

## リフラクトリーセラミックファイバーの測定についての提案

(一社) 日本繊維状物質研究協会  
専務理事 小西 淑人

### 1. 基本の測定方法

- サンプリング方法：φ25 mmのセルローズエステル製のプレインの白色面ブランフィルターをろ過材とし、毎分1 Lの吸引速でA測定は継続20分間以上、B測定は10分間ろ過捕集を行う。
- 分析方法：サンプリング後のフィルターをサンプリング面を上にして、アセトンでフィルターを透明化処理後、トリアセチンを浸液として滴下し、40倍の位相差対物レンズを使用し、総合倍率400倍の位相差顕微鏡により、長さ5 μm以上、幅3 μm未満、アスペクト比3以上の繊維状物質を対象繊維として、50視野について計数分析を行う。※1

※1：この測定法の定量下限は、採じん面の直径23 mm、計数視野の直径0.3 mm、50視野野を計数した場合

A測定：0.0155 f/cm<sup>3</sup>、B測定：0.031 f/cm<sup>3</sup>

- 評価方法：各測定点で得られた繊維数濃度からM、σ、E<sub>AI</sub>、E<sub>AII</sub>、C<sub>B</sub>を計算し管理濃度(E)により評価し管理区分を決定する。

《問題点》：この方法で得られた濃度はリフラクトリーセラミックファイバーとそれ以外の繊維状物質を含んだ総繊維数濃度のため、必ずしもリフラクトリーセラミックファイバー濃度とはならない。

《解決方法》

- ① 作業環境測定はリフラクトリーセラミックファイバーを取り扱う作業場で実施されるので、当該繊維以外の繊維状物質が含まれていても、石綿の作業環境測定と同様に、得られた濃度をリフラクトリーセラミックファイバー濃度とみなして管理する。
- ② この方法の管理は安全側の管理となる。

## 2. リフラクトリーセラミックファイバーの繊維に限定した測定方法

○サンプリング方法：1. と同様に行う。

○分析方法：サンプリング後のフィルターをサンプリング面を下にして、アセトンでフィルターを透明化処理後、低温灰化装置でフィルターを焼却し、リフラクトリーセラミックファイバーの屈折率と同等の浸液（屈折率 1.530～1.540）<sup>※2</sup>を滴下して、位相差・分散顕微鏡又は位相差・偏光顕微鏡で 40 倍の分散対物レンズを使用して、総合倍率 400 倍で分散色を示した、長さ 5  $\mu$ m 以上、幅 3  $\mu$ m 未満、アスペクト比 3 以上の繊維状物質でアナライザーで分散色の変化が認められない繊維をリフラクトリーセラミックファイバーとして、50 視野について計数分析を行う。

※2：適切な浸液を選択することが重要であり、測定対象作業場で生産あるいは使用されているリフラクトリーセラミックファイバーのサンプルを採取し、予め最も鋭敏な分散色を示す浸液を選択しておくことが必要である。

○評価方法：各測定点で得られた繊維数濃度から  $M$ 、 $\sigma$ 、 $E_{A I}$ 、 $E_{A II}$ 、 $C_B$  を計算し管理濃度（ $E$ ）により評価し管理区分を決定する。

《問題点》：すべてのフィルターを低温灰化する場合に時間がかかる。

### 《解決方法》

- ① サンプリング後のフィルターをサンプリング面を下にして、アセトンでフィルターを透明化処理後、1. と同様に総繊維数を計数し、管理濃度（ $E$ ）を超える可能性がある場合だけ 2. の方法でリフラクトリーセラミックファイバー濃度をもとめる。
- ② この場合は管理濃度（ $E$ ）から何本の繊維があれば管理濃度（ $E$ ）を超える可能性があるかを予め計算しておき、その値を目安にする。<sup>※3</sup>

※3：採じんした面積：415.265mm<sup>2</sup>（ $\phi$  25 mm－23 mm）、1 視野の面積：0.07065mm<sup>2</sup>（ $\phi$  0.3 mm）、採気量：A測定 20L、B測定 10L、計数した視野の数：50 視野の場合に管理濃度を超える可能性の目安。

○管理濃度（ $E$ ）を 0.2 f/cm<sup>3</sup>とした場合は

A測定が 34.2 本（2 視野で 2 本）、B測定が 17.2 本（3 視野で 1 本）

○管理濃度（ $E$ ）を 0.3 f/cm<sup>3</sup>とした場合は

A測定が 51.2 本（1 視野で 1 本）、B測定が 26.2 本（2 視野で 1 本）

○管理濃度（ $E$ ）を 0.5 f/cm<sup>3</sup>とした場合は

A測定が 85.2 本（1 視野で 2 本）、B測定が 43.2 本（2 視野で 3 本）

### 3. 繊維状粒子自動計測機を使用する測定方法

○サンプリング方法：単位作業場所のA測定点で継続 20 分間以上、B測定点で 10 分間測定し、濃度を記録する。

○評価方法：各測定点で得られた繊維数濃度から $M$ 、 $\sigma$ 、 $E_{A1}$ 、 $E_{A2}$ 、 $C_B$ を計算し管理濃度（E）により評価し管理区分を決定する。

《問題点》：この方法で得られた濃度は 1. と同様に、リフラクトリーセラミックファイバーとそれ以外の繊維状物質を含んだ総繊維数濃度のため、必ずしもリフラクトリーセラミックファイバー濃度とはならない。

《解決方法》

- ① 単位作業場所内の 1 か所で繊維状粒子自動計測機と 2. の方法との併行測定を 20 分間以上行い、総繊維数濃度に対するリフラクトリーセラミックファイバー濃度の換算計数を求めて、各測定点の濃度に換算計数を乗じてリフラクトリーセラミックファイバー濃度に変換する。
- ② 繊維状粒子自動計測機の表示濃度が管理濃度（E）を超えた場合に、繊維状粒子自動計測機の全てのバックアップフィルターを 2. の方法で分析し、各測定点のリフラクトリーセラミックファイバー濃度をもとめる。
- ③ 繊維状粒子自動計測機の表示濃度が管理濃度（E）を超えた場合に、繊維状粒子自動計測機の 1 台のバックアップフィルターを 2. の方法で分析し、測定された総繊維数濃度に対するリフラクトリーセラミックファイバー濃度の換算計数を求めて、各測定点の濃度に換算計数を乗じてリフラクトリーセラミックファイバー濃度に変換する。

## 分散染色法によるリフラクトリーセラミックファイバーの分析手順

### 1. サンプルの前処理

- ① サンプリング後のフィルターをホルダーから取り出し、清拭したスライドガラスの上にサンプリング面を裏側にして載せる。
- ② ①のスライドガラスをアセトン蒸気発生装置（クイックフィックス）の所定の位置にセットし、アセトン蒸気で固定処理（透明化処理）を行う。
- ③ 次に固定処理したスライドガラスを、Plasma Reactor を使用して、低温灰化処理を行う。  
(条件の設定例：出力電力は 200W、反射電力は 8W 以下、酸素流量を 50ml/min とし、6 時間)

### 2. 分散染色法による分析

- ① 低温灰化処理が終了した試料をそのまま使用して、×40 位の位相差対物レンズを装着した位相差顕微鏡を使用して総合倍率 400 倍で計数分析を実施し、長さ 5  $\mu\text{m}$  以上、幅 3  $\mu\text{m}$  未満、アスペクト比 3 以上の無機質総繊維数をランダムに 50 視野計数する。
- ② 2.①の低温灰化処理が終了した試料に、測定対象のリフラクトリーセラミックファイバーの屈折率に対応した浸液を 2～3 滴を目安に滴下して、清拭したカバーガラスを載せて分散染色分析用の試料とする。
- ③ 位相差・分散顕微鏡のステージジに試料をセットし、分散対物レンズ×40 倍を装着した位相差・分散顕微鏡を使用して総合倍率 400 倍で計数分析を実施し、鋭敏分散色（レッドパープル）を示した長さ 5  $\mu\text{m}$  以上、幅 3  $\mu\text{m}$  未満、アスペクト比 3 以上のリフラクトリーセラミックファイバーの繊維数をランダムに 50 視野計数する。

※1. 2. ①の無機質総繊維数濃度の算出がは必ずしも必要としないので、その場合は、2. ②から実施する。

※2. リフラクトリー セラミックファイバーの屈折率は 1.53～1.54 程度であると思われるが、作業環境測定を実施した作業場内で測定対象となった試料を採取し、予め、鋭敏分散色を示す屈折率の浸液を特定して使用すること。

※3. 使用する浸液のカーギルオイルは、25℃での屈折率を保障しているため、分析を行う顕微鏡設置場所の室温を 25℃に保っておくこと。

### 3. リフラクトリーセラミックファイバー濃度の計算

リフラクトリーセラミックファイバー濃度は次式により求める。

$$C_F = \frac{A \cdot (N_F - N_b)}{a \cdot n \cdot Q \times 10^3}$$

ただし、 $C_F$ ：リフラクトリーセラミックファイバー濃度 ( $f/cm^3$ )

$A$ ：採じんした面積（メンブランフィルターの有効ろ過面積） ( $mm^2$ )

$N_F$ ：分散色を示した計数繊維の総数 ( $f$ )

$N_b$ ：ブランクの値 ( $f$ )

$a$ ：計数した1視野の面積 ( $mm^2$ )

$n$ ：計数した視野の数（50視野）

$Q$ ：採気量 (L)

### 4. 定量下限

定量下限は、50視野中に1本のリフラクトリーセラミックファイバーがあった場合の95%信頼限界の上限に相当する値として次式により求める。

$$S = \frac{A \times (1 + 1.645\sqrt{NF})}{A \times n \times Q \times 10^3} = \frac{2.645 \times A}{A \times 50 \times Q \times 10^3}$$

ただし、 $S$ ：定量下限 ( $f/cm^3$ )

$A$ ：フィルターの採じん面積 ( $mm^2$ )

$NF$ ：分散色を示した計数繊維の総数 ( $f$ ) で1本と仮定する。

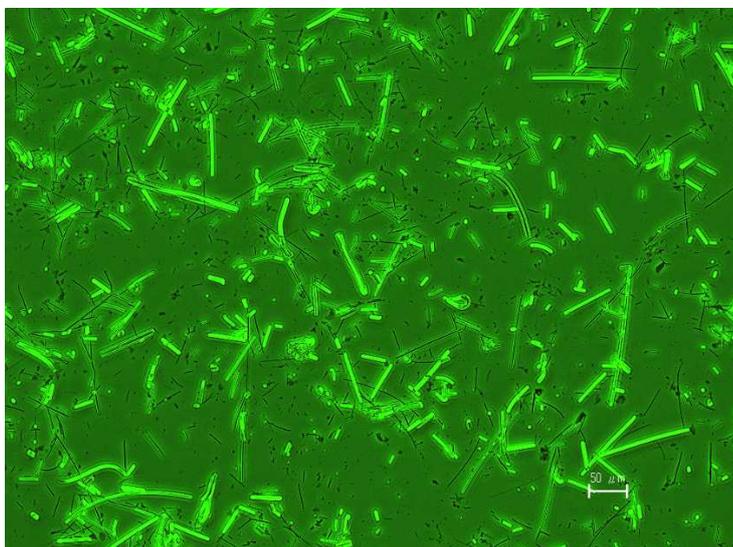
$a$ ：計数した1視野の面積 ( $mm^2$ )

$n$ ：計数した視野の数で50視野とする。

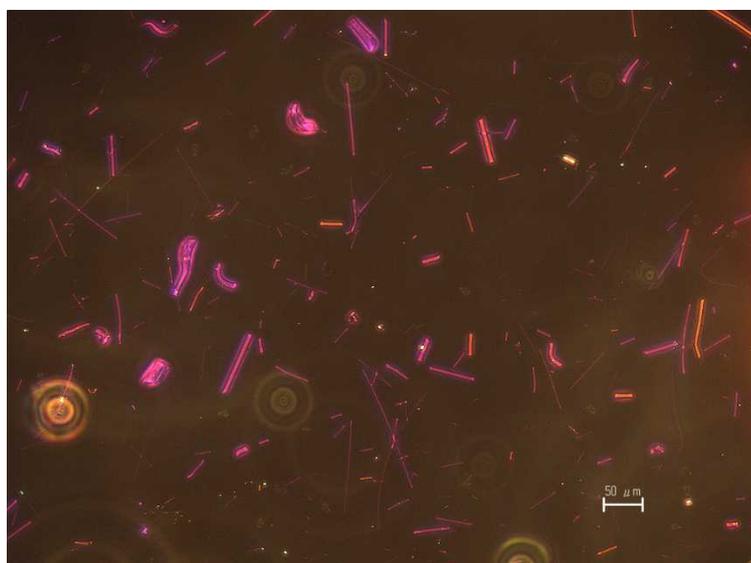
$Q$ ：採気量 (L)

## リフラクトリーセラミックファイバーの分散色の例

### 1. イソライト工業、イソウル 1260

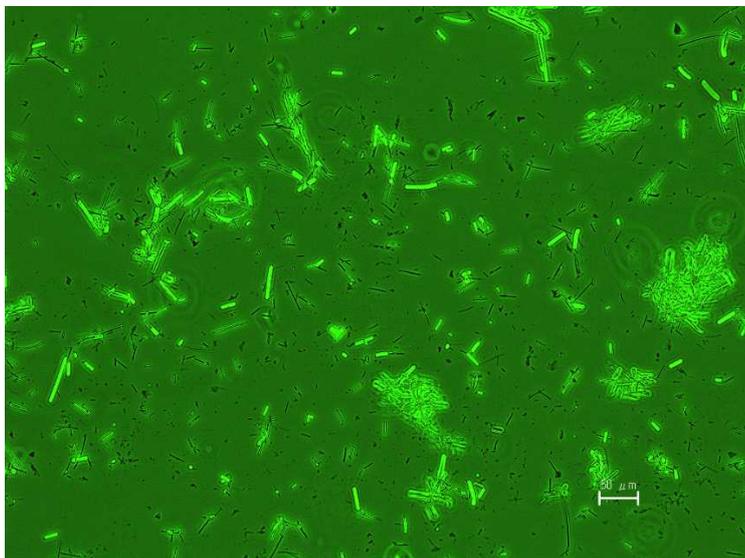


位相差顕微鏡：トリアセチン、総合倍率 100 倍

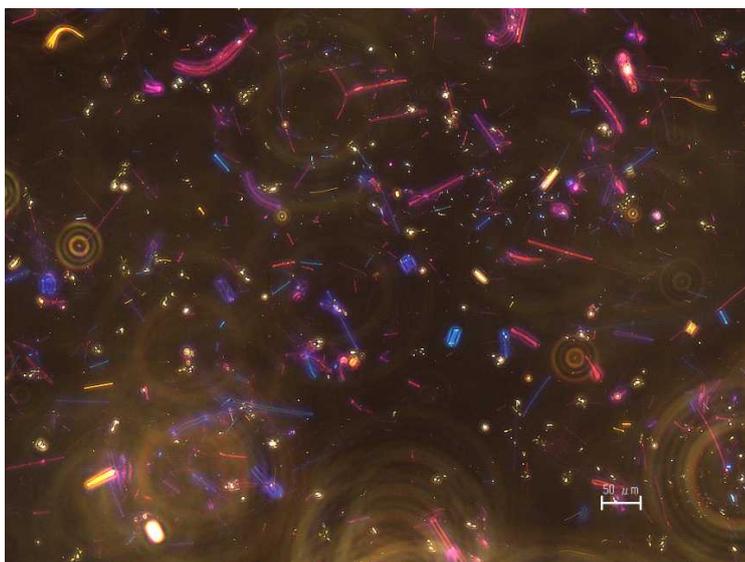


位相差・分散顕微鏡： $n = 1.536$ 、総合倍率 100 倍

## 2. JASFM 標準物質 : RF1

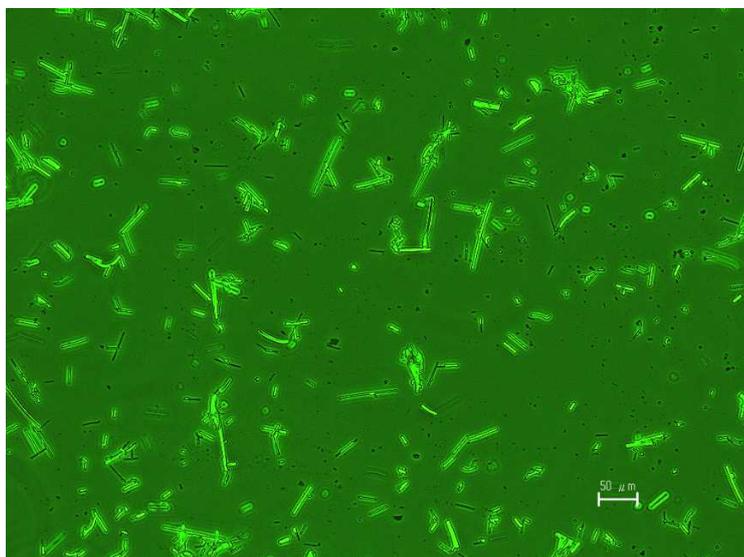


位相差顕微鏡 : トリアセチン、総合倍率 100 倍

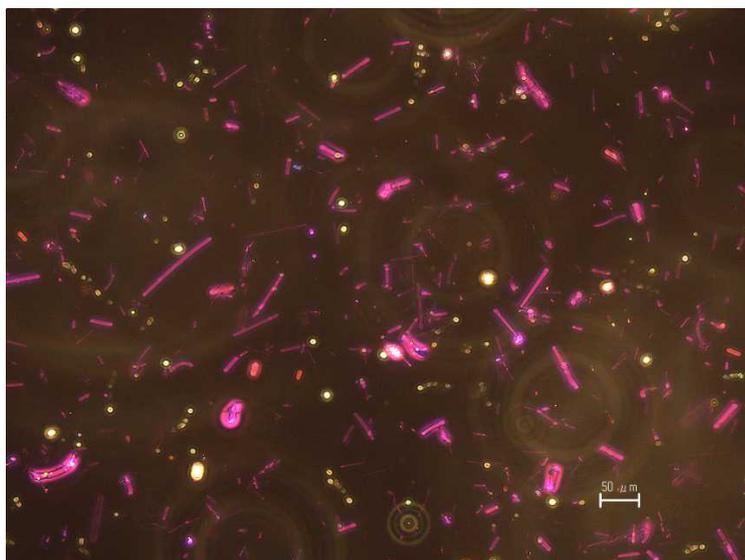


位相差・分散顕微鏡 :  $n = 1.540$ 、総合倍率 100 倍

### 3. JASFM 標準物質 : RF2

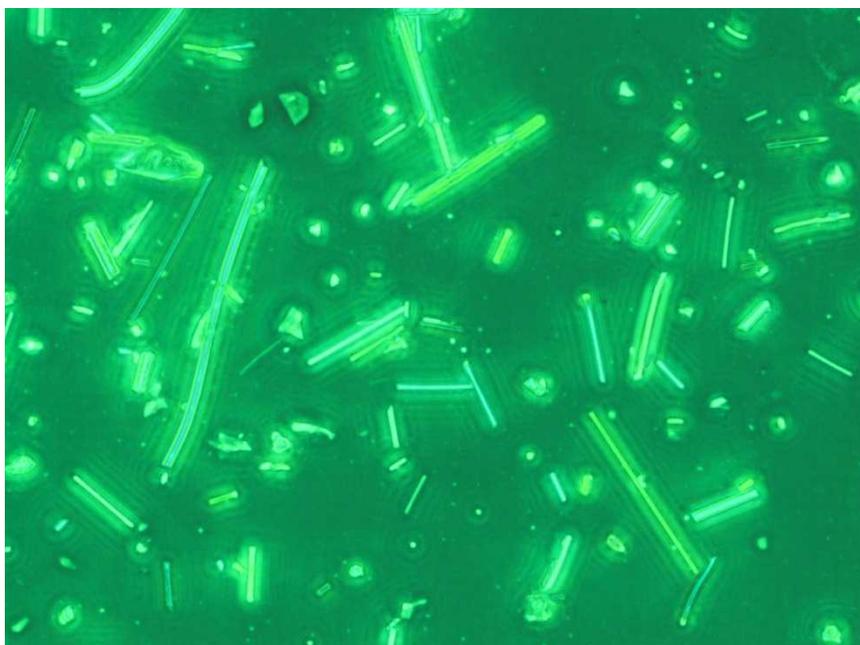


位相差顕微鏡：トリアセチン、総合倍率 100 倍

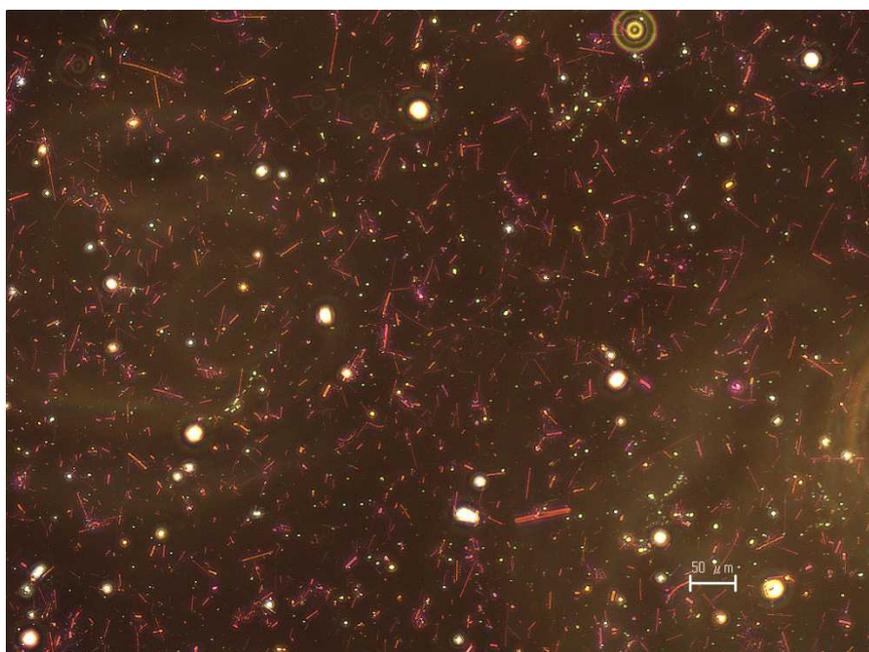


位相差・分散顕微鏡： $n = 1.540$ 、総合倍率 100 倍

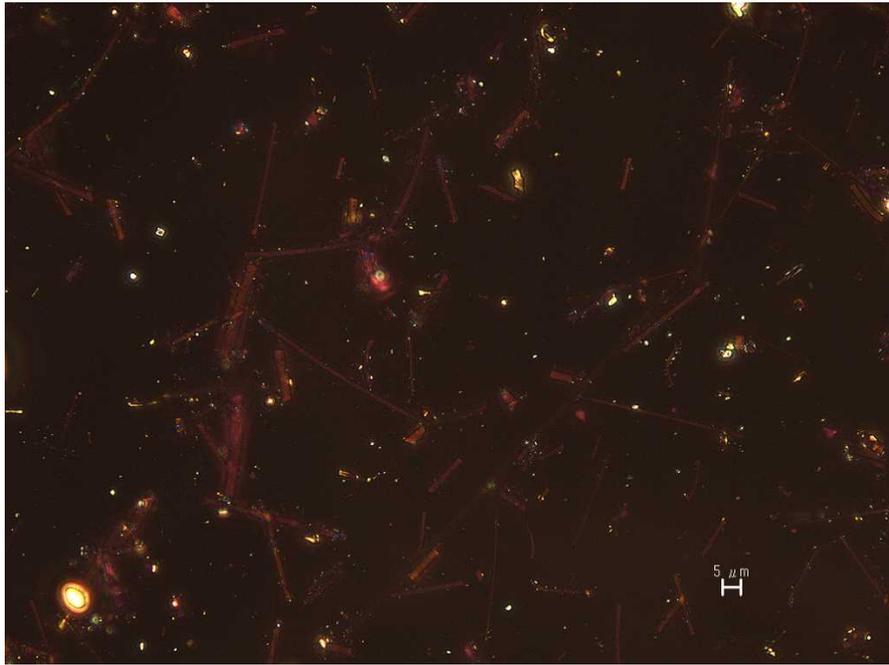
#### 4. イソライト工業、イソウル 1260 のフィルターサンプル



位相差顕微鏡：トリアセチン、総合倍率 400 倍

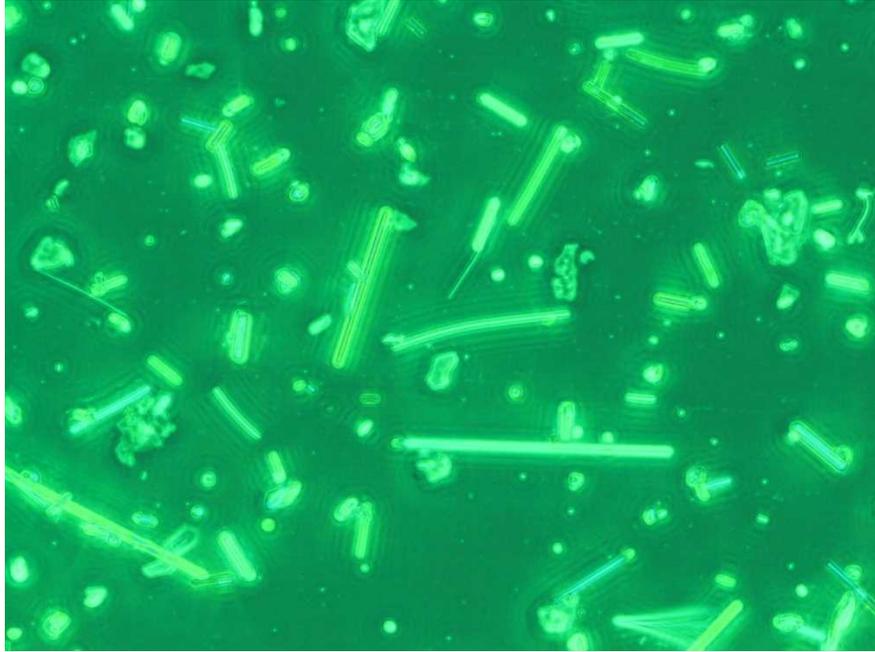


位相差・分散顕微鏡： $n = 1.536$ 、総合倍率 100 倍

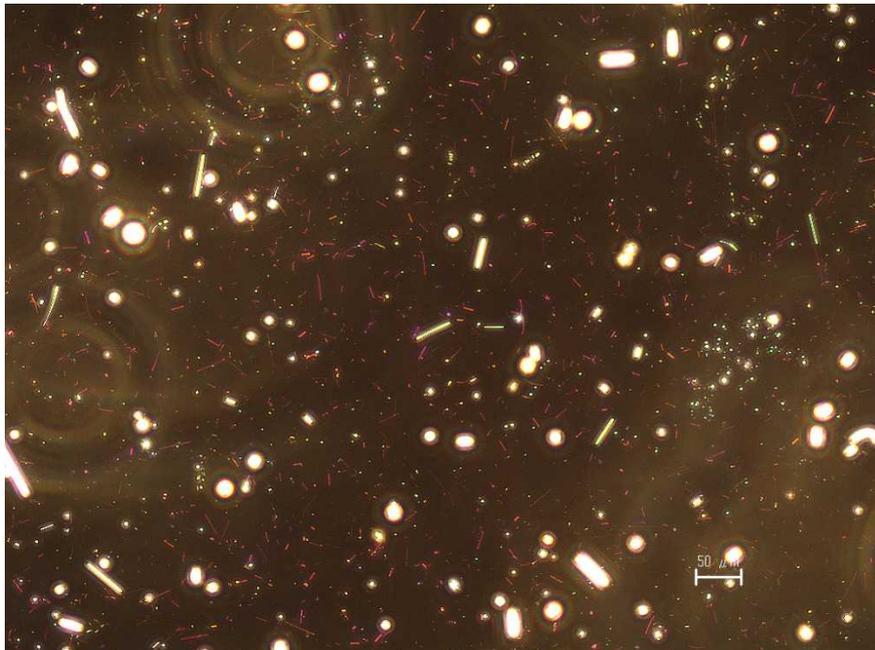


位相差・分散顕微鏡： $n = 1.536$ 、総合倍率 400 倍

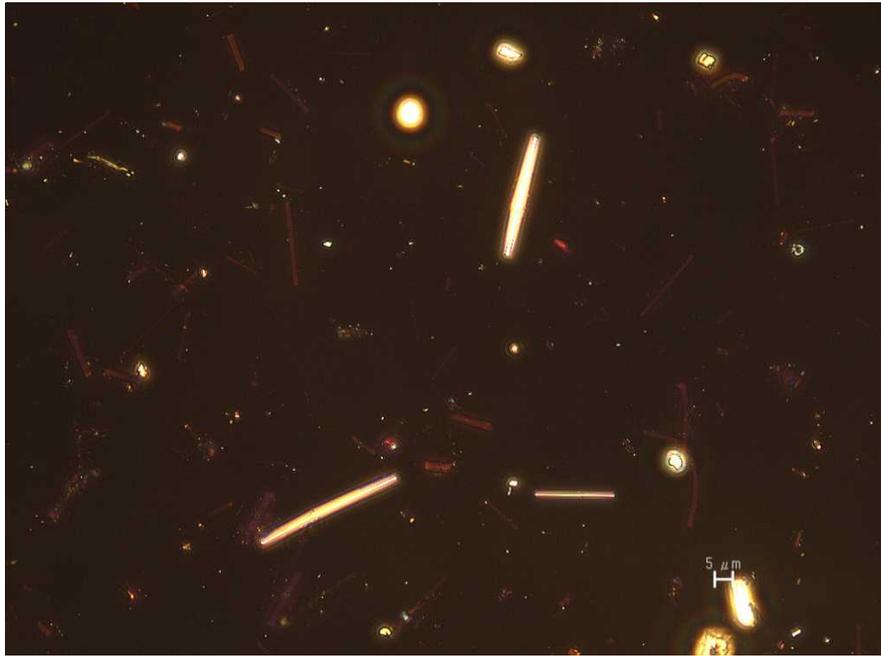
5. イソライト工業、イソウール 1260 とロックウール混合試料の  
フィルターサンプル



位相差顕微鏡：トリアセチン、総合倍率 400 倍



位相差・分散顕微鏡： $n = 1.536$ 、総合倍率 100 倍



位相差・分散顕微鏡： $n = 1.536$ 、総合倍率 400 倍

## ◎ 防耐火実験棟 測定結果 (平成 18 年 1 月 27 日 (金) 測定)

## 1. サンプルング方法

φ25mmの白色メンブランフィルター（ミリポア社製）をろ過材としてカウル付オープンフェイスホルダーに充填し、Aircon2(日本カノマックス(株)社製)のポンプを使用して毎分 5 L の吸引速度で連続した 2 時間から 4 時間のサンプルングを実施した。

## 2. 分析方法

○無機質総繊維数濃度（プラズマリアクターによる灰化处理済み）

総繊維数濃度①の分析は、φ25mm の白色メンブランフィルターはそのままフィルターの採じん面を裏面にし、スライドガラスに載せ、アセトン蒸気発生装置によりアセトン蒸気で透明化した。次に透明化したスライドガラスは、Plasma Reactor PR-31 を使用して、低温灰化处理を行った。（設定条件は、出力電力は 200W、反射電力は 8W 以下、酸素流量を 70ml/min とし、24 時間とした。）

低温灰化处理が終了した試料をトリアセチンで固定して×40 倍の対物レンズを装着した位相差顕微鏡を使用して総合倍率 400 倍で計数分析を実施した。

分析条件は、ろ紙の有効径が直径 22mm、計数視野の直径は 0.3mm、計数した視野数は 50 である。

○セラミックファイバー濃度

低温灰化处理が終了した試料は、セラミックファイバーは、屈折率  $n_D=1.550$  の浸液を滴下して×40 倍の対物レンズを装着した位相差顕微鏡を使用して総合倍率 400 倍で計数分析を実施した。

分析条件は、ろ紙の有効径が直径 22mm、計数視野の直径は 0.3mm、計数した視野数は 50 である。

測定点	無機質総繊維数濃度 ( f /cm <sup>3</sup> ) (プラズマ処理)	セラミックファイバー 濃度 ( f / cm <sup>3</sup> )
1	0.0387	0.0344
2	0.0495	0.0172
3	0.0409	0.0129
4	0.0237	0.0086
5	0.0215	0.0064
6	0.0366	0.0258

◎セラミックファイバー濃度の評価

$$M1 = 0.0149$$

$$\sigma_1 = 1.90 \quad M = 0.0149$$

$$\sigma = 2.52$$

$$EA1 = 0.0682$$

$$EA2 = 0.0228$$

E = 0.2 f /L の場合の管理区分：第1 管理区分

E = 0.3 f /L の場合の管理区分：第1 管理区分

E = 0.5 f /L の場合の管理区分：第1 管理区分