

偏光顕微鏡による定量分析の実施方法

- ① 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概ね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としている。
- ② 日本国内において、**商業的に生産された製品に0.1%以下のアスベストを意図的に添加した例がない**ことから、製品に産業利用されていた(クリソタイル、アモサイト、くクロシドライト)が含まれていた場合は、0.1%を超えていることが明らか。
- ③ **不純物としてのアスベスト**が5%以下の質量分率で検出された場合は、0.1%超かどうかを判断する為にJIS A 1481-4で定量することができる。

表6.1 石綿則等国内法令の規制対象であることの判断

含有物の種類	JIS A 1481-4 による定量分析
商業的に製造された製品	商業製品に何らかの産業利用されていたアスベストが確認された場合、目視推定よりも精度のよい定量分析は要求されない
その他の材料	5%以下でアスベストが含有していると目視評価された場合、規制対象の基準(重量比0.1%)超過かどうか正確に判定するためには定量分析が必要である

1. 灰化

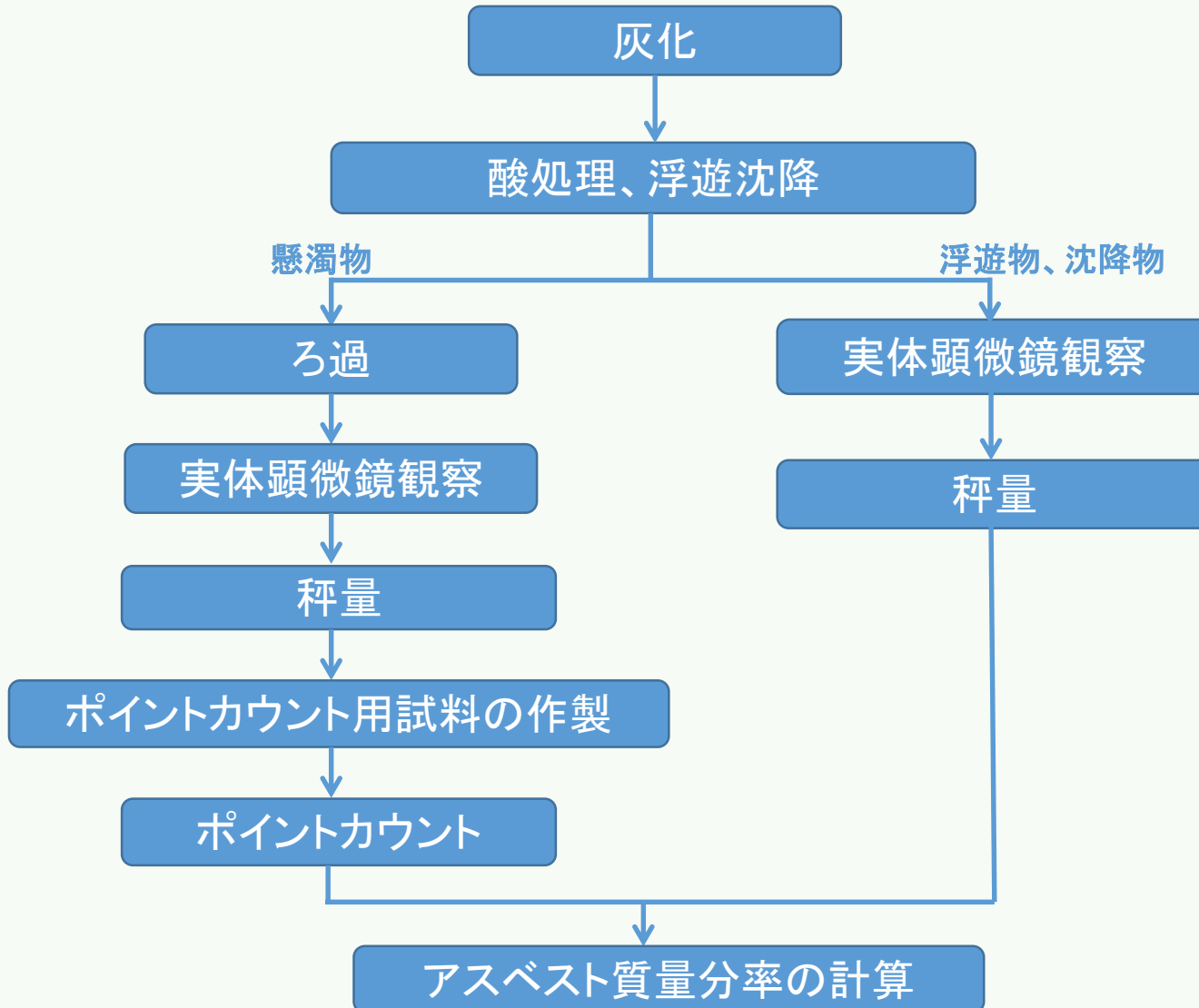
- ・ 450°C、4時間以上での灰化により有機物を除去

2. 酸処理・浮遊沈降

- ・ 2mol/L塩酸で15分間攪拌し、酸可溶物を除去
- ・ 沈殿物、浮遊物、懸濁物に分ける
- ・ 沈殿物、懸濁物を実体顕微鏡で確認

3. 定量分析

- ・ 残渣を偏光顕微鏡または電子顕微鏡により分析してアスベストの質量分率を求める。
 - ①偏光顕微鏡：目視評価 or ポイントカウント
 - ②走査電子顕微鏡：目視評価 or ポイントカウント or 繊維計数
 - ③透過電子顕微鏡：目視評価 or 繊維計数



1. 防じんフード
2. 実体顕微鏡
3. 偏光顕微鏡
4. メノウ乳鉢・乳棒
5. 化学天秤(読み取り限度0.1mg以下のもの)
6. マッフル炉
7. ホットプレート
8. フィルタ径25mm及び47mmの吸引濾過装置(ガラスベース)
9. マグネチックスターラー
10. 三角フラスコ(200mL)
11. 磁性るつぼ
12. ポリカーボネートフィルター(孔径0.4 μ m、47mm径)
13. 混合セルロースエステル(孔径0.4 μ m、25mm径)

1. 灰化

試料を $450^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ のマッフル炉で4時間以上灰化させる

※るつぼの中身を確認の上、有機物の除去が不十分であればさらに加熱を続ける

【留意点1】

事前に有機物がほとんど含まれていないと分かっている試料であれば、灰化処理を省略することができる

【留意点2】

温度は 485°C まで上げててもよいが、 500°C を超えるとクリソタイルが分解し始めるためこれ以上の温度にはしない。

【留意点3】

アモサイト、クロシドライトの色、光学的特性は加熱により変化する。

2. 酸処理・浮遊沈降

① 酸処理

- ・ 200mLの三角フラスコに試料を入れ、2mol/L塩酸を加えてマグネチックスターラーで**15分間**攪拌する
- ・ 床タイルの場合には、ドロマイトなどの溶けにくい成分が含まれるため濃塩酸を使用する

【留意点1】

メノウ乳鉢に灰化済みの試料を入れ、蒸留水0.5mLで湿らせてからすりつぶして濃塩酸2mLを加える

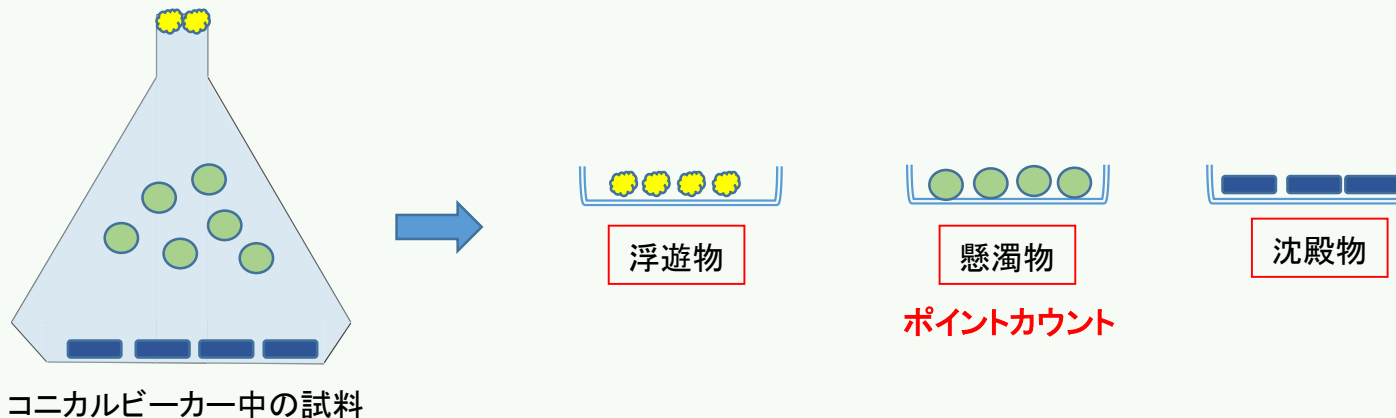
【留意点2】

濃塩酸中に20分以上放置しないようにする

2. 酸処理・浮遊沈降

②浮遊沈降法

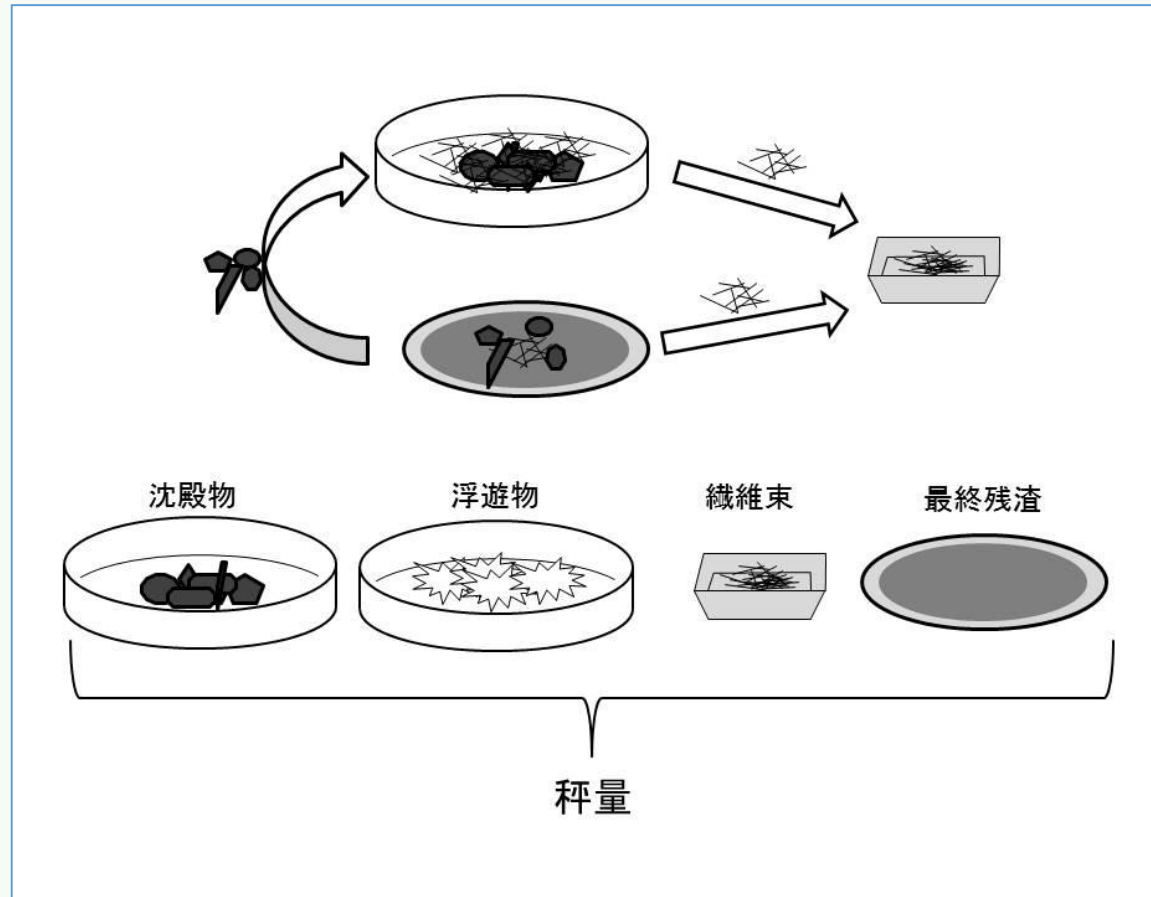
- ・酸処理後、浮遊沈降法により、**浮遊物**、**沈殿物**、**懸濁物**に分ける
- ・水面に浮いているものがあれば取り除く(**浮遊物**)
- ・沈殿している大きな粒子がある場合は取り除く(**沈殿物**)
- ・懸濁液から0.5-4mL分取して5mL以上の蒸留水を加え、
φ 25mmのMCEフィルタにろ過(最低4枚作製)し、残りの懸濁液は
φ 47mmの秤量済みのポリカーボネート(PC)フィルタにろ過する(**懸濁物**)



2. 酸処理・浮遊沈降

③実体顕微鏡による観察

- ・沈殿物、懸濁物をそれぞれ**実体顕微鏡**で確認する
- ・確認できる大きな**アスベスト繊維束**があれば、取り出して秤量済みの容器に入れる
(アルミホイルを成形したものでよい)
- ・確認できる大きな**非アスベスト**粒子があれば、取り出して沈殿物に入れる。
- ・沈殿物を秤量済みの容器に移す
- ・浮遊物、沈殿物、懸濁物をそれぞれ秤量する



方法1: MCEフィルタから作製する方法

- ①ジメチルホルムアミド35%、氷酢酸15%、蒸留水50%からなる混合液を用意する
- ②混合液100 μ Lをスライドに載せ、MCEフィルタを浸して加熱し、透明化する
- ③トリアセチンを滴下し、カバーガラスを載せる



φ 25mm MECフィルター

方法2: 残渣から作製する方法

- ①PCフィルタ上の残渣を少量取り、浸液を滴下してよく試料を広げ、カバーガラスを載せる
- ②浸液は、対象となるアスベストとは**違う屈折率の浸液**を選ぶ(クリソタイルやアモサイトなら1.605など)



φ 47mm PCフィルター

ポイントカウントの基準

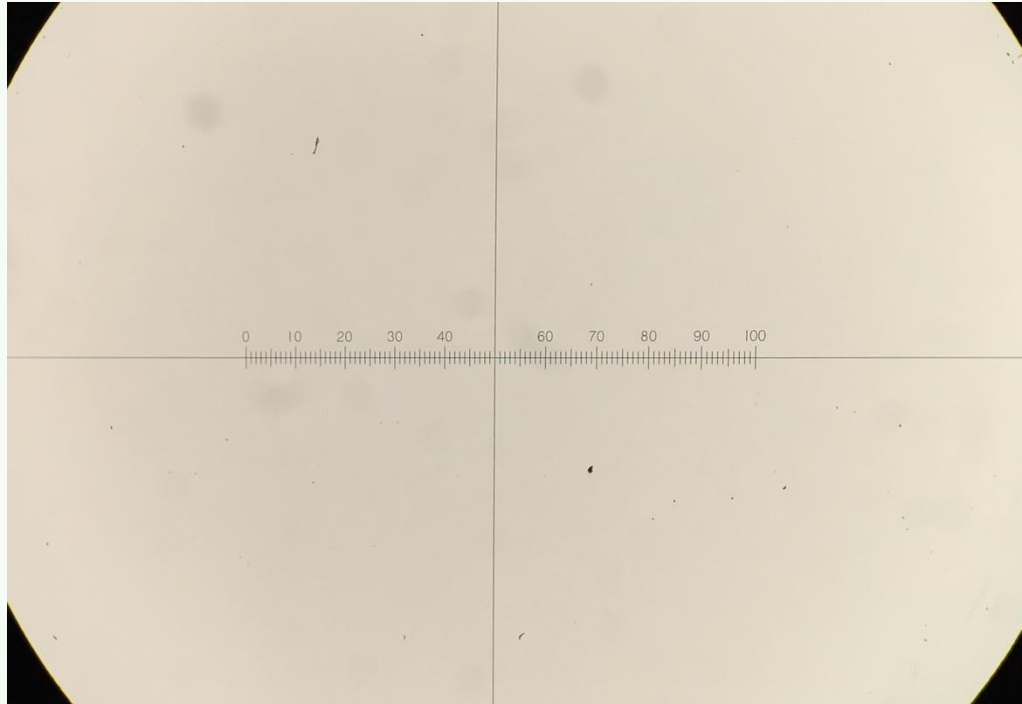
- ①スライドをスキャンして、一番大きい粒子の径と一番太いアスベスト繊維の径を記録する
- ②一番大きい粒子径の10%を超える径の粒子のみを計数する
- ③一番太い繊維の繊維径の20%を超える径の繊維のみを計数する
- ④スライドを動かして視野の十字線が計数対象となる粒子・繊維と一致したときのみポイントを計数する
- ⑤ポイントはスライド全体に分布するようにする
- ⑥計数を止める条件(以下のいずれか)
 - ・アスベストポイント数が20に達する
 - ・全ポイント数が $130 \times \text{残渣率}(\%)$ に達する

但し、最低でも全ポイント数が100になるまで、最低2枚のスライドを使用して計数する

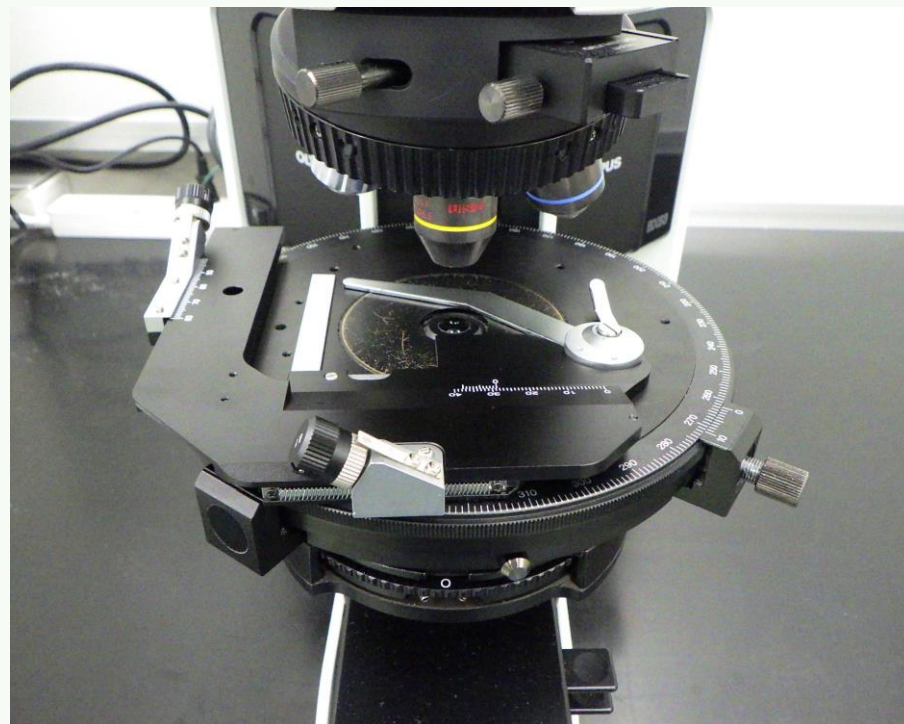
【留意点1】

測定点を動かす際に測定者の意思が入らないようにする

→ ポイントカウント用メカニカルステージの使用



接眼マイクロメータは対物マイクロメータを使用して目盛の較正をしておく。



一定間隔でスライドを左右上下に移動させることができる

下記の式より、アスベストの試料分率を算出する

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

W: 開始時の試料重量 (g)

M: 沈殿物と懸濁物から取り出したアスベスト繊維束の重量 (g)

R: ポリカーボネートフィルター上の懸濁物の重量 (g)

A: アスベストポイントの数

N: 全ポイントの数

※両側95%信頼区間の上限値と下限値も計算する

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) 分析結果
- 6) 別添データ(共通事項)
 - 6.1) 偏光顕微鏡の型式
 - 6.2) 使用した天秤のメーカー、形式、読み取り限度
- 7) 別添データ(試料別)
 - 7.1) 試料採取履歴(詳細)
 - 7.2) ポイントカウント用試料の作製
 - 7.3) 試料の重量濃縮結果
 - 7.4) ポイントカウント結果