

図8. トレモライト/アクチノライト JAW431 のX線回折パターン

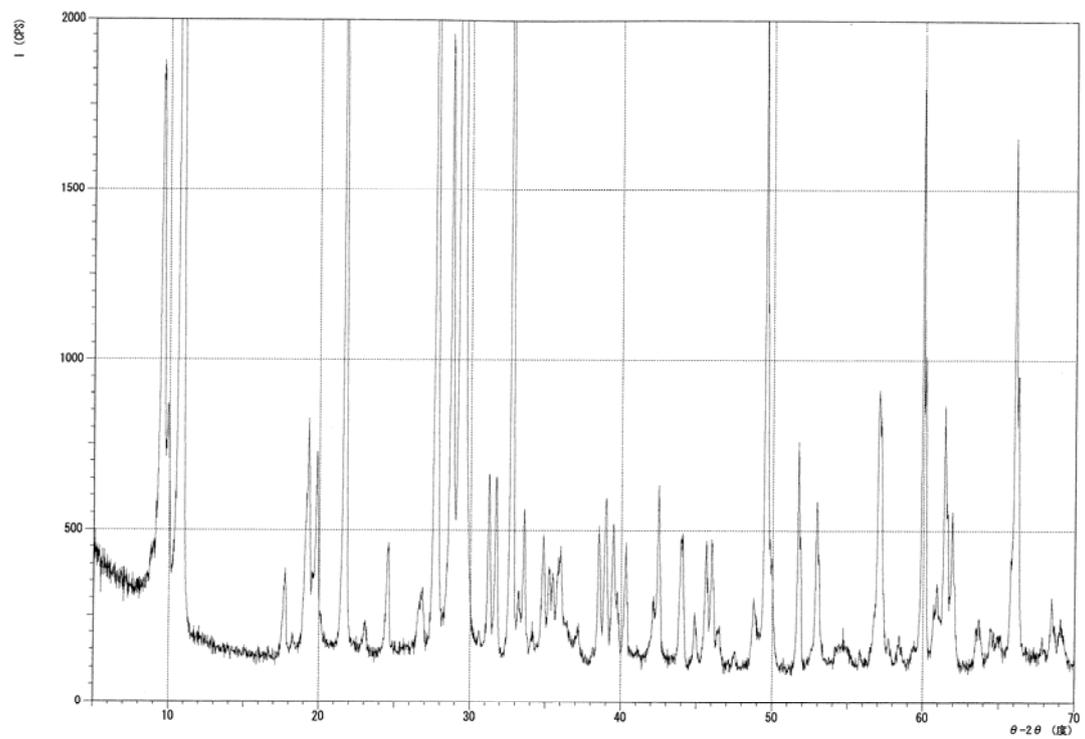


図9. アンソフィライト JAW531 のX線回折パターン

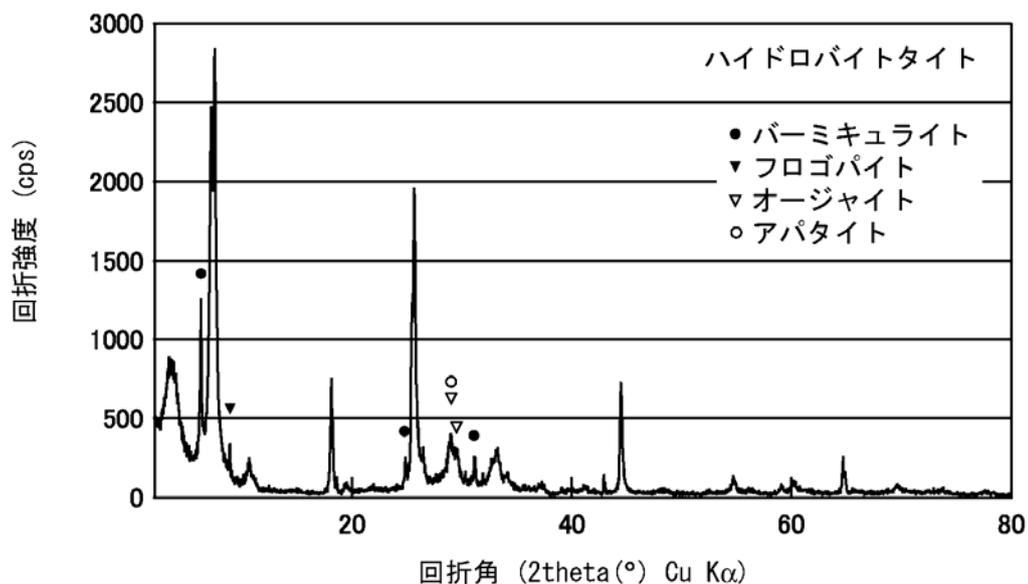


図10. ハイドロバイオタイトの X 線回折パターン

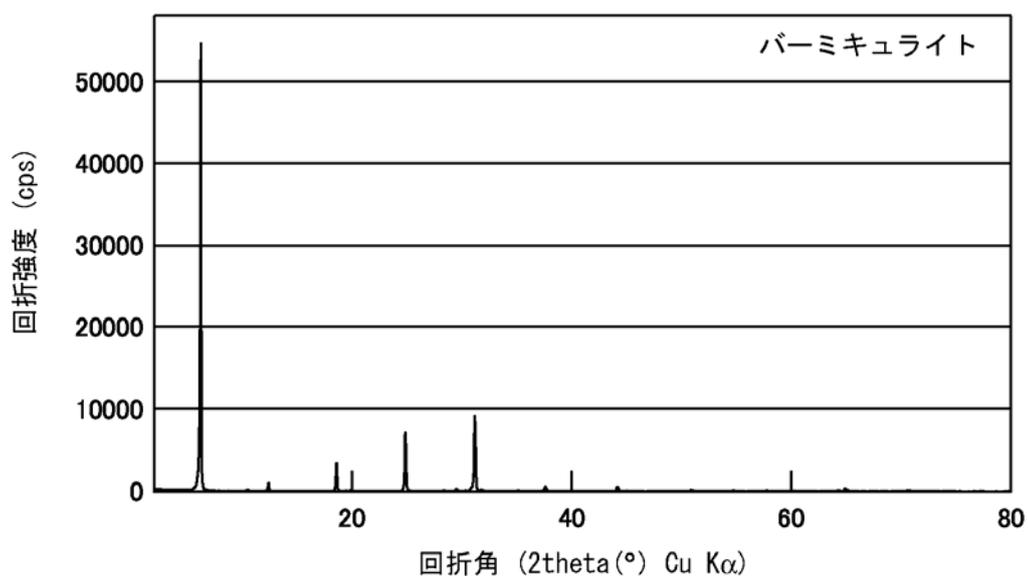


図11. バーミキュライトの X 線回折パターン

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グ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、一分析試料につき、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2種類以上選択する。

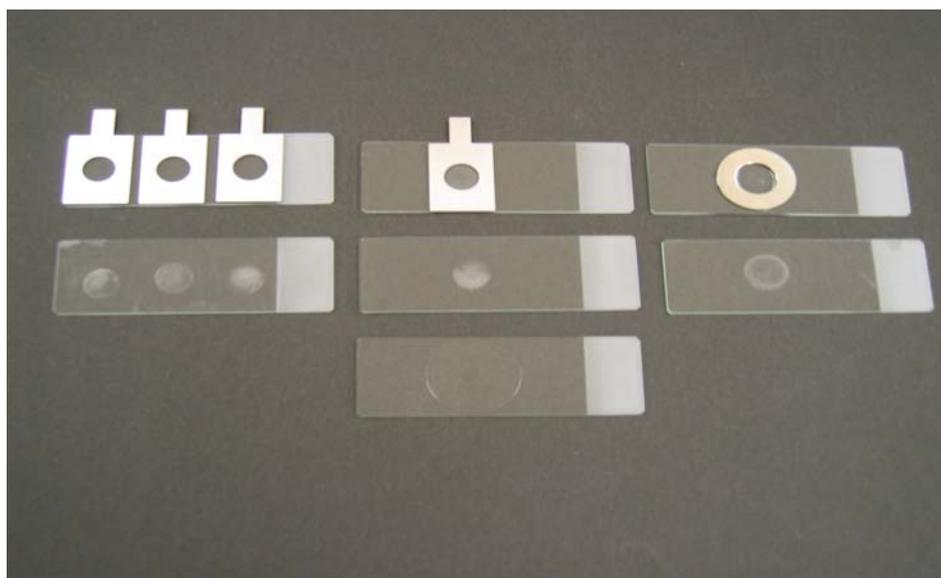


写真 1. 標本作製用円形ガイドの例

表 6. 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℃で観察できるように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)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。

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 (1) ①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。

※ 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。石綿以外の天然の鉱物繊維の屈折率は繊維状石膏（ギブサム）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。

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う。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°C±1°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う。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 7 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 7 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。