

位相差・分散顕微鏡による定性分析の実施方法

位相差・分散顕微鏡による定性分析実技講習手順等

1. 実技講習テキスト

➤ 石綿則に基づく事前調査のアスベスト分析マニュアル第2版：第4章

➤ JIS A 1481-2 (:2016)

2. 講習手順

① 一次分析試料の調製方法(粉碎、篩分け等)

② 標本の作製方法

③ 位相差・分散顕微鏡による定性分析方法

④ アスベスト含有の有無の判定方法

3. 分析対象試料

➤ 3種類の石綿含有建材試料

エックス線回折分析法、位相差・分散顕微鏡法を併用した定性分析方法の概要

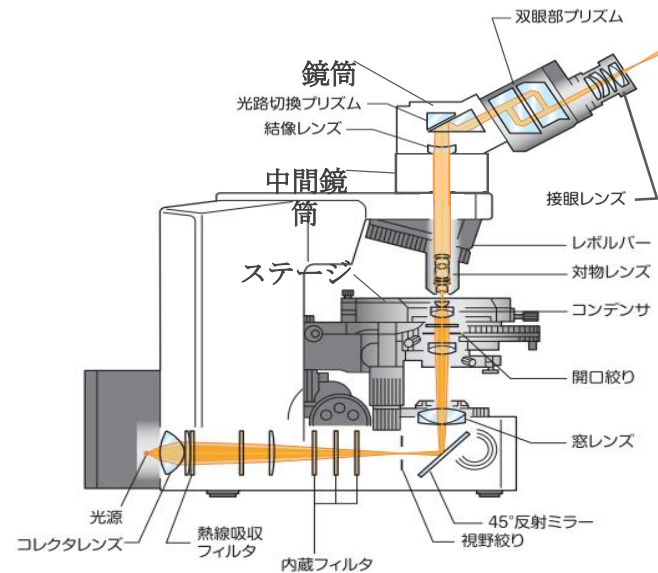


1. 実技講習に使用する機器等

① 位相差・分散顕微鏡

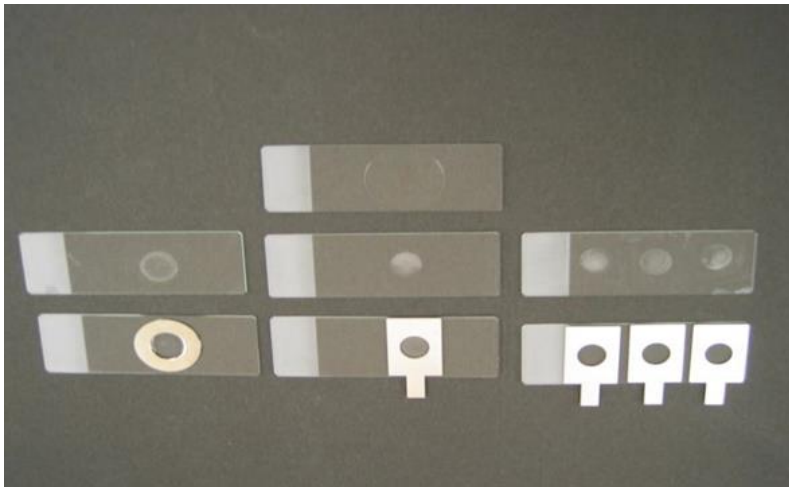
- ・位相差用接眼レンズ：×10倍
(開口数:0.30)
- ・位相差用対物レンズ：×40倍
(開口数:0.75、DL,DLL,DM,BMレンズ
又はPLL,PL,PM、NHレンズ)
- ・分散用対物レンズ：×40倍
(開口数:0.75)

- 調整や操作のための機能は、視度調整・眼福調整の機構、試料の移動(ステージハンドル)、視野絞りのピント合わせ(コンデンサ上下動ハンドル)、視野絞りの心出し(コンデンサ心出しねじ)、試料へのピント合わせ(粗動、微動焦準ハンドル)など。





②マグネティックスターラー



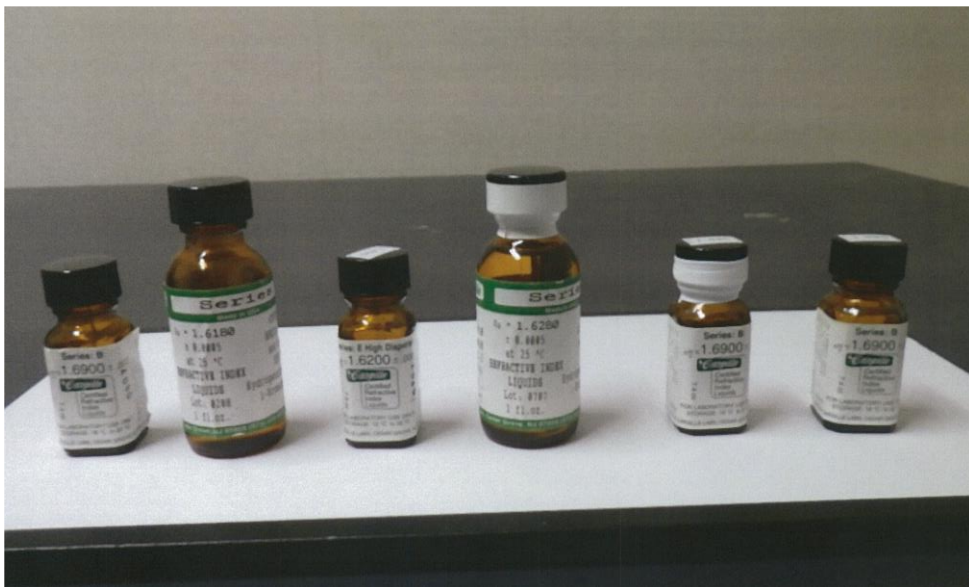
③スライドグラス

④カバーグラス(Φ25mm、0.17mm)

⑤標本作製用円形ガイド



⑥ホットプレート



⑦浸液(カーギルオイル)

($n_D^{25^\circ\text{C}}$ = 1.550、1.618、1.620、
1.628、1.680、1.690)

2. 位相差顕微鏡の調整方法、操作方法及び清掃方法

1. 光軸調整

2. 視度調整、眼福調整

・・・計数用焦点板(アイピース
グレーティクル)入り接眼レンズ
の視度調整

3. リングスリットの芯出し調整

4. HSE/NPLテストスライドで
の確認

5. 接眼、対物レンズは適宜清掃

※ 顕微鏡メーカーにより、調整方法が若干異なる場合があるため、自分が使用する顕微鏡の取扱い説明書を必ず確認する。

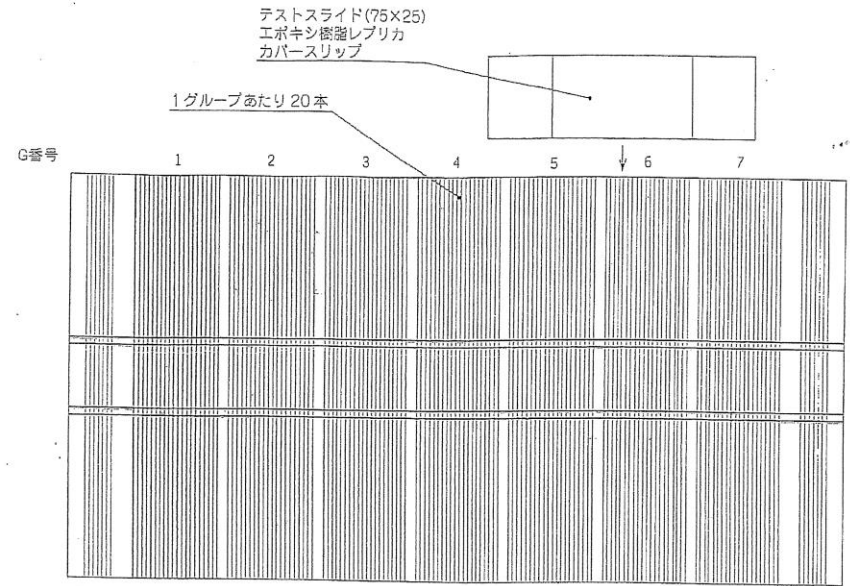


図1 テストスライドの概要

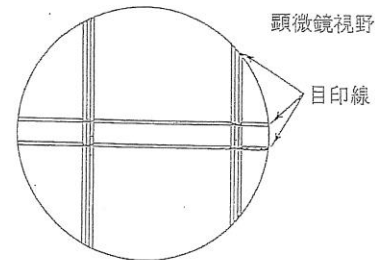


図2 総合倍率の100倍時のテストスライドの焦点の合わせ方

グループ (G) 番号	線の細さ (μm)
1	1.08
2	0.77
3	0.64
4	0.53
5	0.44
6	0.36
7	0.25

表1 HSE/NPLテストスライド

3. 標準サンプルの調製方法及び観察方法

①石綿の標準試料を使用して屈折率に対応した鋭敏分散色を確認する。

②アナライザーによる偏光振動方向による分散色の変化についても確認する。

石綿の種類	屈折率 $n_D^{25^\circ C}$ 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	ゴールドン イエロー	ゴールドン 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	ゴールドン イエロー	淡ゴールドン 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。

4. 位相差・分散顕微鏡による定性分析用一次分析試料の調製方法

マニュアル 4.1.3

(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位相差・分散顕微鏡による定性分析用の一次分析用試料とする。

(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 \pm 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、(1)に従って粉砕・調製し、位相差・分散顕微鏡による定性分析用の一次分析用試料とする。

5. 位相差・分散顕微鏡による定性分析用標本の作製方法

マニュアル 4.1.3

- 一次分析用試料10～20mgの範囲で必要量を精秤し、容量50mLの共栓試験管に入れる。
- 共栓試験管に無じん水20～40mL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、回転子をいれる。
- 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の範囲で滴下する。
- 円形のガイドを載せたまま $100 \pm 10^{\circ}\text{C}$ 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。
- スライドグラスが室温になるまで放冷後、選択した浸液を1滴滴下し、カバーグラスを載せて定性分析用の標本とする。
- 同様の操作を繰り返し、一分析試料につき、アスベストの種類および選択した浸液の種類に応じた標本数を作製する。

- ▶ 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。
- ▶ 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、10倍の接眼レンズのアイピースグレーティクルの直径 $100\ \mu\text{m}$ 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以上の繊維状粒子数を計数し、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、分散色を示したアスベストの種類と繊維状粒子数及び分散色を示した粒子数を記録する。
- ▶ アイピースグレーティクルの直径 $100\ \mu\text{m}$ の円の境界に掛かる粒子の取り扱いは、JIS K3850-1または作業環境測定ガイドブックNo.1に準じる。

7. 石綿含有の有無の判定方法

以下の判定基準に従って判定する。

1. エックス線回折分析法による定性分析の結果、二次分析用試料中に、**アスベストの回折ピークが**強弱にかかわらず一つでも**認められ**、かつ、位相差・分散顕微鏡による定性分析の結果、三つの標本で計数した合計 3000 粒子中に、**アスベスト繊維が4繊維状粒子以上**の場合は「**アスベスト含有**」の試料と判定する。

2. エックス線回折分析法による定性分析の結果、二次分析用試料中に、**アスベストの回折ピークが認められない**が、位相差・分散顕微鏡による定性分析の結果、三つの標本で計数した合計3000粒子中に、**アスベスト繊維が4繊維状粒子以上**の場合は「**アスベスト含有**」の試料と判定する。

3. エックス線回折分析法による定性分析の結果、二次分析用試料中に、**アスベストの回折ピークが一つでも認められる**が、位相差・分散顕微鏡による定性分析の結果、三つの標本で計数した合計3000粒子中に、**アスベスト繊維が4 繊維状粒子未満**の場合は、位相差・分散顕微鏡による定性分析方法によって、**再分析**を行なう。

再分析の結果、**アスベストが4繊維状粒子未満**の場合は「**アスベスト含有無し**」の試料と判定し、**アスベストが4繊維状粒子以上認められた**場合は「**アスベスト含有**」の試料と判定する。

4. エックス線回折分析法による定性分析の結果、二次分析用試料中に、アスベストの回折ピークが認められず、かつ、位相差・分散顕微鏡による定性分析の結果、三つの標本で計数した合計3000粒子中に、アスベスト繊維が4繊維状粒子未満の場合は、「アスベスト含有無し」の試料と判定する。

5. 吹付けバーミキュライト中のアスベスト含有の有無の判定は、塩化カリウム処理した一次分析試料にアスベストと考えられる回折ピークが認められないか、またはその積分 エックス線強度が塩化カリウム処理標準試料の同ピークの積分 エックス線強度以下である場合は、「アスベスト含有無し」の試料と判定する。これら以外の場合は、「アスベスト含有」の試料と判定する。

6. 「アスベスト含有無し」と判定された場合には当該試料には0.1%を超えてアスベストは含有しないと判断することができる。

8. 報告書の作成方法

報告書には以下の内容を記載する。

- 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.分析結果
(分散染色法及び石綿含有判定結果)

別添データ(共通事項)

- 1.使用した測定機器
- 1.2 位相差・分散顕微鏡の製業者、形式

別添データ(試料別)

- 1.試料採取履歴(詳細)
- 2.一次分析試料の作製方法(試料粉碎方法)

※一次分析試料の加熱処理を実施した場合

3.2 位相差・分散顕微鏡法による定性分析

3.2.1 分析室の温度

3.2.2 分析結果記入欄

3.2.3 位相差・分散顕微鏡法による定性分析結果

3.3 X線回折分析法及び位相差・分散顕微鏡法の定性分析に基づく最終判定結果

※X線回折分析法による定性分析(有)で、分散染色法(無)の場合で、石綿(無)し判定した場合の確認方法

別添写真

位相差・分散顕微鏡法による標準及び分析用試料の分散色の写真