

偏光顕微鏡による定性分析の実施方法

使用する機器の概略

- ・実体顕微鏡
- ・偏光顕微鏡
- ・集じんフード
- ・試料粉碎装置(めのう製の乳鉢・乳棒)
- ・スライドガラス
- ・カバーガラス
- ・温度計
- ・ライター
- ・マッフル炉
- ・マグネチックスターラー
- ・ホットプレート
- ・ピンセット
- ・メス



実体顕微鏡



偏光顕微鏡

①偏光顕微鏡の調整方法

- ・回転ステージの心出し調整(オリンパスのみ)
- ・心出しレボルバの調整
- ・クロスポーラ(直交ニコル)の調整
- ・分散観察の調整
- ・照明の色の調整

偏光顕微鏡の調整方法、操作方法及び清掃方法

②偏光顕微鏡の操作方法

- ・開口絞りの使い方
- ・鋭敏色板の使い方
- ・分散色の見方

③偏光顕微鏡の清掃方法

- ・用具の清掃方法
- ・対物レンズの清掃法
- ・接眼レンズの清掃法
- ・コンデンサの清掃法

1. 肉眼での観察

繊維状物質(アスベスト)の有無等の確認および**試料調製の必要性の検討**

2. 試料調製

必要に応じて**灰化・酸処理・浮遊沈降**により非アスベスト成分を除去

3. 予備観察(肉眼および実体顕微鏡)

繊維状物質(アスベスト)の有無等の確認および**前処理の方法の検討**

4. 前処理

試料の切削・酸処理・灰化等により試料から繊維を取り出しやすくする

5. 実体顕微鏡観察

アスベスト(繊維状物質)の有無の確認および**アスベストの仮同定**

6. 偏光顕微鏡用標本の作製

実体顕微鏡での仮同定の結果に基づき使用する**浸液を選択**し、標本を作製

7. 偏光顕微鏡による同定

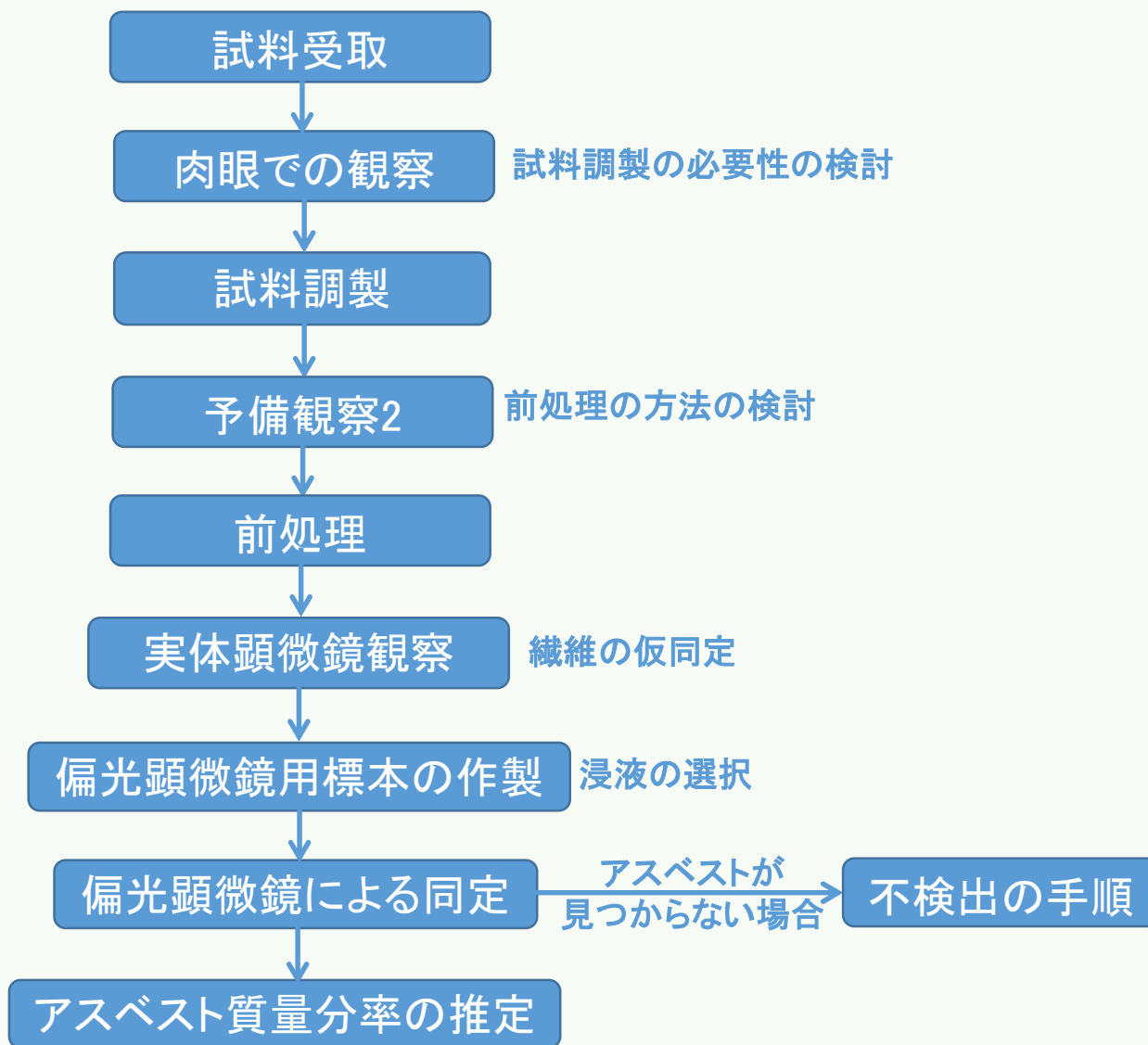
偏光顕微鏡で**色・多色性・複屈折・消光角・伸長の符号・屈折率(分散色)**を観察

8. アスベスト質量分率の推定

肉眼、実体顕微鏡、偏光顕微鏡の観察結果に基づいて質量分率を推定

9. 不検出確定

アスベストが見つからない場合、「不検出」を決定するには、徹底した分析が必要
不検出確定の手順に従い再度分析



肉眼での観察

- ・試料を受け取ったら、よく観察して、色や材質を記録する。
- ・ごく微量のアスベストが含まれる、またはアスベストが均一に含まれていない可能性があるために大量の試料を観察する必要がある場合に試料調製の必要性を検討

試料調製

- ・実体顕微鏡観察の前に非アスベスト成分を除去するための作業

試料調製の方法

- ・灰化 有機物の除去
試料を $485^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ のマッフル炉で10時間灰化
- ・酸処理 酸可溶成分(セメント成分等)の除去
 2mol/L 塩酸を加えてマグネチックスターラーで15分間攪拌
- ・浮遊沈降 浮遊物(バーミキュライト等)および沈殿物(砂粒等)の除去
水面に浮くもの、沈むもの、懸濁するものに分け、それぞれを確認

- ・試料全体を詳細に観察して素材の種類や目に見える繊維の有無を確認する。
- ・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・層について記述し、どの部分・層からアスベストが検出されたのかが分かるようにしておく。
- ・前処理が必要かどうかおよび必要な場合は前処理の方法の検討を行う。

前処理

- ・実体顕微鏡で観察された繊維を取り出すため、または繊維の付着物を取り除いて偏光顕微鏡観察を容易にするための作業。

前処理の方法

- ・割って新しい断面を出す
- ・試料をすりつぶして繊維を露出させる
- ・ナイフで削って内部から繊維を露出させる
- ・塩酸で繊維の付着物を取り除く
- ・有機溶剤で有機物を溶解させる
- ・灰化して有機物を除去する

実体顕微鏡で繊維を観察し、アスベストの特徴をもつ繊維があるか確認する。

アスベストの特徴をもつ繊維がある場合、**アスベストの種類を仮同定**する。

アスベストの特徴

- ・白色で波打っている繊維→クリソタイル
- ・白～茶色で直線的な繊維→アモサイト
- ・青色で直線的な繊維→クロシドライト
- ・白くて直線的な繊維があるが、アモサイトではなかった
→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
- ・バーミキュライト中に紡錘形の白～灰色の繊維束がある
→リヒテライト・ウィンチャイトアスベスト

スライドガラス上に浸液を滴下し、繊維をそこに浸してカバーガラスをかぶせる。
実体顕微鏡で仮同定したアスベストの種類に基づいて浸液を選択する。

使用する浸液

クリソタイル 1.550

アモサイト 1.680

クロシドライト 1.700

トレモライトアスベスト、アンソフィライトアスベスト 1.605

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 1.630

実体顕微鏡では繊維が見つからない場合は、1.550の浸液を使用して作製する。

塊があってカバーガラスが傾いていると観察に支障をきたすため、塊はあらかじめ押しつぶすかほぐすかしておく。

偏光顕微鏡で観察する項目

・形態

どのモードでも観察可能。形態を詳しく観察する場合は、クロスポーラで繊維を対角位において観察する。

・色と多色性

オープンポーラで観察。多色性を持つ鉱物は、ステージを回転させると色が変わる。クロソライトは強い多色性があり。

・複屈折

クロスポーラで観察。ロックウールなどの非晶質の物質は複屈折がないため暗黒になって見えなくなる。セルロースなどの天然有機繊維は、不完全な消光を示したり、繊維の全体で一様ではない干渉色を示したりする。

偏光顕微鏡で観察する項目

・消光角

クロスポーラで確認。クリソタイル、アモサイト、クロシドライト、アンソフィライトは常に直消光を示す。トレモライト、アクチノライトは直消光または斜消光を示す。

・伸長の符号

クロスポーラの状態で鋭敏色検板を挿入し、確認。クリソタイル、アモサイト、トレモライト、アクチノライト、アンソフィライトは伸長の符号が正。

クロシドライトは、アスベストの中で唯一伸長の符号が負。

・屈折率

オープンポーラ＋分散染色用対物レンズで観察。屈折率は、アスベストと屈折率が近い浸液に浸した状態で分散色（鋭敏色）を確認する。

アスベストが同定された場合は、肉眼、実体顕微鏡、偏光顕微鏡の観察結果に基づいて質量分率を推定する。

アスベスト質量分率を0.1-5%・5-50%・50-100%の3段階で推定する。

アスベストが1,2本のみ検出され、意図しない混入の可能性がある場合は「**検出**」という表現を使用できる。

分析の結果「検出」及び「0.1-5%」となった場合に、0.1%を本当に超えるかどうかを確認したい場合は、JIS A 1481-4・JIS A 1481-5により定量分析を行うことができる。

分析の結果アスベストが検出されない場合は0.1%未満であるため、定量分析をする必要はない。

建材のアスベスト分析において「不検出」を決定するには、徹底した分析が必要。一通り分析してアスベストが見つからない場合、以下の手順に従う。

1. 実体顕微鏡で目視できる繊維がない場合および非アスベスト繊維の場合、試料の各層・各部分から分取し、1.550の浸液を使用してプレパラートを複数枚作製し、偏光顕微鏡で観察する。

クリソタイル以外のアスベストの可能性のある繊維が確認された場合は、疑われるアスベストに適した浸液を使用してプレパラートを作成し、同様に観察する。

2. アスベストが見つからなかった場合は、試料調製を行い、無作為に分取した試料で6枚以上のプレパラートを1.550の浸液を使用して作製し同様に観察する。

クリソタイル以外のアスベストと疑わしい繊維が見つかった場合は、疑われるアスベストに適した浸液で使用する。再度確認する。

3. アスベスト繊維が見つからなければ、不検出の確定をすることができる。

報告書の作成方法

報告書には以下の内容を記載

- 1)分析を実施した石綿分析機関等
- 2)分析を実施した年月日
- 3)物件名称
- 4)試料採取履歴
- 5)試料採取履歴
- 6)分析結果
- 7)別添データ(共通事項)
 - 7.1)実体顕微鏡の型式
 - 7.2)偏光顕微鏡の型式
 - 7.3)電子顕微鏡の型式

- 8)別添データ(試料別)
 - 8.1)試料採取履歴(詳細)
 - 8.2)試料調製の状況
 - 8.3)実体顕微鏡観察の結果
 - 8.4)分析条件
 - 8.4.1)分析室の温度
 - 8.4.2)層別の分析結果
 - 8.4.3)不検出確定手順の分析結果
 - 8.4.4)試料全体の分析結果
- 9)別添写真
 - 9.1)偏光顕微鏡写真
 - 9.2)電子顕微鏡写真とEDXスペクトル