識別できるが、両者を識別しないときは一般にトレモライトと表現されることが多い。

(3) 0.1 重量%を超えているか否かの判別をどのように行うのか

前述(1)で指摘したように、普及型 X 線回折装置の設定条件、操作条件を明確することにより、回折ピークを検出するだけであれば経験的に 1 重量%以下の例えば 0.5 重量%程度の検出は可能である。そこで、0.1 重量%を正確に定量することは難しいが、多くの測定機関で同一の測定を行ったとき、一様に回折ピークを検出できる石綿含有率レベルの標準試料を準備する。その標準試料を用いて使用する X 線回折装置を適切に調整し、その装置で

標準試料を測定したのと同じ測定条件で被検試料を測定して、目的の石綿の回折ピークの有無や回折線強度などを確認することで最終的に鑑別を行うことを提案する。

具体的には、被検試料の回折線強度が標準試料の回折線強度以下である場合、回折ピークを検出できるか否かの限界の問題や種々の測定誤差、またトレモライト等の場合、そのすべてが石綿ではない（普通、繊維状と非繊維状の粒子のトレモライトとが共存しており、そのうち繊維状のみが石綿である）ことなどを考慮して、被検試料の石綿は0.1重量%を超えていないと判断する。

なお、一般にタルクやバーミキュライトなどの天然鉱物においては、弱酸溶液等で処理して含有アスベストのみを濃縮するのは難しいので（ただし、ブルーサイトは可能）、濃縮操作による定量下限値の向上は期待できない。

（４）分析用標準試料はどうするか

X線回折分析でタルク試料中の石綿回折ピークを検出できるか否かを調査した過去の結果では、多くの測定機関が確認できる含有率レベルとしてトレモライトの場合0.5重量%、クリソタイルの場合0.8重量%であった（ベビーパウダーに用いられるタルク中のアスベスト試験法：厚生省暫定法）。それより低濃度になると回折ピークを検出できる分析機関とできないところとに大きくばらつく。また、バーミキュライトはタルクとほぼ同じX線吸収係数をもつので、回折ピークの検出レベルはバーミキュライトにおいてもタルクと同様な状況と判断できる。

そこで、タルク試料とバーミキュライト試料の中のトレモライトとクリソタイルの判定には、以前のベビーパウダー中の石綿分析の方法と同じく、①純粋タルク又は純粋バーミキュライトに0.5重量%のトレモライトを含有させた標準試料、および②純粋タルク又は純粋バーミキュライトに0.8重量%のクリソタイルを含有させた標準試料、をそれぞれ用いて行う。

セピオライトについては、その中に混入しているトレモライトの8重量%が繊維状を呈しており、92重量%のトレモライトは繊維状ではないという研究論文があることから、その点を考慮して、純粋セピオライトに2重量%のトレモライトを含有させた標準試料を準備し、それを用いて被検試料中のトレモライト石綿を0.1重量%以上か否かを管理するものである。

ブルーサイトは、弱酸（例えばギ酸やクエン酸、希塩酸）で容易に溶解するので、クエン酸処理でブルーサイトを消去し、その残渣についてX線回折分析と微分熱重量分析（DTG分析）を行い、石綿の含有判定を行う。ブルーサイトには蛇紋石としてリザルダイトが混合することが多い。X線回折分析ではリザルダイトの含有は分かるが、その中にクリソタイルが含有しているか否かの判定が難しいので、DTG分析も合わせて行って、リザルダイト

とクリソタイルの定性分析と含有率の判定を行う。したがって、ブルーサイトの標準試料は準備せず、測定方法のみを示す。

3.3 結論

一般にタルクやバーミキュライトなどの天然鉱物においては、酸処理などによる前処理が困難な鉱物から構成される場合が多いので、JIS A 1481 に示されているように、弱酸溶液等で、分析目的の石綿以外のものを処理して濃縮することは難しい。さらに、これらの天然鉱物に含まれる不純物としての石綿を X 線回折装置を使用して定量分析する場合、石綿でないにもかかわらず、あたかも石綿として分析されるおそれもある。

そこで、これらのことを勘案し、分析用標準試料として、

- ① 純粋タルク又は純粋バーミキュライトに 0.5 重量%のトレモライトを含有させたもの、
- ② 純粋タルク又は純粋バーミキュライトに 0.8 重量%のクリソタイルを含有させたもの、
- ③ 純粋セピオライトに、2 重量%のトレモライトを含有させたものを用い、石綿が 0.1 重量%を超えているか否かの判定をすることとした。

また、天然ブルーサイトについては、標準試料を用いず、X 線回折分析と微分熱重量分析 (DTG 分析) を行い、石綿が 0.1 重量%を超えているか否かの判定をすることとした。

なお、ここで示す分析方法については、分析機関において広く普及している X 線回折分析法と微分熱重量分析法を用い、天然鉱物に石綿が 0.1 重量%を超えて含有しているか否かの判定をするものであるが、他の妥当な分析方法等により、石綿をその重量の 0.1%を超えて含有してないことが適切に判断できる場合には、その結果を用いても差し支えないと考える。

3.4 天然鉱物中の石綿含有率の分析方法

3.4.1 適用範囲

工業的に利用されている天然鉱物の中には、石綿を不純物として含有するおそれのあるものがあるが、JIS A 1481「建材製品中のアスベスト含有率測定方法」では、石綿を不純物として含有するおそれのある天然鉱物等は適用範囲から除かれている。

本分析方法は、これらの天然鉱物のうち粉状のタルク、セピオライト、バーミキュライト（焼成品を含む。）及び天然ブルーサイト（軽焼マグネシウム及び重焼マグネシウムを含む。）について、石綿をその重量の 0.1%を超えて含有しているか否かの判定を行う場合において適用するものである。

なお、これら天然鉱物に含有するおそれのある石綿の種類としては、トレモライト及びクリソタイルがある。

【解説】

1. JIS A 1481において、石綿を不純物として含有するおそれのある天然鉱物及びこれらを原料した製品を適用範囲から除いた理由は、天然鉱物中の不純物には、石綿に加え、弱酸処理で溶けないものが多く含まれ、かつ石綿でないにもかかわらず石綿と同様な回折線強度を示すものが多くあるため、濃縮して精度よく 0.1 質量%を定量することが困難であることによる。
2. ここに示された天然鉱物以外にも、石綿を不純物として含有する可能性のある天然鉱物も存在するが、十分な知見が得られるまでの当分の間、これらの天然鉱物のみを対象としたこと。
3. バーミキュライト等については、石綿鉱物を含有する場合、焼成が十分でないときなどは、必ずしも分解温度に達していない石綿鉱物の含有の可能性があることから、その焼成品も対象としたこと。なお、焼成前に分析を行い、石綿をその重量の 0.1%を超えて含有しないと判断されたものは、必ずしも焼成後に分析を行う必要はないこと。
4. 粉状の天然鉱物としたのは、繊維状を呈していない塊状の岩石は石綿等に該当しないが、これを微細に粉砕することにより繊維状を呈するクリソタイル等が発生し、その含有率が微細に粉砕された岩石の重量の 0.1%を超えた場合は、石綿等に該当するためである。
5. 天然鉱物を粉砕した場合であっても、繊維状を呈するクリソタイル等がその重量の 0.1%を超えて含有していないことを適切な分析等による方法により確認できれば、石綿等には該当しない（適用範囲にはならない）。

3.4.2 試料の採取・調製方法

試料の採取に当たっては、本分析方法が適用される天然鉱物が粉状で輸入される場合はその単位ごとに、また、塊状で輸入され、国内で塊状を粉砕して使用する場合はその塊状を粉砕する単位ごとに、同一ロットから1サンプル当たり10g程度で、3サンプル以上採取する。

採取した試料はそれぞれ目開き75µm以下の篩下に調製し、各試料ごとに分析する。

【解説】

1. 適用範囲における天然鉱物が塊状の状態に輸入され、塊状の状態に使用する場合は、たとえクリソタイル等がその成分として0.1重量%を超えて含有していたとしても、労働安全衛生法(以下「法」という。)第55条(製造等の禁止)の適用対象にならないが、塊状の状態の物を国内で粉砕して粉状の状態にするときに、又は粉状の状態に輸入するときに、繊維状を呈するクリソタイル等が0.1重量%を超えて含有している物については、法第55条に基づき、輸入、製造等が禁止となる。

そこで、法第55条の対象となる天然鉱物か否かを判断するためには、試料の採取が必要となる。

(1) 粉状で輸入される場合

輸入段階において、試料を採取する。

この試料採取については、同一鉱山からの産出物であることが前提となって定めているので、鉱山が異なる場合は、そのごとに試料を採取する必要がある。

なお、試料採取は、原則として船単位等でランダムに抽出して行う必要があるが、同一鉱山から産出するもの、かつ、その成分の変動の可能性が少ないと判断されるものについては、それらを考慮し、適切な頻度で行えば、必ずしも船単位等で行う必要はないと考える。

(2) 塊状で輸入される場合

輸入段階において、試料を採取する必要はない。ただし、それを粉砕して粉状にすることが想定される場合は、粉砕後に0.1重量%を超えることが明らかになれば、粉砕した物の使用等はできなくなるため、上記(1)と同様の取扱いとすることが望ましい。

(3) 塊状の物を粉砕して、粉状にする場合

試料の採取単位を、粉砕する事業所に搬入された塊状の物を粉砕する単位ごとにした理由は、搬入された塊状の物が上記(1)に示された鉱山が異なることも想定しているためである。よって、鉱山が同一であれば、事業所に搬入された塊状の物が同一ロットとなる。

なお、上記(2)の但し書きによる試料の採取を行い、分析を行った結果、0.1重量%以下であると判定されているものについては、試料採取の必要はない。

2. 試料の採取量、試料の粒度は、通常、遊離けい酸含有率の分析で行うX線回折分析における定性/定量分析の考え方に沿って設定した。

3.4.3 天然鉱物中の石綿含有率の分析方法

3.4.3.1 タルク中の石綿含有率の分析方法

本法は、タルク中の石綿を X 線回折法を利用してその含有率を判定するものである。本法の対象とする石綿は、トレモライト及びクリソタイルである。普及型 X 線回折分析による検出限界は、概ねトレモライト 0.5 重量%、クリソタイル 0.8 重量%である。検出限界は、装置や試料の状態（マトリックス物質の X 線吸収係数の大小、均質性、粒径、粒子配向等）、分析技術等によって異なるが、これ以下のレベルでは再現性が乏しい。方法は、まず検出限界付近の標準試料を用いて標準試料中のトレモライトとクリソタイルの回折線を確実に検出できるように装置の較正を行い、かつ測定条件を選定する。次に、被検試料の当該回折線強度を標準試料と同一測定条件で求め、被検試料の示す回折線の強度を標準試料の石綿の回折線の強度と比較して、それ以下であることを確認する。

(1) X 線回折装置

普及型 X 線回折装置を使用するが、以下の点に留意する必要がある。

タルク中の石綿の検出については、微量の石綿を対象とすることから、X 線回折装置の選択と機器の精密な調整が重要である。

X 線回折装置の選択には、指定された測定条件又はそれ以上の条件が選べるもので安定した X 線強度が保持でき、標準試料中の石綿の回折線を十分に明瞭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。機器の調整、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、正確な判定が困難となる。その影響は回折角が低角度ほど大きいので、本試験で回折角（ 2θ ） 10.4° のトレモライトや 12.1° のクリソタイルの回折線の強度測定には十分な注意が必要である。

(2) 石綿含有タルク標準試料

トレモライト 25.0mg をタルク 4.975g によく混和させた粉末試料をトレモライト含有タルク標準試料とする。クリソタイル 40.0mg をタルク 4.960g によく混和させた粉末試料をクリソタイル含有標準試料とする。

(3) 分析操作

ア X 線回折装置の測定条件

測定範囲（ 2θ ）：トレモライト $10.0-11.0^\circ$

クリソタイル $11.0-13.0^\circ$ 又は $23.0-26.0^\circ$

管電圧及び電流：40kV、30mA 又はそれ以上で測定する。

対陰極：Cu

単色化：グラファイトモノクロメーター又は Ni フィルター

検出器：シンチレーションカウンター、プロポーションナルカウンター、
ガイガーカウンター、半導体検出器等

スリット系：受光スリット 0.3mm 又は 0.2mm

発散スリット 1°

散乱スリット 1°

ゴニオメーター走査速度：毎分 1/8°又はそれ以下

時定数：最適時定数を用いる。

チャートのフルスケール：回折線の強度測定はバックグラウンドを差し引いた正味のピーク面積を求める。記録チャートには回折線がピークとして確認できるような適切なフルスケールを選ぶこと。

イ 測定法

X線回折装置の測定条件を適切なものに設定する。トレモライト含有タルク標準試料とクリソタイル含有タルク標準試料をそれぞれ試料保持板に固く詰め、X線回折装置のゴニオメーターに装着する。トレモライト含有タルク標準試料を回折角（ 2θ ）10.0–11.0°（回折ピーク位置 10.4°付近）、クリソタイル含有タルク標準試料を回折角（ 2θ ）11.0–13.0°（回折ピーク位置 12.1°付近）又は 23.0–26.0°（回折ピーク位置 24.3°付近）の範囲で測定し、回折線強度（面積）を記録する。

これらの標準試料を試料保持板に詰め直して、3回繰返し測定して、再現性のある回折線の強度（面積）が明らかに認められることを確認したうえで、それらの平均強度（面積）を記録する。

次に、被検試料の測定を同様に行う。試料を詰め直して3回繰返し測定する。このとき、トレモライトは、10.4°の回折線、クリソタイルは 12.1°又は 24.3°の回折線が認められるか否かを確認する。回折線が認められた場合は3回の平均強度（面積）が各々標準試料の当該回折線強度（面積）以下か否かを確認する。

ウ 判定方法

上記イの測定の結果、回折線が認められない場合又は標準試料の当該回折線強度以下である場合は 0.1 重量%を超えていないと判定される。

(4) 分析上の留意点

タルクに共存しやすい鉱物として、緑泥石（クロライト）、方解石（カルサイト）、苦灰岩（ドロマイト）、マグネサイト、石英（クォーツ）等がある。石綿含有の判定には、まず試料タルクの定性分析を行い、石綿以外の共存物質の回折線が重なっていないか十分に調べておくことが重要で

ある。トレモライトの 10.4°の回折線には上記の鉱物の回折線は重ならないが、クリソタイルの 12.1°と 24.3°の回折線の付近には緑泥石の回折線が出現（各々12.5°と 25.0°付近に出現）することがあることから、これらの回折線の重なりを十分注意する必要がある。

X線回折分析によりトレモライトを検出した場合、それが石綿かどうか決定するには、さらに分析電子顕微鏡を用いて粒子形状や化学組成を確認することが必要である。しかし、現在、分析電子顕微鏡が普及していないことや分析電子顕微鏡による定量計数法が確立していないことなどから、本法では X線回折分析によりトレモライトに相当する回折線の検出をもって石綿としている。

【参考文献】

- 1) ベビーパウダーの品質確保について、繊維状物質測定マニュアル付録；(社)日本作業環境測定協会
- 2) 神山宣彦、森永謙二（1987）ベビーパウダー中のアスベスト、医学の歩み Vol.147、No.1、47-48.

3.4.3.2 セピオライト中の石綿含有率の分析方法

本法は、セピオライト中の石綿含有率を X線回折法により判定するものである。本法の対象とする石綿は、トレモライトである。本法は、まず標準試料を用いて標準試料中のトレモライトの回折線を確実に検出できるように装置の較正を行い、かつ測定条件を選定する。次に、被検試料の当該回折線強度を標準試料と同一測定条件で求め、被検試料の示す回折線の強度を標準試料のアスベストの回折線の強度と比較して、それ以下であることを確認する。

(1) X線回折分析装置

普及型 X線回折装置を使用するが、以下の点に留意する必要がある。

セピオライト中のトレモライトの検出については、微量のトレモライトを対象とすることから、X線回折装置の選択と機器の精密な調整が重要である。

X線回折装置の選択には、指定された測定条件又はそれ以上の条件が選べるもので安定した X線強度が保持でき、標準試料中のトレモライトの回折線を十分に明瞭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。機器の調整、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、正確な判定が困難となる。その影響は回折角が低角度ほど大きいので、本試験で回折角（ 2θ ）10.4°のトレモラ

イトの回折線の強度測定には十分な注意が必要である。

(2) トレモライト含有セピオライト標準試料

トレモライト 100.0mg をセピオライト 4.900g によく混和させた粉末試料をトレモライト含有セピオライト標準試料とする。

(3) 分析操作

ア X線回折装置の測定条件

測定範囲 (2θ): トレモライト 10.0–11.0°

管電圧及び電流: 40kV、30mA 又はそれ以上で測定する。

対陰極: Cu

単色化: グラファイトモノクロメーター又は Ni フィルター

検出器: シンチレーションカウンター、プロポーションナルカウンター、
ガイガーカウンター、半導体検出器等

スリット系: 受光スリット 0.3mm 又は 0.2mm

発散スリット 1°

散乱スリット 1°

ゴニオメーター走査速度: 毎分 1/8° 又はそれ以下

時定数: 最適時定数を用いる。

チャートのフルスケール: 回折線の強度測定はバックグラウンドを差し引いた正味のピーク面積を求める。記録チャートには回折線がピークとして確認できるような適切なフルスケールを選ぶこと。

イ 測定法

X線回折装置の測定条件を適切なものに設定する。トレモライト含有セピオライト標準試料を試料保持板に固く詰め、X線回折装置のゴニオメーターに装着する。この標準試料を回折角 (2θ) 10.0–11.0° (回折ピーク位置 10.4° 付近) の範囲で測定し、回折線強度 (面積) を記録する。

この標準試料を試料保持板に詰めたものは、詰め直すと試料の配向効果などで強度の変化が起きるので、別々の試料保持板に詰めたもの 3 個を用意し、それらを測定して、再現性のある回折線の強度 (面積) が明らかに認められることを確認したうえで、それらの平均強度 (面積) を記録する。

次に、被検試料の測定を同様に行う。この際、別々の試料保持板に詰めた測定試料 3 個を用意する、又は被検粉末試料から 3 回試料を採取し、試料保持板に詰め直すことにより、3 回測定する。このとき、トレモライトの 10.4° の回折線が認められるか否かを確認し、回折線が認められ

た場合は3回の平均強度（面積）が標準試料の当該回折線強度（面積）以下か否かを確認する。

ウ 判定方法

上記イの測定の結果、回折線が認められない場合あるいは標準試料の当該回折線強度以下である場合は0.1重量%を超えていないと判定される。

(4) 分析上の留意点

セピオライトに共存しやすい鉱物として、方解石（カルサイト）、苦灰岩（ドロマイト）、マグネサイト、石英（クォーツ）等がある。トレモライト含有の判定には、まず試料の定性分析を行い、トレモライト以外の共存物質の回折線が重なっていないか十分に調べておくことが重要である。一般に、トレモライトの10.4°の回折線には上記の鉱物の回折線は重ならないが、定性分析は重要である。

X線回折分析によりトレモライトを検出した場合、それが石綿かどうか決定するには、さらに分析電子顕微鏡を用いて粒子形状や化学組成を確認することが必要である。しかし、現在、分析電子顕微鏡が普及していないことや分析電子顕微鏡による定量計数法が確立していないことなどから、本法では次のようにしてトレモライト石綿を判定している。

セピオライト中のトレモライトの粒子形状を調べて、繊維状と非繊維状の粒子割合とそのサイズから繊維状粒子の重量%を求めた研究論文がある。それによると、トレモライト粒子の中で繊維状を呈しているのは全トレモライト粒子の約8重量%であるとしている。本法では、検出されたトレモライトの約8重量%が繊維状トレモライトであるということと、低濃度領域の誤差の大きさを考慮して、セピオライト中に2重量%相当のトレモライトを含有する標準試料のトレモライト回折線強度より被検試料のトレモライト回折線強度が低い場合、被検試料中のトレモライト石綿は0.1重量%を超えていないと判定するものである。

【参考文献】

- 1) 茅原信暁他：長繊維セピオライト中の繊維状トレモライトの定量方法、Vol 43、No 4 粘土科学、2004年
- 2) 増子貴他：長繊維セピオライト中のトレモライトのX線回折法による定量、Vol 43、No 4 粘土科学、2004年

3.4.3.3 バーミキュライト中の石綿含有率の分析方法

本法は、X線回折法を利用してバーミキュライト中の石綿の含有率を判定するものである。バーミキュライトは、その産地によりトレモライトやクリソタイルの石綿を含有することがある。バーミキュライトの約12.4°の回折線がクリソタイルの12.1°の回折線と重なり合う。また、バーミキュライトはその構造層間に水和したマグネシウム層をもつが、一般にバ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を比較的多く持ついわゆるハイドロバイオタイトを含むことが多い。そのハイドロバイオタイトの約10.5°の回折線がトレモライトの10.4°の回折線と重なり合うことがある。また、酸処理法や低温灰化法などの方法では、バーミキュライトやハイドロバイオタイトは分解しにくく、濃縮・定量は容易でない。こうした理由から、原鉱を単に粉末X線回折測定した場合は、石綿の含有を誤認したり、あるいは過剰量に評価したりしやすい。

そのため、本法は簡易な試料前処理を施した試料についてX線回折分析を行い、その結果から石綿含有を判定するものである。普及型X線回折分析による検出限界は、概ねトレモライト0.5重量%、クリソタイル0.8重量%である。検出限界は、装置や試料の状態（マトリックス物質のX線吸収係数の大小、均質性、粒径、粒子配向等）、分析技術等によって異なるが、これ以下のレベルでは再現性が乏しい。方法は、まず検出限界付近の石綿を含有する標準試料に所定の前処理を施し、その前処理を施した標準試料中のトレモライトとクリソタイルの回折線を確実に検出できるように装置の較正を行い、かつ最適な測定条件を選定する。次に、被検試料にも同じ前処理を施し、その試料の当該回折線強度を標準試料と同一測定条件で求め、被検試料の示す回折線の強度を標準試料の石綿の回折線の強度と比較して、それ以下であることを確認する。

(1) X線回折分析装置

バーミキュライト中の石綿の検出については、微量の石綿を対象とすることから、X線回折装置の選択と機器の精密な調整が重要である。

X線回折装置の選択には、指定された測定条件かそれ以上の条件が選べるもので安定したX線強度が保持でき、標準試料中の石綿の回折線を十分に明瞭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。機器の調整、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、正確な判定が困難となる。その影響は回折角が低角度ほど大きいので、本試験で10.4°のトレモライトや12.1°のクリソタイルの回折線の強度測定には十分な注意が必要である。

(2) 石綿含有バーミキュライト標準試料

トレモライト 25.0mg をバーミキュライト 4.975g によく混和させた粉末試料をトレモライト含有バーミキュライト標準試料とする。クリソタイル 40.0mg をバーミキュライト 4.960g によく混和させた粉末試料をクリソタイル含有バーミキュライト標準試料とする。

(3) 分析操作

ア 試料の前処理

以下の①カリウム溶液処理又は②加熱処理のいずれかの処理を施す。

① カリウム溶液処理

トレモライト含有バーミキュライト標準試料とクリソタイル含有バーミキュライト標準試料各々1.0 g を 1 モルの塩化カリウム水溶液 100mL 中によく分散させ、70°Cから 80°Cの温度で 1 時間以上放置して層間イオンを十分にカリウムイオンに置換する。処理物は、遠心分離機で遠沈させ、上清みを棄却する。その沈殿物に蒸留水を加えて攪拌し、再度遠沈させる。この操作を 3 回繰り返して沈殿物を良く洗浄する。洗浄後の沈殿物を、100°Cの乾燥機中又はシリカゲルデシケーター中で十分に乾燥させる。

被検試料も上記と同様なカリウム溶液による前処理を施す。

② 加熱処理

トレモライト含有バーミキュライト標準試料とクリソタイル含有バーミキュライト標準試料各々1.0 g を、加熱炉中にて 350±10°Cで 1 時間以上加熱処理する。加熱処理物はデシケーター中にて放冷し、室温になったら直ぐに X 線回折測定に供する。

被検試料も上記と同様な加熱処理を施す。

※ 加熱処理の場合、バーミキュライトに含まれるヒドロバイオタイトについて復水の関係で、a)バーミキュライトとクリソタイル及びトレモライトのピークが分離できないことがある、b)加熱処理から、X 線回折測定終了まで連続して乾燥状態を保つ、c)試料高温(試料を所定温度に保持したまま測定できる)機能付の X 線回折分析装置を用いるなどの注意と手法を要する分析方法である。

イ X線回折装置の測定条件

測定範囲 (2θ) : トレモライト 10.0–11.0°

クリソタイル 11.0–13.0°又は 23.0–26.0°

管電圧及び電流 : 40kV、30mA 又はそれ以上で測定する。

対陰極 : Cu

単色化 : グラファイトモノクロメーター又は Ni フィルター

検出器 : シンチレーションカウンター、プロポーショナルカウンター、

ガイガーカウンター、半導体検出器等

スリット系：受光スリット 0.3mm 又は 0.2mm

発散スリット 1°

散乱スリット 1°

ゴニオメーター走査速度：毎分 1/8°又はそれ以下

時定数：最適時定数を用いる。

チャートのフルスケール：回折線の強度測定はバックグラウンドを差し引いた正味のピーク面積を求める。記録チャートには回折線がピークとして確認できるような適切なフルスケールを選ぶこと。

ウ 測定法

X線回折装置の測定条件を適切なものに設定する。前処理を施したトレモライト含有バーミキュライト標準試料とクリソタイル含有バーミキュライト標準試料をそれぞれ試料保持板に固く詰め、X線回折装置のゴニオメーターに装着する。トレモライト含有バーミキュライト標準試料を回折角（ 2θ ）10.0–11.0°（回折ピーク位置 10.4°付近）、クリソタイル含有バーミキュライト標準試料を回折角（ 2θ ）11.0–13.0°（回折ピーク位置 12.1°付近）又は 23.0–26.0°（回折ピーク位置 24.3°付近）の範囲を測定する。それらの回折線強度（面積）を記録する。

これらの標準試料を試料保持板に詰め直して、3回繰返し測定して、再現性のある回折線の強度（面積）が明らかに認められることを確認したうえで、それらの平均強度（面積）を記録する。

次に、カリウム溶液処理又は 350°C加熱処理を施した被検試料の測定を同様に行う。試料を詰め直して3回繰返し測定する。このとき、トレモライトは、10.4°の回折線、クリソタイルは 12.1°又は 24.3°の回折線が認められるか否かを確認する。回折線が認められた場合は3回の平均強度（面積）が各々標準試料の当該回折線強度（面積）以下か否かを確認する。

エ 判定方法

上記ウの測定の結果、回折線が認められない場合あるいは標準試料の当該回折線強度以下である場合は 0.1 重量%を超えていないと判定される。

(4) 分析上の留意点

バーミキュライトに共存しやすい鉱物として、緑泥石（クロライト）、金雲母（フロゴパイト）、黒雲母（バイオタイト）、方解石（カルサイト）、苦灰岩（ドロマイト）、マグネサイト、石英（クオーツ）等がある。石綿含有の判定には、まず被検試料（バーミキュライト）の定性分析を行い、石綿以外の共存物質の存在を十分に調べておくことが重要である。その上で、カリウム処理あるいは加熱処理を施した試料のバーミキュライトの回

折線がトレモライトの 10.4°の回折線とクリソタイルの 12.1°と 24.3°の回折線に重ならないか十分に検討する。緑泥石が含有されている場合は、その回折線が 12.5°と 25.0°付近に出現することから、クリソタイルの回折線との重なりを十分注意する必要がある。

X 線回折分析によりトレモライトを検出した場合、それが石綿かどうか決定するには、さらに分析電子顕微鏡を用いて粒子形状や化学組成を確認することが必要である。しかし、現在、分析電子顕微鏡が普及していないことや分析電子顕微鏡による定量計数法が確立していないことなどから、本法では X 線回折分析によりトレモライトに相当する回折線の検出をもって石綿としている。

【参考文献】

山崎淳司他：作業環境 Vol.28 No.3 2007 年

3.4.3.4 天然ブルーサイト中の石綿含有率の分析方法

天然ブルーサイト中には、クリソタイルが含まれていることが指摘されており、その含有の有無を判断するための方法が求められている。

天然ブルーサイトは、不純分として緑泥石（クロライト）、マグネサイト、ドロマイト、蛇紋石（サーペンティン）等を含有するため、X 線回折法での含有率の定量は困難である。また、微分熱重量分析法（DTG 法）においてもクリソタイルと減量温度が近接する共存鉱物（リザルダイト、クロライト、マグネサイト、ドロマイト等）の影響によりクリソタイルの定量を困難にしている。そこで、ブルーサイトに関しては、酸処理を行うことでブルーサイトを溶解し、溶解残さ中に不純物として存在するクリソタイルを X 線回折法及び微分熱重量法（DTG 法）を用い、その存在の有無を確認することで、天然ブルーサイト中のクリソタイル含有の有無の判断をする。

（1）分析用試料の作製方法

X 線回折法及び DTG 法に用いるための試料は次の様な手順で作製する。

ア ブルーサイトを乳鉢等を用いて粉碎する。

イ 粉末化したブルーサイト試料約 5g を 20%クエン酸 200mL の入っているビーカーに加え、約 1 時間攪拌してブルーサイト試料を溶解させる。

ウ 溶解終了後、メンブランフィルター（ポアサイズ 1 μ m）にて溶解残さを回収する。その後、溶解残さ試料を 105°C で 2 時間乾燥後、溶解残さ分析用試料とする。

(2) 分析方法

ア X線回折装置の測定条件を適切な条件に設定する。溶解残さ分析用試料を試料保持板に詰め、X線回折装置のゴニオメーターに装着した後、定性分析を行い、クリソタイルの存在を示す回折角（ 2θ ） 12.1° 又は 24.3° の回折線の有無を確認する。

イ 次に、熱分析装置の測定条件を適切な条件に設定する。溶解残さ分析用試料約 20 mg を微分熱重量分析装置を用いて定性分析を行い、DTG 曲線にクリソタイルの存在を示すピークの有無を確認する。

ウ X線回折装置と微分熱重量分析装置の測定条件

① X線回折装置による測定条件の例

測定範囲（ 2θ ）：クリソタイル $11.0-13.0^\circ$ 又は $23.0-26.0^\circ$

管電圧及び電流：40kV、30mA 又はそれ以上で測定する。

対陰極：Cu

単色化：グラファイトモノクロメーター又はNi フィルター

検出器：シンチレーションカウンター、プロポーションナルカウンター、ガイガーカウンター、半導体検出器等

スリット系：受光スリット 0.3mm 又は 0.2mm

発散スリット 1°

散乱スリット 1°

ゴニオメーター走査速度：毎分 $1/8^\circ$ 又はそれ以下

時定数：最適時定数を用いる。

② 微分熱重量分析装置の測定条件

試料量：約 20mg

温度：室温～ 1000°C

昇温： $20^\circ\text{C}/\text{min}$

試料周りの雰囲気：静止空気

基準物質： $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ を 20mg

測定項目：DTG（微分熱重量）

(3) 判定方法

ア X線回折法による定性分析の結果、クリソタイルのピークが確認できなく、かつ、DTG 法においてもクリソタイルのピークが確認できない場合は、ブルーサイト試料中には 0.1 重量%を超えて石綿を含有していないと判定される。

イ X線回折法及び DTG 法のいずれかの方法並びに両方法においてクリソタイルの存在を示すピークが認められた場合、0.1 重量%を超えて石綿を含有していると判定される。

【解説】

1. 被検試料をクエン酸にて前処理した後、所定の X 線定性分析条件下で X 線回折装置による定性分析を行い、クリソタイルの存在を示す回折線が確認できない場合は、さらに、所定の条件で DTG に定性分析を行うものであること。
2. なお、X 線回折法による定性分析の結果、 12.1° 又は 24.3° のピークが確認された場合において、DTG 法でクリソタイルのピークが確認できず、リザルダイト或いはアンチゴライトのピークが確認された場合は、X 線回折法におけるリザルダイト或いはアンチゴライト、若しくは存在の確認されたその他の挟雑物のピークと重複しないクリソタイル特有のピークが確認できなければ、0.1 重量%を超えて石綿を含有していないと判定されること。

厚生労働省委託事業
石綿含有建材の石綿含有率測定に係る講習会
テキスト（非売品）

平成22年3月

編集・発行 (社)日本作業環境測定協会 精度管理センター
〒130-0026 東京都墨田区両国4-38-3
第8高島ビル3階
電話：03-5625-4280