

石綿則に基づく事前調査の  
アスベスト分析マニュアル  
【1.20版】

平成30年3月

厚生労働省



## はじめに

本「アスベスト分析マニュアル」（1.20版）は、平成29年度の厚生労働省委託事業における「アスベスト分析マニュアル」改訂に係る検討会で、同マニュアル1.10版ないし1.11版の改訂について検討し、作成したものである。今般の改訂では、主に、①「本マニュアルを使用するに当たって」の追加、②電子顕微鏡による定性分析方法の追加、③試料採取時の情報伝達と責任分担に関する記載、などを行った。

建築物又は工作物の解体、破砕等の作業を行うときは、作業者のアスベストばく露を防止するために様々な措置を定めている石綿障害予防規則に基づき、当該建築物等について事前にアスベスト等の使用の有無を調査しなければならない。本マニュアルは、その事前調査においてアスベストの有無を適切に分析するために、分析者に詳しい情報とノウハウを伝えることを目的に策定したものである。

建材製品中のアスベスト含有率測定方法として、JIS A 1481が定められており、当該規格は現在4部構成となっている。第1部は、建材等のバルク材中のアスベストを主に光学顕微鏡で定性分析する方法を示したISO22262-1:2012の翻訳版である。第2部と第3部は、従来のJIS A 1481の定性分析部分と定量分析部分に対応しており、2014年の改訂で、第2部は光学顕微鏡とX線回折分析を用いて行う定性分析、第3部はX線回折による定量分析となった。第4部は、ISO22262-2:2014の翻訳版で、主に試料処理方法と光学顕微鏡を用いた定量分析である。

こうした中で本マニュアルでは、第3章、第4章ではアスベストを0.1%を超えて含有するか否かについて定性的に判定する方法を、第5章、第6章はアスベストの含有量（含有率）を定量的に求める方法を記載してある。

これらの方法はJIS A 1481規格群を基にして、石綿障害予防規則第3条の事前調査の目的に合致するように、新たな知見等に基づいて追加、修正したものである。また、第7章において、定性分析における光学顕微鏡ではアスベストの確認が難しいときに推奨されている電子顕微鏡によるアスベスト繊維の同定方法を記載している。

そのため、内容等、JIS A 1481規格群と異なる部分もある点に留意して使用する必要がある。

今後、さらに分析精度等が担保できる新たな方法が確立された場合には改訂・追加していく予定である。

また、アスベストの規制基準が1%の頃に分析した結果や、アスベストとしてクリソタイル、アモサイト、クロシドライトの3種類のみを分析した結果に基づいて解体・改修工事を行ない、アスベスト漏洩等の事故が発生している場合が見られる。現在は0.1%を超えて含有する物がアスベスト含有物として規制の対象とされている。また、アスベストは上記の3種類のみではなく、アンソフィライト、トレモライトおよびアクチノラ

イトのアスベストも含まれることは以前から変わりはない。分析者および分析依頼者はこれらに関しても本マニュアルの留意点を参考に注意を払っていただきたい。

なお、本マニュアルでは、石綿則の事前調査における分析方方のほか、「天然鉱物中の石綿含有率の分析方法の検討結果 報告書」の内容も掲載している。また、用語について、第1章においては法令上の表現と合わせて「石綿」とし、第2章以降（ただし第8章は除く）においては、本マニュアルが JIS A 1481 の流れを汲むものであることから、JIS の表現と合わせて「アスベスト」で統一することとした。

#### [主な改訂履歴]

- 1.00 版 平成 25 年度厚生労働省委託事業「適切な石綿含有建材の分析の実施支援事業」における検討委員会により策定
- 1.03 版 平成 26 年度厚生労働省委託事業「建築物の解体事業時の石綿漏洩防止対策に係る周知啓発事業」における検討会により改訂
- 1.04 版 平成 27 年度厚生労働省委託事業「建築物の解体事業時の石綿漏洩防止対策等に係る周知啓発事業」における検討会により改訂
- 1.10 版 平成 28 年度厚生労働省委託事業「石綿分析機関能力向上事業」における検討会により改訂
- 1.11 版 平成 28 年度厚生労働省委託事業「石綿分析機関能力向上事業」における検討会により改訂（1.10 版の未反映部分の反映）
- 1.12 版 所要の修正
- 1.20 版 平成 29 年度厚生労働省委託事業「建築物の解体時の石綿漏洩防止対策に係る周知啓発事業」における検討会により改訂

厚生労働省委託事業「平成 29 年度建築物の解体時の石綿漏洩防止対策等に係る周知啓発事業」

平成 29 年度「アスベスト分析マニュアル」改訂に係る検討会 委員名簿

委 員		所 属
委員長	神山 宣彦	前東洋大学経済学部教授 独立行政法人労働者健康安全機構労働安全衛生総合研究所 フェロー研究員
委 員	小沢 絢子	株式会社 EFAラボラトリーズ
委 員	角元 利彦	公益社団法人日本作業環境測定協会
委 員	小坂 浩	元 兵庫県立健康環境科学研究所
委 員	小西 淑人	一般社団法人 日本繊維状物質研究協会
委 員	高田 礼子	聖マリアンナ医科大学
委 員	富田 雅行	一般社団法人 JATI 協会
委 員	中村 憲司	独立行政法人労働者健康安全機構労働安全衛生総合研究所
委 員	名古屋俊士	早稲田大学 名誉教授
委 員	山崎 淳司	早稲田大学 理工学術院 創造理工学部 環境資源工学科
臨時委員	舟田 南海	株式会社 分析センター
オブザーバー	橋本 花那子	経済産業省 産業技術環境局 国際標準課
オブザーバー	廣田 由紀	環境省 水・大気環境局 大気環境課

※委員は五十音順

委託側担当者	小林 弦太	厚生労働省 労働基準局 安全衛生部 化学物質対策課
--------	-------	---------------------------

平成 29 年度アスベスト分析マニュアル改訂に係る検討会運営事務局

局 員		所 属
統 括	脇谷壮太郎	日本水処理工業株式会社 常務取締役
統括代理 (事務)	山形 聡志	同上 営業部 主任
統括代理 (技術)	中嶋 正旨	同上 検査課 室長
事務担当	山下 重光	同上 営業部 部長
事務担当	中村 麻由	同上 品質管理部 課長代理
事務担当	小俣実沙子	同上 品質管理部
技術担当 (分析)	吉本 雅哉	同上 検査課 課長
事務担当	菟原 昌博	同上 総務部 部長
技術担当 (採取)	東 羊一	同上 営業部 主任

上記の所属先などはいずれも平成30年3月1日現在のものである。

## 本マニュアルを使用するにあたって

建材中のアスベスト分析に当たっては、光学顕微鏡の調整をはじめとした分析機器の基本操作に習熟が不可欠であるのはもちろんのこと、分析方法の原理や鉱物に関する基礎的な知識を習得し、分析機器の長所や短所を理解しなければ、適切に分析を行うことは困難である。本マニュアルでは、これら基本操作や基礎知識等の記載は省略しており、そうした操作・知識等を習得した分析者が参照することを前提として記載している。

加えて、建材中のアスベスト分析は微量分析であり、難易度の高いものであるが、訓練を重ねることにより分析の精度は高めることができる。また、難易度の高い分析であることから、その精度を担保するためには、単に本マニュアルの記載内容を理解すれば足りるわけではなく、分析者は、自らに訓練の機会を設け、他の分析者・事例からも率先して学習し、絶えず研鑽を積む必要があることを認識しなければならない。

さらに、対象となる分析検体は多種多様であり、分析に当たっては、建材の組成や各構成物質に関する知識をはじめ、分析対象の建材の施工状況と暴露環境、そこから推定される反応と劣化の履歴等、多方面の知識と判断を要する。分析者は、こうした必要な知識・技能の下、分析検体等の各種状況・条件に応じて、本マニュアルの各章に示す方法から最高の分析精度を担保できる方法を適切に選択すべきである。また、分析者は、本マニュアルの記載内容を杓子定規に捉えてしまうことで、不合理なケースに対して機械的に適用・不適用を判断してはならない。むしろ、本マニュアルの内容を以て思考停止に陥らず、分析の原理等を理解した上で分析精度が高まるよう柔軟に分析手順に工夫を加える取り組みが推奨される。

## 目次

はじめに

本マニュアルを使用するにあたって

第1章. 建築物の解体・改修作業に係る石綿の事前調査方法	1
1.1. 石綿障害予防規則の事前調査	1
1.2. 石綿建材の種類と発じん性に影響する因子	1
1.3. 事前調査の流れ	6
1.4. 書面調査	7
1.4.1. 発注者への確認項目	7
1.4.2. 発注者や関係者からの情報収集	7
1.5. 現地調査	9
1.6. 石綿含有建材の概要	10
1.6.1. 吹付け材	10
1.6.2. 耐火被覆板、断熱材	13
1.6.3. 保温材	14
1.6.4. 成形板その他	15
1.6.5. 建築用仕上塗材	17
1.7. 分析調査の試料採取	20
1.7.1. 試料採取前の基礎的留意事項	20
1.7.1.1. 建築物	20
1.7.1.2. 工作物	22
1.7.1.3. 船舶等	23
1.8. 試料採取における注意事項	23
1.8.1. 試料採取にあたっての共通注意事項	23
1.8.2. 石綿を含む可能性のあるものの種別による試料採取の注意事項	24
1.8.2.1. 吹付け材	24
1.8.2.2. 耐火被覆材	27
1.8.2.3. 断熱材	27
1.8.2.4. 保温材	27
1.8.2.5. 成形板	28
1.8.2.6. 建築用仕上塗材	29
1.8.3. 試料採取時の情報伝達と責任分担の明確化について	35
第2章. 厚生労働省が定める石綿則に基づく建材分析等	37
2.1. 我が国で規定されてきた石綿含有率の分析方法	37

2.2. 分析マニュアルの概要	37
第3章. 定性分析方法1 (偏光顕微鏡法)	39
3.1. 分析の概要	39
3.2. 分析の手順	41
3.2.1. 試料調製	41
3.2.2. 肉眼および実体顕微鏡による予備観察	42
3.2.3. 前処理	42
3.2.4. 実体顕微鏡観察	43
3.2.5. 偏光顕微鏡用標本の作製	44
3.2.6. 偏光顕微鏡による同定	45
3.2.7. アスベスト質量分率の推定	51
3.3. 分析に影響を与える要素	53
3.3.1. 加熱を受けたアスベスト	53
3.3.2. 溶脱クリソタイル	54
3.3.3. 間違いやすい繊維	54
3.4. 不検出確定の手順	55
第4章. 定性分析方法2 (X線回折分析法・位相差分散顕微鏡法)	59
4.1. X線回折分析法、位相差分散顕微鏡法を併用した建材製品中のアスベストの定性分析方法の概要	59
4.1.1. 定性分析用試料の調製	60
4.1.1.1. 位相差・分散顕微鏡による定性分析用の一次分析試料の調製	60
4.1.1.2. X線回折分析方法による定性分析用の二次分析試料の調製	61
4.1.2. X線回折分析方法による定性分析方法	61
4.1.2.1. X線回折分析法による定性分析の基本的な解析手順	62
4.1.2.2. 石綿6種類及び関連鉱物のX線回折線データファイル(Cu-K $\alpha$ )	73
4.1.3. 一次分析試料による位相差・分散顕微鏡による定性分析方法	86
4.1.3.1. 標本の作製	86
4.1.3.2. 位相差・分散顕微鏡による定性分析方法	89
4.1.4. 吹付けパーミキュライトを対象とした定性分析方法	90
4.1.4.1. 塩化カリウム処理試料の調製	90
4.1.4.2. 吹付けパーミキュライト中のアスベスト含有の有無の分析方法	90
4.1.5. アスベスト含有の有無の判定方法	94
第5章. 定量分析方法1 (X線回折分析法)	96
5.1. X線回折分析法による建材製品中の石綿の定量分析方法の概要	96
5.2. 定量用二次分析試料および定量用三次分析試料の作製方法	96
5.2.1. 定量用二次分析試料の作製方法	96

5.2.2.	定量用三次分析試料の作製方法	98
5.2.3.	けい酸カルシウム保温材の前処理方法	98
5.3.	基底標準吸収補正法による X 線回折定量分析方法	99
5.3.1.	検量線の作成	99
5.3.2.	定量分析手順	100
5.3.3.	アスベスト含有率の算出	101
5.3.4.	検量線の検出下限及び定量下限	102
第 6 章.	定量分析方法 2 (偏光顕微鏡法)	104
6.1.	分析の概要	104
6.2.	分析の手順	104
6.2.1.	重量濃縮	104
6.2.1.1.	灰化による有機物の除去	105
6.2.1.2.	酸処理と沈降	105
6.2.2.	残渣中のアスベストの定量手順	107
6.2.2.1.	ポイントカウント用試料の準備	107
6.2.2.2.	ポイントカウントのための偏光顕微鏡の調整	107
6.2.2.3.	ポイントカウントの基準	108
6.2.2.4.	ポイントカウント結果の計算	109
第 7 章.	定性分析方法 3 (電子顕微鏡法)	110
7.1.	SEM の概要	110
7.2.	定性分析に用いる SEM の必要条件	111
7.3.	観察標本の作製	111
7.3.1.	SEM-A 法の作製方法	111
7.3.2.	SEM-B 法の作製方法	112
7.3.3.	SEM-C 法の作製方法	112
7.3.4.	試料作製における共通留意点	113
7.4.	観察と同定分析	113
7.5.	繊維形態観察と EDX 分析のポイント	115
第 8 章.	天然鉱物中の石綿含有率の分析について	118
8.1.	背景	118
8.2.	基本的考え方	118
8.3.	結論	121
8.4.	天然鉱物中の石綿含有率の分析方法	122
8.4.1.	適用範囲	122
8.4.2.	試料の採取・調製方法	123
8.4.3.	天然鉱物中の石綿含有率の分析方法	124

8.4.3.1.	タルク中の石綿含有率の分析方法	124
8.4.3.2.	セピオライト中の石綿含有率の分析方法	126
8.4.3.3.	パーミキュライト中の石綿含有率の分析方法	128
8.4.3.4.	天然ブルーサイト中の石綿含有率の分析方法	131
第9章.	分析結果の信頼性を確保するための分析機関としての望ましい組織体制	134
9.1.	管理上の要求事項	135
9.1.1.	組織体制	135
9.1.2.	分析結果の精度管理	136
9.1.3.	文書・分析試料の管理	137
9.2.	技術的要求事項	137
9.2.1.	分析者の技量	137
9.2.2.	設備	138
9.2.2.1.	施設および環境条件	138
9.2.2.2.	アスベスト標準試料等試薬の所有状況	139
9.2.2.3.	分析に必要な設備の所有状況	139
9.2.2.4.	管理	139
9.3.	その他	141

## 参考資料

アスベストアナライザー(マイクロフェーザー)による定性分析方法	143
標準試料データ	146
標準試料データ(既存データ)	242
石綿障害予防規則 第3条第2項に基づく事前調査における石綿分析結果報告書 様式	260
通達関連	293

## 第1章. 建築物の解体・改修作業に係る石綿の事前調査方法

### 1.1. 石綿障害予防規則の事前調査

石綿は、肺がんや中皮腫など重度の健康障害を及ぼす有害性を有するものである。ILO（国際労働機関）では、「石綿の使用における安全に関する条約」（第162号）が採択されており、我が国でも同条約を批准しているなど、国際的にも、石綿による労働者の健康障害の防止が強く求められている。

石綿障害予防規則（以下「石綿則」という。）第3条第1項では、事業者は、建築物又は工作物（以下「建築物等」という。）の解体、破砕等の作業（以下「解体等の作業」という。）を行うときは、石綿等による労働者の健康障害を防止するため、あらかじめ、当該建築物等について、石綿等の使用の有無を目視、設計図書等（以下「設計図書等」という。）により調査することが規定されている。

また、石綿則第3条第2項に、事業者は、同条第1項の調査を行ったにもかかわらず、当該建築物等について、石綿等の使用の有無が明らかとならなかったときは、石綿等の使用の有無を分析により調査することが規定されている。

なお、石綿等の使用の有無を分析により調査するとは、石綿等がその重量の0.1%を超えて含有するか否かについて分析を行うものである。

石綿とは、繊維状を呈しているアクチノライト、アモサイト、アンソフィライト、クリソタイル、クロシドライト及びトレモライト（以下「クリソタイル等」という。）をいう。また、石綿含有物とは、石綿をその重量の0.1%を超えて含有する製剤その他の物のことをいい、塊状の岩石は含まない。

ただし、塊状の岩石であっても、例えば蛇紋岩系左官用モルタル混和材のように、これを微細に粉砕することにより繊維状を呈するクリソタイル等が発生し、その含有率が微細に粉砕された岩石の重量の0.1%を超えた場合は、製造等の禁止の対象となる。（平成18年8月11日付け基発第0811002号）

繊維状のものを規制対象としているのは、石綿等による労働者の健康障害を防止する観点からであり、ここで繊維状とは、アスペクト比（長さ/幅）3以上の粒子をいう。本マニュアルでは各分析方法を紹介するが、石綿障害予防規則における石綿等については、上記のものを指し、いずれの分析方法であっても最終的には上記に定義される規制対象の石綿の含有の有無を確認する必要がある。以降、全章において、特段の注意が無い限り石綿とは上記のものを示すものとする。

### 1.2. 石綿建材の種類と発じん性に影響する因子

建築物等の解体等の作業については、石綿粉じんの発じん性等を考慮して、表1.1に示す3つのレベルに分類し、そのレベルにおける作業内容に応じた適切な対策を講じる必要がある。前述の「石綿粉じんの発じん性等」であるが、「密度（かさ密度も含む）

の軽重」、「石綿の種類」、「石綿含有率」等の因子と、「施工後の劣化状況」に関する因子がある。後者の劣化は、施工時の状態(現場施工かどうか)、石綿以外の原料の種類、使用部位の環境状況(温度、湿度、気流等)等に依存している。

このように、これらの因子が複雑に絡み合っているので、同じレベルに該当する石綿含有材でも、当然、発じん性が異なることがある。例えば、レベル2に該当する石綿含有材でも、レベル1に相当する場合もあり、また、レベル3に該当する石綿含有材でも、レベル2に相当する場合もある。さらに、これらの因子以外に、建築物等の解体等における作業方法(手ばらしか、機械による解体か等)によっても、発じん性の度合いが異なってくる。

以上により、表1.1のレベル分類はあくまでも目安と考え、建築物の解体等の計画、実行段階においては、石綿則の規定、石綿飛散漏洩防止対策徹底マニュアルを基に、それ以外の因子も十分に考慮して措置することが肝要である。

表 1.1 レベル分類

レベル分類	レベル1	レベル2	レベル3
対応石綿含有材	<p>【石綿含有吹付け材】</p> <p>①吹付け石綿</p> <p>②石綿含有吹付けロックウール(乾式)</p> <p>③湿式石綿吹付け材(石綿含有吹付けロックウール(湿式))</p> <p>④石綿含有吹付けパーミキュライト</p> <p>⑤石綿含有吹付けパーライト</p>	<p>【石綿含有耐火被覆材】</p> <p>①耐火被覆板</p> <p>②けい酸カルシウム板第二種</p> <p>【石綿含有断熱材】</p> <p>①屋根用折版裏石綿断熱材</p> <p>②煙突用石綿断熱材</p> <p>【石綿含有保温材】</p> <p>①石綿保温材</p> <p>②けいそう土保温材</p> <p>③パーライト保温材</p> <p>④石綿含有けい酸カルシウム保温材</p> <p>⑤不定形保温材(水練り保温材)</p>	<p>【その他石綿含有成形板】</p> <p>①石綿スレート</p> <p>②けい酸カルシウム板第一種</p> <p>③住宅屋根用化粧スレート</p> <p>④押出成形セメント板</p> <p>⑤窯業系サイディング</p> <p>⑥パルプセメント板</p> <p>⑦スラグせっこう板</p> <p>⑧フロー材</p> <p>⑨ロックウール吸音天井板</p> <p>⑩石膏板(ボード)</p> <p>⑪石綿円筒</p> <p>⑫ビニル床タイル</p> <p>⑬その他石綿含有成形板</p>
発じん性	著しく高い	高い	比較的低い
具体的な使用箇所の例	<p>①建築基準法の耐火建築物(3階建以上の鉄骨構造の建築物、床面積の合計が200m<sup>2</sup>以上の鉄骨構造の建築物等)などの鉄骨、はり、柱等に、石綿とセメントの合剤を吹付けて所定の被膜を形成させ、耐火被膜用として使われている。昭和38年頃から昭和50年初頭までの建築物に多い。特に柱、エレベーター周りでは、昭和63年頃まで、石綿含有吹付け材が使用されている場合がある。</p> <p>②ビルの機械室、ボイラ室等の天井、壁またはビル以外の建築物(体育館、講堂、温泉の建物、工場、学校等)の天井、壁に、石綿とセメントの合剤を吹付けて所定の被膜を形成させ、吸音、結露防止(断熱用)として使われている。昭和31年頃から昭和50年初頭までの建築物が多い。</p>	<p>①ボイラ本体およびその配管、空調ダクト等の保温材として、石綿保温材、石綿含有けい酸カルシウム保温材等を張り付けている。</p> <p>②建築物の柱、はり、壁等に耐火被覆材として、石綿耐火被覆板、石綿含有けい酸カルシウム板第二種を張り付けている。</p> <p>③断熱材として、屋根用折版裏断熱材、煙突用断熱材を使用している。</p>	<p>①建築物の天井、壁、床等に石綿含有成形板、ビニル床タイル等を張り付けている。</p> <p>②屋根材として石綿スレート等を用いている。</p>

#### 【参考1】石綿条約について

日本は、ILO(国際労働機関)で制定された石綿条約(石綿の使用における安全に関する条約)を2005年8月に批准している。(現在35か国が条約国。未批准の国は、米国、英国、中国など。)

この条約は、業務上の石綿へのばく露による健康に対する危険を防止し、及び管理し並びにこの危険から労働者を保護するためにとるべき措置については、国内法令において定めることが求められている。

また、この条約での石綿等の定義は次のようになっているが、石綿含有物の定義はなされていないため、有害性が非常に高いことを踏まえ、日本では0.1重量%を超えて含有している製剤その他の物を法規の対象にしている。

- (1) 「石綿」とは、蛇紋石族の造岩鉱物に属する繊維状のけい酸塩鉱物、すなわち、クリソタイル(白石綿)及び角閃石(せんせき)族の造岩鉱物に属する繊維状のけい酸塩鉱物、すなわち、アクチノライト、アモサイト(茶石綿又はカミングトン・グリュネル閃石(せんせき))、アンソフィライト、クロシドライト(青石綿)、トレモライト又はこれらの一若しくは二以上を含有する混合物をいう。
- (2) 「吸入されやすい石綿繊維」とは、直径 $3\mu\text{m}$ 未満の石綿繊維であって長さとの比率が3対1を超えるもの(アスペクト比3を超えるもの)をいうものとし、測定上、長さが $5\mu\text{m}$ を超える繊維のみを考慮に入れる。
- (3) 「石綿へのばく露」とは、石綿から生ずるか、又は石綿を含有する鉱物、材料若しくは製品から生ずるかを問わず、浮遊して吸入されやすい石綿繊維又は石綿粉じんが作業中にさらされることをいう。

#### 【参考2】レベル分類によるおおよその石綿則の適用の可否について

レベル分類によるおおよその石綿則の適用の有無を表1.2に示すが、レベルにより異なるのは、届出、隔離の措置(隔離措置に代えて作業員以外の立入り禁止措置の場合もあり)、呼吸用保護具の種類に限定のみである。それら以外の措置は、すべてのレベルで適用される。

表 1.2 レベル別の、おおよその石綿則の適用一覧表

	レベル1				レベル2				レベル3.
	石綿含有吹付け材				保温材、耐火被覆材、断熱材 <sup>1)</sup>				成形板
	耐火・準耐火建築物の除去	その他の除去	封込、囲込(切断等あり)	封込、囲込(切断等なし)	除去(切断等あり)	除去(切断等なし)	封込、囲込(切断等あり)	封込、囲込(切断等あり)	除去
注文者の配慮	○	○	○	○	○	○	○	○	○
事前調査	○	○	○	○	○	○	○	○	○
作業計画	○	○	○	○	○	○	○	○	○
14日前届出	○								
事前届出		○	○	○	○	○	○	○	
特別教育	○	○	○	○	○	○	○	○	○
作業主任者の選任	○	○	○	○	○	○	○	○	○
保護具着用 <sup>2)</sup>	○	○	○	○	○	○	○	○	○
湿潤化	○	○	○	○	○	○	○	○	○
隔離の措置 <sup>3)</sup>	○	○	○		○		○		
作業者以外立入禁止				○		○		○	
関係者以外立入禁止	○	○	○	○	○	○	○	○	○

(表 1.2 は厚生労働省パンフレット「平成 26 年 6 月 1 日から改正石綿障害予防規則が施行されます」を改変したもの)

- 1) 保温材、耐火被覆材、断熱材のうち、著しい粉じん発散のおそれがある場合が対象であり、密度等を考慮し、具体的には表 1.1 のものが対象となっている。それ以外は、レベル3の区分となる。
- 2) 隔離の措置を行う場合は、集じん・排気装置を設置し、稼働中の集じん・排気装置からの粉じん漏洩の有無を確認する等。

### 1.3. 事前調査の流れ

石綿障害予防規則の事前調査は、書面調査、現地調査の順に実施し、書面調査と現地調査の結果が異なる場合は現地調査結果を優先する。現地調査で石綿含有が明らかにならなかった場合は当該建材試料を採取し、分析を行う。本マニュアルはその分析方法を示したものである。

なお、事前調査のうち、これら書面調査や現地調査は、①建築物石綿含有建材調査者、②石綿作業主任者技能講習修了者のうち石綿等の除去等の作業の経験を有する者、③日本アスベスト調査診断協会に登録された者が行うことが望ましい。

使用建築材料には、各種あり、それらの施工部位も異なるので、レベル1の吹付け材、レベル2の耐火被覆材、断熱材、保温材、レベル3のその他成形板についての石綿有無の書面調査の方法を以下に示す。なお、各レベルの書面調査の際に目安として、石綿含有製品の製造期間を示している場合があるが、施工期間における石綿の有無は、この製造期間と物流期間の関係を勘案して判断すべきである（※石綿なしの証明は、①分析するか、または②現地調査により裏面情報をメーカー証明等と照合することが必要）。

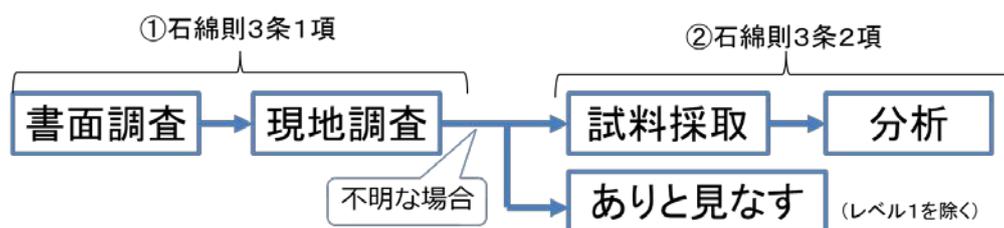


図 1.1 事前調査の流れ（概略）

## 1.4. 書面調査

ここでは、書面調査を行わない分析者向けに概要を解説する。書面調査を行う者は、「石綿飛散漏洩防止対策徹底マニュアル」（厚生労働省）等を参照し、詳細を確認すること。

書面調査は既存の情報からできる限りの情報を得るとともに、現地調査の計画を立てるために行う。

改修履歴をはじめ記録がすべて文書で残っているとは限らず、書面調査はあくまで現地調査の前段として行うものである。そのため、平成18年9月の石綿禁止以降に着工した建築物等を除き、現地調査をせず、書面調査だけで事前調査結果を確定させてはならない。

### 1.4.1. 発注者への確認項目

#### ①発注者の保有する資料の有無の確認

設計図書、確認申請書、竣工図、改修工事関連図書類、解体は設備関連の書類。

#### ②調査目的の確認

石綿則ではレベル1～レベル3の改修・解体工事を目的とした調査を対象としている。この他、建物共用のための維持保全管理のため、資産除去債務の計上のためなどもある。

#### ③調査の対象・範囲ならびに箇所の確認

調査後の改修・解体工事に資する範囲とし、その対象・範囲等を確認する。

#### ④調査作業時の湿潤・破壊の可否及び復旧等の確認

調査時の粉じん飛散抑制剤の散布、壁の破壊・点検口のない天井の一部破壊等の可否及び、破壊調査後の復旧方法を確認する。

#### ⑤調査スケジュール等の確認

調査工程、現地調査日程、当日の立会者等の確認、及び報告書記載内容や提出期限の確認する。

### 1.4.2. 発注者や関係者からの情報収集

#### ①発注者等関係者に対するヒアリング

・設計図書類、過去の調査記録等の確認（新築施工年、増築・改築・改修の有無と施工年、建物用途変更の有無）

・ヒアリング対象・・・依頼者、立会者、施設管理者、出入り工事会社（必要に応じて含過去）

・建物使用現況確認、入室調査の可否などの確認。（テナントエリア、セキュリティーエリアなど）

#### ②設計図書等の書面調査

・関係資料から得られる情報の整理。建物各部屋毎に使用建築材料、施工部位の石綿含有建材の使用状況（可能性）を把握。現地調査に向けた資料を作成する。

<留意点>

設計図書は現況を現していない場合があるので、次の点に留意する。

- ・設計時の情報が記載されている。〇〇または同等品という表現もあり、建材が確定できないことあり。（設計変更や代替品使用など）
- ・施工時の機能向上などの目的で記載されていない材料が使われている。

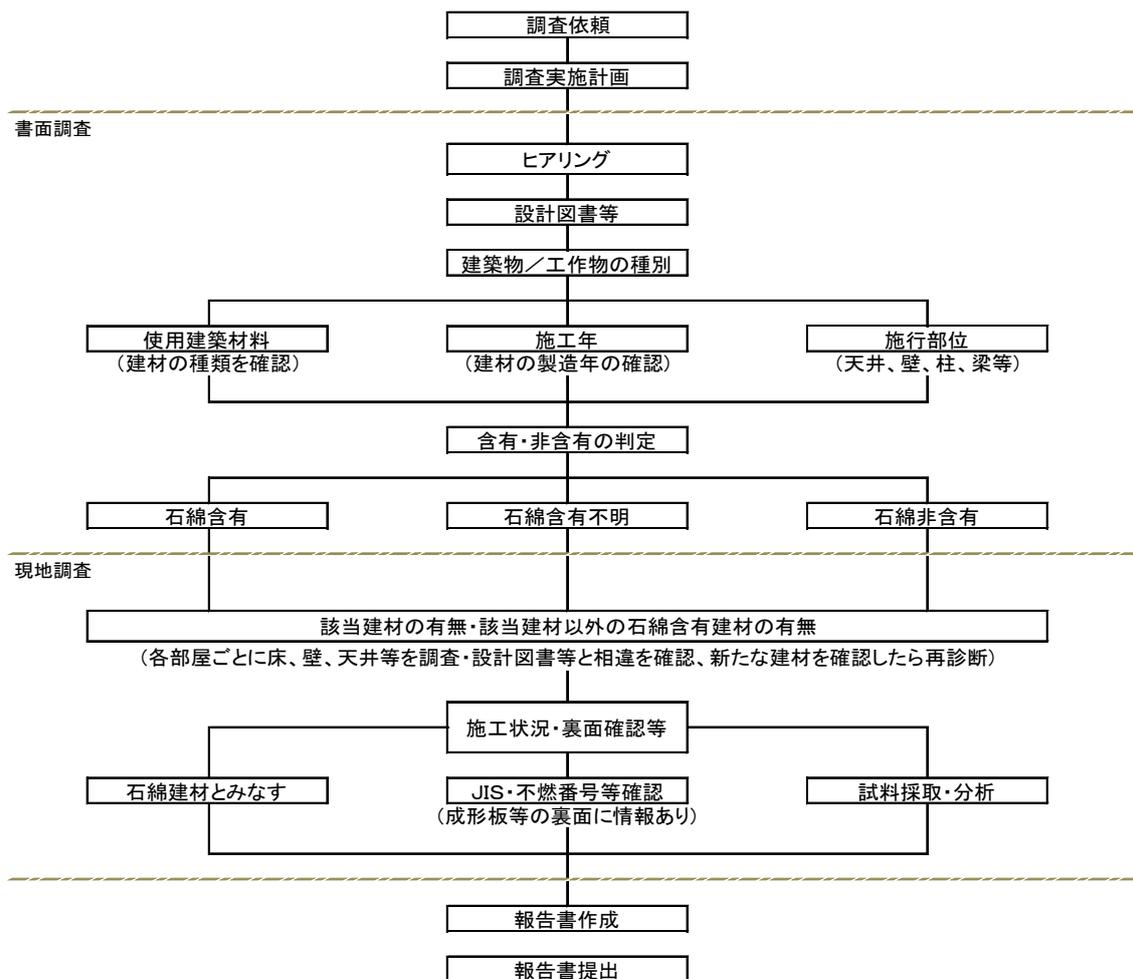


図 1.2 事前調査の基本的な流れ

## 1.5. 現地調査

ここでは、現地調査を行わない分析者向けに概要を解説する。現地調査を行う者は、「石綿飛散漏洩防止対策徹底マニュアル」（厚生労働省）等を参照し、詳細を確認すること。

現地調査は、次の点に留意して実施する。

- (1) 設計図書に記載された室内用途に変更がないかを確認する。
- (2) 設計図書に記載されている形状のもの（ボード状、円筒状、吹付け）が同一か否かを確認する。
- (3) 改修の記録がない場合もあるので、記録のない部分も改修されているかもしれないという視点で確認する。
- (4) 目視判断で含有/不含有判定する場合は、調査日、判断理由（証拠）、判断者を明確とし、その旨記録保存し、報告書に当該内容を記載する。
- (5) 各建材の石綿の有無に関する判断は、概略として表 1.3 の通りである。

表 1.3 各建材の石綿の有無に関する判断の概略

<p>石綿飛散漏洩防止対策徹底マニュアル [2.20 版]（厚生労働省）（抜粋）</p> <ul style="list-style-type: none"><li>・レベル 1 の吹付け材は目視での石綿含有・無含有の判断は出来ない。過去の記録等で「石綿あり」とされている場合を除き、サンプリングを行い、分析を行う。石綿禁止以前に着工した建築物については、当該吹付け材の施工時期のみをもって石綿等が使用されていないという判定を行わないこと。</li><li>・レベル 2 の保温材、断熱材等についても、レベル 1 の吹付け材と同様である。</li><li>・レベル 3 の成形板等は、裏面等に書かれている情報（メーカー名・不燃認定番号・JIS 番号等・ロット番号・商品名・製造工場名・a マークなど）を確認し、石綿の有無に関する情報を読み取る。読み取った情報をもとに、「石綿（アスベスト）含有建材データベース」やメーカー情報と照合し、石綿「あり」と判断したり、メーカーの無含有証明書により石綿「なし」の判断を行う。</li><li>・レベル 2, 3 建材は、石綿含有建材と「みなす」ことも認められている。発注者の意向や施工されている場所・数量など必要に応じて、「みなし」を行う。</li></ul>
--

### (5) 現地調査の記録

- ・写真や図面による調査結果の記録。（または、各部屋毎のスケッチの実施）
- ・書面調査、現地調査により石綿含有建材なしが明らかになった場合も調査方法や調査場所を記録する。

(6) 現地調査の調査結果、石綿含有の有無が不明な場合において、石綿なしを証明する際には、分析のために試料採取を行うことになるが、これに関する試料採取の留意点については、1.7 に述べる。

## 1.6. 石綿含有建材の概要

石綿障害予防規則の事前調査は、石綿の製造・使用等の禁止（2006（平成18年）9月）以降に着工した建築物・工作物（又はその部分）を除き、石綿含有なしの証明を行うことから始まる。

以下の1.6.1.～1.6.5.に例示するような石綿を含有する可能性のある建材について、石綿無しを証明するには、①分析を行うか、②メーカー証明等と照合することが必要がある。

例えば、石綿の製造・使用等の禁止（2006（平成18年）9月）以前の製品記載情報や設計図書等の「石綿なし」（例：Aマークがないこと）は、石綿なしの証明にはならない。また、過去の分析結果については、6種類すべての石綿を対象に0.1%超か否かを判定しているかを確認することが必要である。

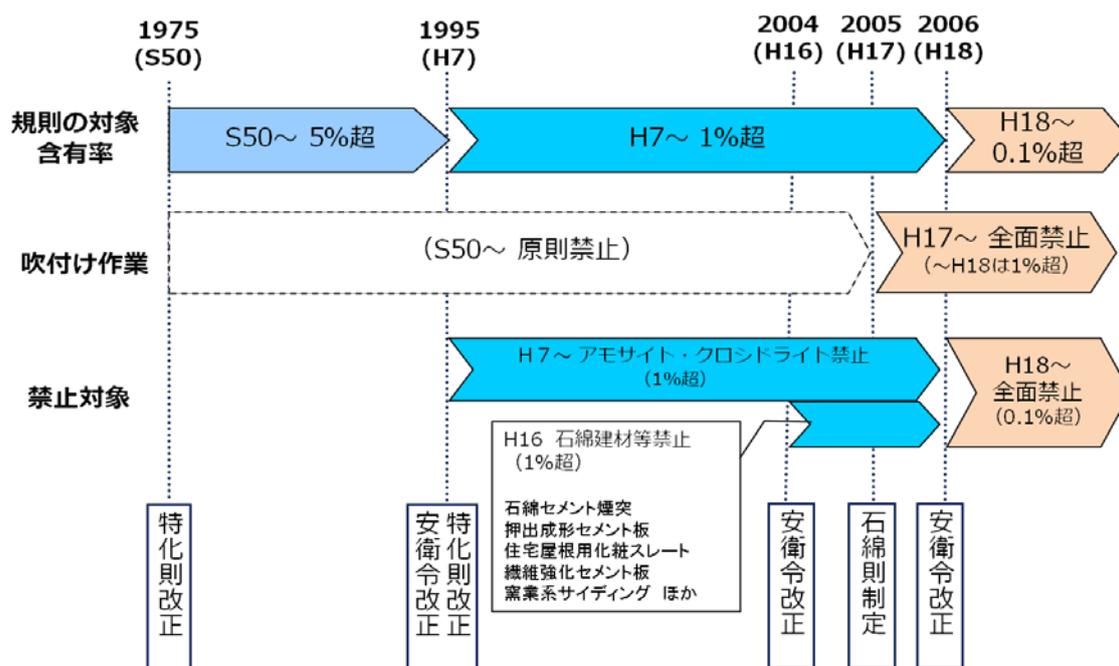


図 1.3 石綿の労働安全衛生法令における規制の経過

### 1.6.1. 吹付け材

吹付け材は、鉄骨の耐火被覆、吸音・結露防止等の目的で使用される。石綿含有吹付け材には、吹付け石綿、石綿含有吹付けロックウール（乾式）、湿式石綿含有吹付け材（石綿含有吹付けロックウール（湿式））、石綿含有吹付けパーミキュライト、石綿含有吹付けパーライトがある。

a) 施工時期

吹付け石綿、石綿含有吹付けロックウール（乾式）（建設省通則指定…業界団体に与えた指定）、湿式石綿含有吹付け材（石綿含有吹付けロックウール（湿式））（建設省個別指定…会社単位に与えた指定）の使用期間の目安を図 1.4 に示すが、図 1.4 中の備考欄を留意すること。

なお、石綿含有吹付けパーミキュライト、石綿含有吹付けパーライトについては、製造時期等が不明であり、意図的に石綿を使用している可能性があることに留意する。

b) 施工部位

吹付け材の施工部位は、天井、壁、鉄骨、柱、梁等であるので、設計図書等を参照する際は、これらの施工部位にどのような素材（吹付けか否か）を使用しているか確認する。

c) 石綿含有吹付け材の商品名

表 1.4～表 1.8 に示す商品名には石綿が含まれているので、設計図書等により確認することになるが、各表下の注に留意すること。

種類	石綿含有率等	使用期間 / 判定							備考 (注意事項)	
		1955年 (昭和30)	1965 (S40)	1970 (S45)	1975 (S50)	1980 (S55)	1985 (S60)	1990年 (平成2)		
吹付け石綿	吸音・結露防止用 (石綿:約70%)	■			●				石綿が含まれていない。 石綿が含まれている可能性がある。*3)	*1) 1975年(昭和50年)以前に施工中止されているものもある。
	耐火被覆用 (石綿:約60%)	■			●				石綿が含まれていない。 石綿が含まれている可能性がある。*1)	
石綿含有吹付けロックウール (建設省通則指定)	石綿:5~30%	■			●				石綿が含有されていない。 石綿が含有されている可能性がある。*2)	*2) 1975(昭和50)年以前に施工中止されているものもある。
	石綿:5%以下	■			●				石綿が含有されている可能性がある。*3) 石綿が含有されていない。*3)	*3) 建設省(当時)が業界に指定を与えたものであるが1987年(昭和62年)以前に施工中止されているものもある。
湿式石綿含有吹付け材 (建設省個別指定)	石綿:5%以下	■			●				石綿が含有されている可能性がある。*4) 石綿が含有されていない。*4)	*4) 建設省(当時)が企業に対して、個別指定をしたものであり、1989年(平成元年)以前に施工中止されているものもあるし、それ以降に、意図的に石綿を追加して施工されたものがある可能性がある。

図 1.4 石綿含有吹付け材の石綿含有率、使用されていたおおむねの期間および判定

なお表 1.1～1.12 に記載の年号等に関する情報は、国土交通省／経済産業省の石綿（アスベスト）含有建材データベース（<http://www.asbestos-database.jp/>）で確認可能な範囲のもの（2015年3月6日現在）である。今後情報が更新される場合があるため、事前調査等に当たっては、正確さを期するため当該データベースを都度参照されたい。

表 1.4 吹付け石綿商品名

1) ブロベスト	6) コーベックスA
2) オパベスト	7) ヘイワレックス
3) サーモテックスA	8) スターレックス
4) トムレックス	9) ベリーコート
5) リンペット	10) 防湿モルベルト

注) 上記商品は、1975年(昭和50年)以前に施工中止されており、石綿含有率は60～70重量%である。なお、上記4) トムレックスは吹付けを意味することで使用する場合があるので、1975年(昭和50年)以降の設計図書等に、この商品名がある場合は、後述の二次調査以降の調査により、石綿含有の有無の確認が必要である。

表 1.5 石綿含有吹付けロックウール(乾式)商品名(建設省通則指定)

1) スプレーテックス	9) スプレーコート
2) スプレエース	10) スターレックスR(1982(昭和57)年7月耐火構造としての大臣指定取り消し)
3) スプレークラフトS, H	11) バルカロック
4) サーモテックス	12) ヘーワレックス
5) ニッカウール(1987(昭和62)年12月耐火構造としての大臣指定取り消し)	13) オパベストR
6) ブロベストR	14) ベリーコートR
7) 浅野ダイアロック(1975(昭和50)年10月耐火構造としての大臣指定取り消し)	15) タイカレックス
8) コーベックス(R)	

注1) 上記商品は、1980(昭和55)年以前に施工中止されており、石綿含有率は5重量%以下である。ただし、上記1) スプレーテックス(カラー用)は1987(昭和62)年まで石綿が使用していたので、注意を要する。

注2) 上記商品は、無石綿となっても、商品名を変えずに販売されている場合があり、特に施工時期が1980(昭和55)年以降の場合は注意が必要である。

表 1.6 湿式石綿含有吹付け材商品名（建設省個別認定）

1) トムウエット	5) ATM-120
2) バルカーウエット	6) サンウエット
3) プロベストウエット	7) スプレーウエット
4) (アサノ) スプレーコートウエット	8) 吹付けロックンライト

注 1) 上記商品は、1988(昭和 63)年以前に施工中止されており、石綿含有率は 5 重量%以下であるが、他にも商品化されている可能性がある。ただし、上記 4) (アサノ) スプレーコートウエットは、1989(平成元)年まで石綿が使用されていたので注意を要する。

注 2) 上記商品は、無石綿となっても、商品名を変えずに販売されている場合があり、特に施工時期が 1980(昭和 55)年以降の場合は、注意が必要である。

表 1.7 石綿含有吹付けパーミキュライトの商品名

1) パーミライト	2) ミクライトAP	3) ウォールコートM折版用
4) ゴノライト吸音プラスター	5) モノコート	6) パーミックスAP

注) 他にも商品化されている可能性がある。また、作業現場で、石綿を混入する場合があるので注意を要する。

表 1.8 石綿含有吹付けパーライトの商品名

1) アロック	2) ダンコートF3
---------	------------

注) 他にも商品化されている可能性がある。また、作業現場で、石綿を混入する場合があるので注意を要する。

### 1.6.2. 耐火被覆板、断熱材

#### a) 耐火被覆板

耐火被覆板は、化粧目的に鉄骨の耐火被覆等のため、吹付け材の代わりに、使用されているため、施工部位は明確のため、表 1.9 に示す商品名(製造期間を含む)がある場合は、石綿含有と判断する。

#### b) 断熱材

断熱材は断熱を目的に、施工部位も明確で、屋根折版用、煙突用として使用されている。表 1.9 に示す商品名(製造期間を含む)がある場合は、石綿含有と判断する。また、屋根折版用と煙突用の断熱材については、製造メーカーが明確であることから、1990 年以降に製造されたものは石綿が使用されていない。しかし、煙突用については、断熱

材に石綿は含まれていないが、その基材の管(円筒)には石綿が含まれている可能性が高いので、断熱材に含まれていなくても、基材の石綿有無の分析を行い、石綿有りの場合はレベル3の措置をとること。

表 1.9 耐火被覆材、断熱材

一般名	商品名	製造期間
〔耐火被覆板〕石綿含有 耐火被覆板	トムボード	～1973
	ブロベストボード	～1975
	リフライト	～1983
	サーモボード	～1987
	コーベックスマット	～1978
〔耐火被覆板〕石綿含有けい酸 カルシウム板第一種	ヒシライト	～1997
〔耐火被覆板〕石綿含有けい酸 カルシウム板第二種	キャスライトL, H	～1990
	ケイカライト・ケイカライトL	～1987
	ダイアスライトE	～1980
	カルシライト一号・二号	～1988
	ソニックライト一号・二号	～1976
	タイカライト一号・二号	～1986
	サーモボードL	～1987
	ヒシライト	～1997
	ダイオライト	—
	リフボード	～1983
	ミュージライト	～1986
耐火被覆塗り材	ひる石 plaster	—
屋根用折版裏石綿断熱材	フェルトン	～1983
屋根用折版裏石綿断熱材	ブルーフェルト一般用	～1971
	ウォールコートM折板用	～1989
煙突用石綿断熱材	カポスタック	～1987
	ハイスタック	～1990

### 1.6.3. 保温材

保温材は保温・断熱が主であり、工作物本体の保温・断熱及び配管経路での保温・断熱が施工部位となる。また、工作物関連は、定期メンテナンスにより、一部分メンテナンス時に、無石綿の保温材に変更している場合があるので、注意が必要である。

#### a) 成形保温材

成形保温材は、プラント、ボイラ、タービン本体及び配管の保温のために用いられており、表 1.10～表 1.11 に記載されているものに合致する場合は石綿含有と判定する。また、製造者から石綿を含有していないとの証明がある場合はなしと判定する。

b) 不定形保温材（水練り保温材）

不定形保温材は、a) の成形保温材の隙間を埋めるために使用される補助的な保温材で、少なくとも 1988 年まで、石綿が使用されていたこと（含有率 1-25%）に留意して、a) の成形保温材と併せて総合的に石綿の有無を判定すること。

表 1.10 石綿含有保温材

保温材の種類	石綿の種類	石綿使用時期	石綿含有率 (%)
石綿保温材	クリソタイル、アモサイト	～1979 年	90 以上
けいそう土保温材	アモサイト	～1974 年	1～10
パーライト保温材	アモサイト	～1974 年	1～5
けい酸カルシウム保温材	クリソタイル、アモサイト	～1983 年	1～25
不定形保温材（水練り保温材） <sup>注1)</sup>	クリソタイル、アモサイト、トレモライト <sup>注2)</sup>	～1988 年	1～25

注 1) 配管等の保温では、最終仕上げで、バルブ、フランジ、エルボ等の部分に不定形保温材を使用するが、この不定形保温材に少なくとも 1988(昭和 63)年頃まで、石綿が含有している場合がある。

注 2) トレモライトを使用している可能性がある。

表 1.11 石綿含有保温材の商品名

一般名称	製品名	製造時期と含有量			備考	石綿種類
		製造開始年月	製造終了年月	含有量(重量比%)		
けい酸カルシウム保温材	シリカカハ-ボード#650 シリカ	S27	S53	4～5%	S54以降、無石棉化にて製造	茶
	シリカカハ-ボード#1000 シリカ	S40	S53	6%	S54以降、無石棉化にて製造	白
	ダイライト(カハ-ボード)	S51/11	S54/2	7～10%	S54/2～S55/2在庫出荷	茶
	インビライト(カハ-ボード)	S52/6	S54	7%	S54～S55/2在庫出荷	茶
	エックスライト(ボード)	S40/4	S54/2	10%	S54/2～S55/2在庫出荷	茶、白
	ベストライト(カハ-)	S35/5	S54	4.6%	S54～S55/2在庫出荷	茶
	ベストライト(ボード)	S40/4	S54	10%	S54～S55/2在庫出荷	茶、白
	ダイヤライト	S35	S54	3%	筒型成形の配管保温材 S54～H6 無石棉化にて製造	茶
	ダイヤライトL					
	シリカライト	S15	S55	1～25%		茶
スーパーテンプボード	S38	S53	5～10%	S54無石棉化、現在も製造・販売継続	茶	
石綿保温材	スポンジボード スポンジカハ-	S47	S53	不明	設備機器、設備配管用保温材	茶、白
	カボサイト	S35	S54	80～100%	S55以降販売中止	茶
けいそう土保温材	珪藻土保温材1号	S39	S49	1～10%		茶
パーライト保温材	三井パーライト保温材	S40	S49/9	1.17%	筒型成形の配管保温材 H12製造終了	茶

1.6.4. 成形板その他

成形板その他のうち、石綿含有成形板に関しては、労働安全衛生法第 55 条に基づく製造等の禁止が 2004 年（平成 16 年）10 月 1 日からであり、また、石綿代替化材料と同時並行的に販売されている場合もあるので、平成 16 年 10 月より前に製造された窯業

系建築材料には石綿が含有されている可能性が高いと判断すべきである。その目安として、表 1.12 に示す。なお、詳細な調査が必要な場合は、（公社）日本作業環境測定協会発行「建築物解体等に係わるアスベスト飛散防止対策マニュアル 2011」や国土交通省／経済産業省の「石綿（アスベスト）含有建材データベース」

（<http://www.asbestos-database.jp/>）等を参考にされたい。

また、2004 年時点の禁止は、在庫品の使用・流通を禁止しておらず、1%を超えるものが対象であることから、2004 年 10 月以降のものであることを以て石綿なしの証明にはならない。

表 1.12 建築物における考えられる施工部位と主な石綿含有建築材料の例

施工部位	主な石綿含有建材	製造期間	代替品開始年
内装材（壁、天井）	スレートボード	1931～2004	1988
	けい酸カルシウム板第一種	1960～2004	1984
	パルプセメント板	1954（1958）～ 2004（2003）	1987
	スラグせっこう板	1973（1979）～ 2004（2003）	1993
	押出成形セメント板	1970～2006	2000
	石綿含有ロックウール吸音天井板	～1987	—
	石綿含有石膏板（ボード）	～1986	—
耐火間仕切り	けい酸カルシウム板第一種	1960～2004	1984
床材	ビニル床タイル	（1952）～ 1987（1986）	—
	押出成形セメント板	1970～2006	2000
	フロア材	～1990	—
外装材（外壁、軒天）	窯業系サイディング	1961～2004	1973
	パルプセメント板	1954（1958）～ 2004（2003）	1987
	スラグせっこう板	1973（1979）～ 2004（2003）	1993
	押出成形セメント板	1970～2006	2000
	スレート波板	1917～2004	—
	スレートボード	1931～2004	1988
	けい酸カルシウム板第一種	1960～2004	1984
屋根材	住宅屋根用化粧スレート	1961（1974）～ 2004	—
煙突材	石綿セメント円筒	～2004	—

注 1) 石綿含有ロックウール吸音天井板は石綿含有率は 5%未満であるが、比重が 0.5 未満のため、解体／改修にあたっては石綿粉じんの飛散に留意すること。また製造者によっては、この製造期間以前に石綿を含まない製品もあるので確認すること。

注 2) 製造会社により製造期間が異なる。（ ）内は、国交省データベースの値。

### 1.6.5. 建築用仕上塗材

建築用仕上塗材（以下、仕上塗材（しあげぬりざい）という）は、建築物の内外装仕上げに用いられており、そのルーツは、セメント、砂、着色顔料などを混合して砂壁状に吹付けるセメントリシンまたは防水リシンと称される塗材（薄塗材C）で、昭和20年代から普及し、1970年（昭和45年）にJIS A 6907（化粧用セメント吹付材）が制定された。

その後、合成樹脂系のリシン（薄塗材E）や、吹付けタイルと称される凹凸模様の塗材（複層塗材）などが開発されてきたが、当初は専用の吹付け機器で施工されていたので、総称して「吹付材」と呼ばれていた。

しかし、昭和50年代になると施工面周辺への材料の飛散防止の要求などから、吹付け用だけでなく、ローラー塗り用の材料も開発されてきたため、JISの名称も1983年（昭和58年）以降、「吹付材」から「仕上塗材」に改められた。

仕上塗材は、数十ミクロン程度の厚さとなる塗料とは異なり、数ミリ単位の仕上げ厚さを形成する塗装材料または左官材料である。吹付け、こて塗り、ローラー塗りなどの施工方法によって、立体的な造形性を持つ模様仕上げられることから、塗膜のひび割れや施工時のダレを防止するために、主材の中にクリソタイル（白石綿）が少量添加材として使用されていた時期がある。

仕上塗材は吹付材と称されていた時期があるため、耐火被覆などで使用されている吹付け石綿や石綿含有吹付けロックウールと混同されることもあるが、内外装の表面仕上材に使用される塗装または左官材料である。主材中に含まれる石綿繊維は合成樹脂やセメントなどの結合材によって固められており、仕上塗材自体は塗膜が健全な状態では石綿が発散するおそれがあるものではないが、仕上塗材の除去に当たっては、これを破断せずに除去することが困難である。したがって、除去方法によっては含有する石綿が飛散するおそれがある。

日本建築仕上材工業会会員会社が過去に販売したアスベスト含有仕上塗材の概要を表1.13に示す。また、図1.5に建築用仕上塗材の模様と層構成の例を示す。

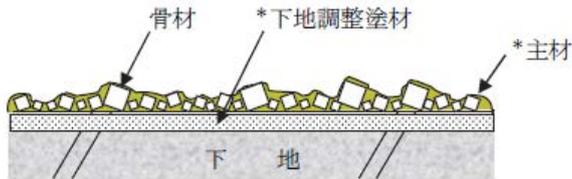
表1.13 日本建築仕上材工業会会員会社が過去に販売したアスベスト含有仕上塗材の概要

塗材の種類(括弧内は通称)		販売期間	石綿含有量(%)
建築用仕上塗材	薄塗材 C(セメントリシン)	1981～1988	0.4
	薄塗材 E(樹脂リシン)	1979～1987	0.1～0.9
	外装薄塗材 S(溶剤リシン)	1976～1988	0.9
	可とう形外装薄塗材 E(弾性リシン)	1973～1993	1.5
	防水形外装薄塗材 E(単層弾性)	1979～1988	0.1～0.2
	内装薄塗材 Si(シリカリシン)	1978～1987	0.1
	内装薄塗材 E(じゅらく)	1972～1988	0.2～0.9
	内装薄塗材 W(京壁・じゅらく)	1970～1987	0.4～0.9
	複層塗材 C(セメント系吹付けタイル)	1970～1985	0.2
	複層塗材 CE(セメント系吹付けタイル)	1973～1999	0.1～0.5
	複層塗材 E(アクリル系吹付けタイル)	1970～1999	0.1～5.0
	複層塗材 Si(シリカ系吹付けタイル)	1975～1999	0.3～1.0
	複層塗材 RE(水系エポキシタイル)	1970～1999	0.1～3.0
	複層塗材 RS(溶剤系エポキシタイル)	1976～1988	0.1～3.2
	防水形複層塗材 E(複層弾性)	1974～1996	0.1～4.6
	厚塗材 C(セメントスタッコ)	1975～1999	0.1～3.2
	厚塗材 E(樹脂スタッコ)	1975～1988	0.4
	軽量塗材(吹付けパーライト)	1965～1992	0.4～24.4
建築用下地調整塗材	下地調整塗材 C(セメント系フィラー)	1970～2005	0.1～6.2
	下地調整塗材 E(樹脂系フィラー)	1982～1987	0.5

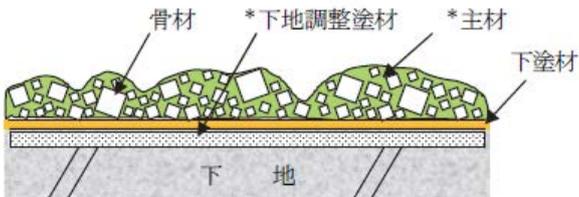
出典：日本建築仕上材工業会ウェブサイト

[http://www.nsk-web.org/asubesuto/asubesuto\\_2.html#d](http://www.nsk-web.org/asubesuto/asubesuto_2.html#d)

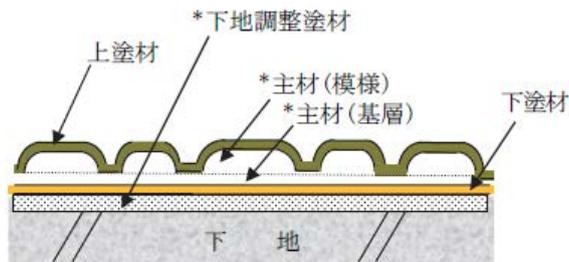
【薄付け仕上塗材：砂壁状模様の例】



【厚付け仕上塗材（上塗材なし）：吹放し模様の例】



【複層仕上塗材：凸部処理模様の例】



\* 石綿含有の可能性があるのは、主材、下地調整塗材である。

図 1.5 建築用仕上塗材の模様と層構成の例

(出典：「建築物の改修・解体時における石綿含有建築用仕上塗材からの石綿粉じん飛散防止処理技術指針」、国立研究開発法人建築研究所、日本建築仕上材工業会、平成 28 年 4 月 28 日)

## 1.7. 分析調査の試料採取

試料採取の方法については以下のほか、「石綿飛散漏洩防止対策徹底マニュアル」も参照のこと。

### 1.7.1. 試料採取前の基礎的留意事項

建築物や工作物等の構造物には、石綿を含んだものが部材の一部として使用されている可能性がある。これらの構造物を解体または改修する場合は、事前に石綿を含んだものがどの施工範囲（試料採取範囲）に存在しているかを確認し、労働者の石綿ばく露を防止できるようにすることが必要である。

一般的に、意図的に石綿を添加したものに関しては、使用目的から使用している施工範囲が、使用時期から石綿の有無を推測できる（現場の判断で石綿を混ぜているケースなどがあり推測は困難）場合もあるが、使用時期によっては、石綿を含んだものと石綿を含まないものが混在している場合や法規制の適用対象外（昭和50年は石綿含有率が5重量%以下、平成7年は1重量%以下、平成18年は0.1重量%以下）を石綿なしの表示（無石綿）としたものがあることに留意する必要がある。

また、意図的に石綿を添加していないものについては、石綿を不純物とした天然鉱物（現在判明している天然鉱物：蛇紋岩、パーミキュライト、タルク、セピオライト）を原料にしたものがある。これについては、吹付け材や成形板の一部に使用していることは確認しているが、これ以外に構造物のどの部位に使用されているかはわかっていない点に留意する必要がある。

いずれにしても調査範囲を安易に絞り込むことなく、網羅的かつ下地等目視では確認できない部分まで確実に調査する必要がある。石綿の有無が特定できない場合は、最終的に、試料を採取した上で、石綿の有無を分析することになるが、試料を採取に当たっては、まず構造物単位で、どのような施工範囲（試料採取範囲）に、石綿を含む可能性のあるかを特定することが重要である。そのための参考として以下に述べる。

#### 1.7.1.1. 建築物

建築物には、戸建住宅、共同住宅、鉄筋コンクリート（RC）造ビル、鉄骨（S）造ビル、工場建屋等があり、これらのうち、鉄筋コンクリート（RC）造ビル、鉄骨（S）造ビルに関し、石綿を含む可能性のある部位例を図1.6に、戸建住宅に関する石綿を含む可能性のある部位例を図1.7に示す。これらの図は国土交通省発行の「目でみるアスベスト建材（第二版）」に示されているが、この小冊子には、これ以外の情報も記載されているので、参考にすること。なお建築物に施工され、石綿を含む可能性のあるものとしては、吹付け材、各種用途での成形板、煙突用セメント管、フェルト状断熱材、床用タイル等がある。

<RC・S造>

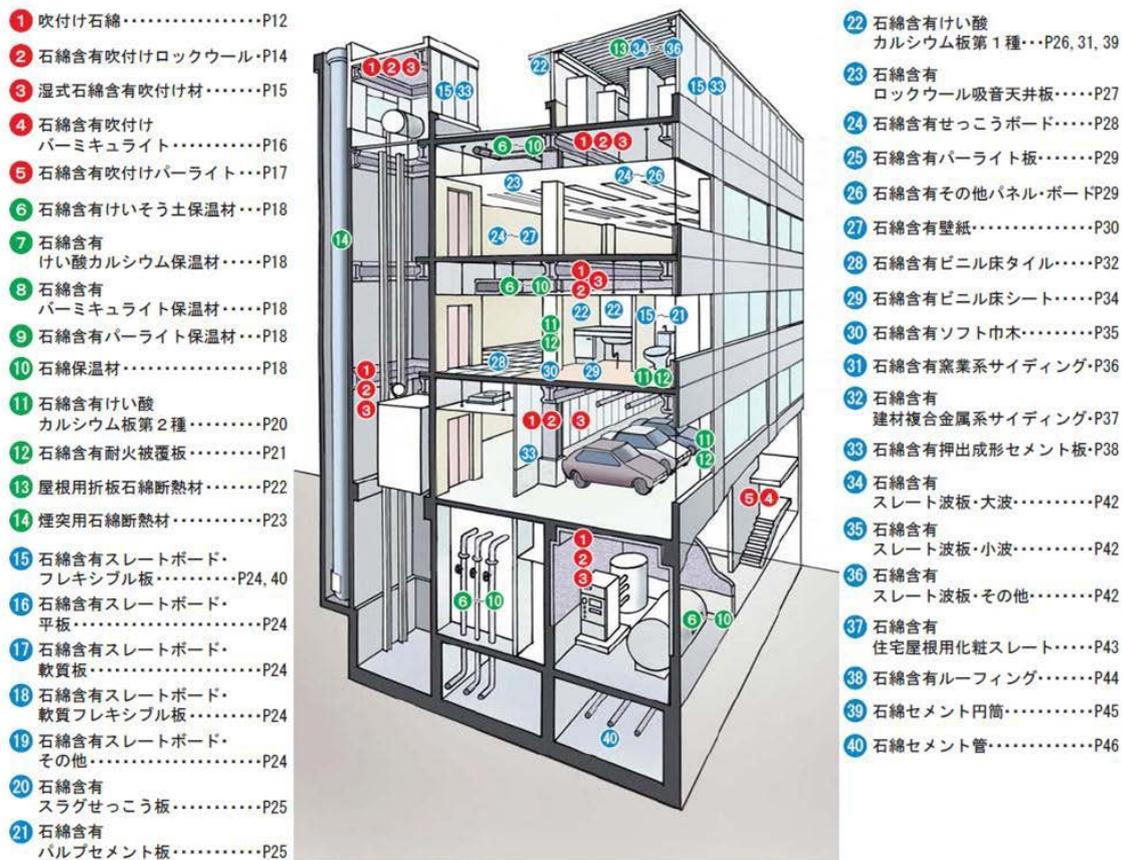


図 1.6 鉄筋コンクリート造ビル、鉄骨造ビルに関する石綿を含む可能性のある部位例  
 (出典：「目で見えるアスベスト建材（第2版）」国土交通省、平成20年3月)

<戸建て住宅>

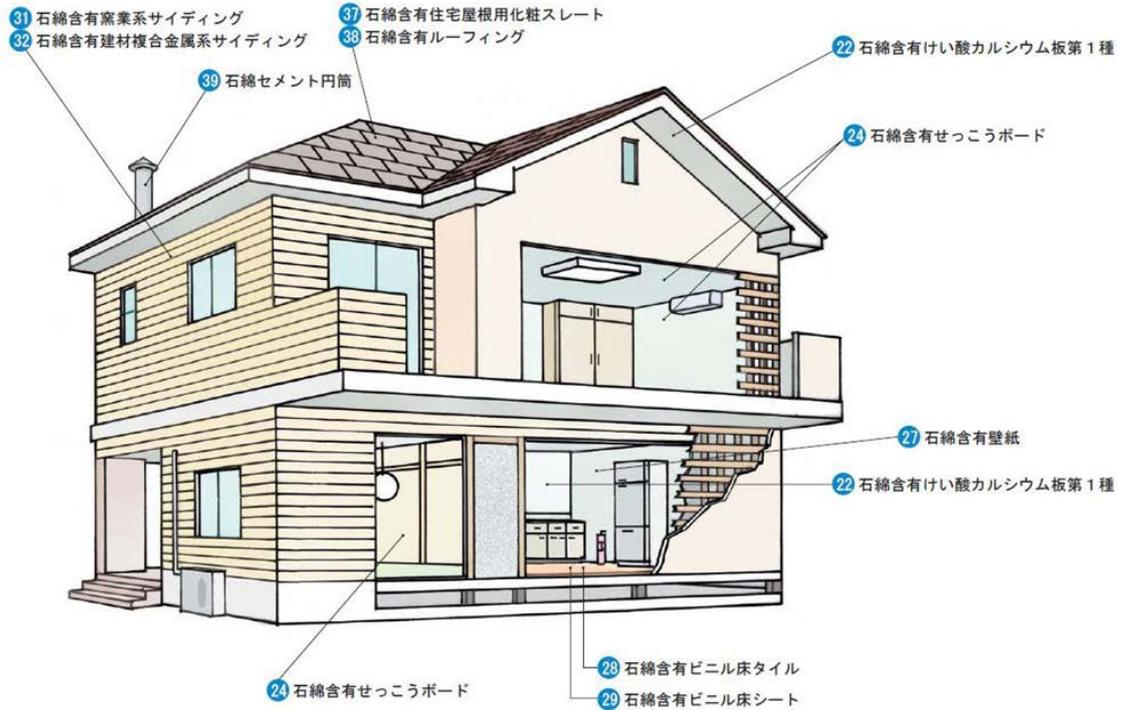


図 1.7 戸建住宅に関する石綿を含む可能性のある部位例

(出典：「目で見えるアスベスト建材（第2版）」国土交通省、平成20年3月）

1.7.1.2. 工作物

工作物には、主にボイラ、タービン、化学プラント、焼却施設等があり、これらはいずれも熱源の放散を防ぐために、それぞれの本体や配管に図 1.8 に示す保温材を使用している。

また、配管と配管のつなぎ目に石綿を含む可能性のあるシール材が使用されたり、熱によるダクト伸縮を緩和するために伸縮継ぎ手（石綿繊維品を使用している可能性あり）を使用している場合がある。なお、建築物内に小型ボイラを設置している場合は、ボイラ配管等に石綿を含む可能性のある塗材を使用している場合があることに留意する必要がある。

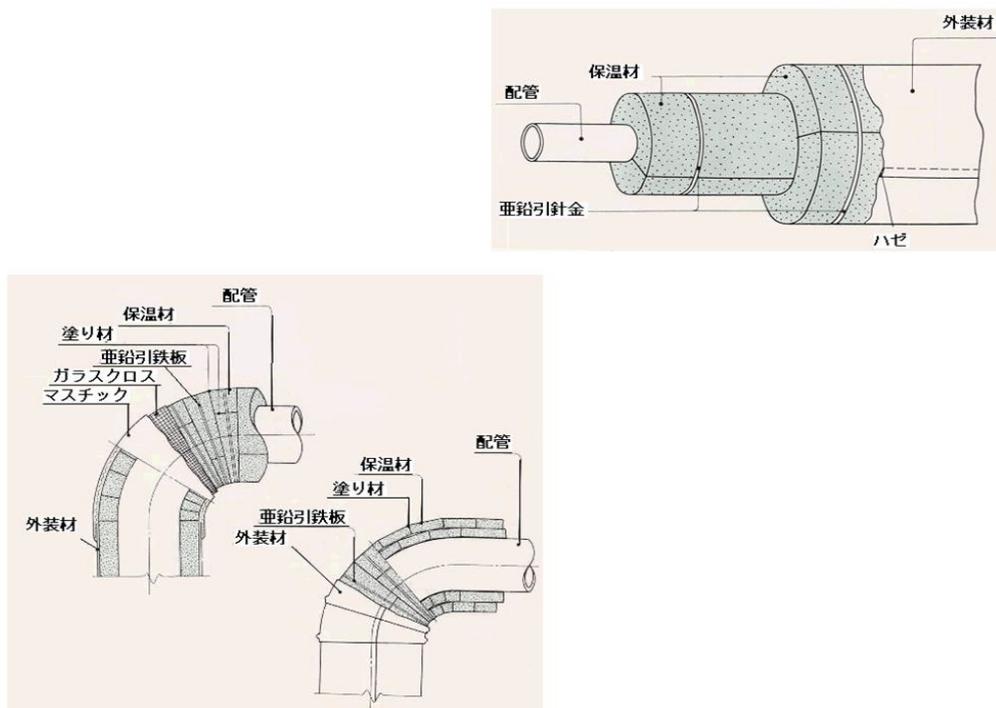


図 1.8 保温材の施工例

### 1.7.1.3. 船舶等

船舶については、(財)日本船舶技術研究協会発行「船舶における適正なアスベストの取扱いに関するマニュアル(第2版)」に記載されている。ただし、船舶の使用部位に関しては、IMO(国際海事機関)や先進諸国の法規制により、年代により、石綿を含むものの使用時期が異なることに留意する必要がある。

また、鉄道車両に関しては、厚生労働省のパンフレット「鉄道車両の解体作業にかかわる発注者・事業者の皆様へ」に石綿を含む可能性のあるものに関する記述があるので、参照のこと。

## 1.8. 試料採取における注意事項

前述により、構造物における石綿を含む可能性のある施工範囲(試料採取範囲)が特定できた場合は、その施工範囲から試料を採取することになるが、以下に、試料採取にあたっての注意事項について述べる。

### 1.8.1. 試料採取にあたっての共通注意事項

(1) 試料採取にあたっては、最低限、次の器材等を準備する。

- ① 試料採取にあたる人数分の保護具(国家検定防じんマスク、防護服、手袋等)ここ  
でいう「防護服」とは、『石綿技術指针对応版 石綿粉じんへのばく露防止マニユ

アル』（建設業労働災害防止協会、平成24年）に記載の作業衣と同等以上のものを指す。なお、その装着は上下ともが基本である。

- ②試料採取器具（例：コルクボーラ、鋭利なカッター等）
  - ③試料採取予定分の密閉式試料ホルダー（例：フィルムケース、チャック付ビニール袋）
  - ④施工範囲（試料採取範囲）ごとに③を一纏めに収納する密閉式試料ボックス
  - ⑤水又は飛散抑制剤入りの湿潤器
  - ⑥粉じん飛散防止剤入りの噴霧器 粉じん飛散防止剤としては、国土交通省認定のものが望ましい。
  - ⑦施工範囲（試料採取範囲）ごとの図面
  - ⑧試料番号等記載できるラベル
  - ⑨試料採取記録用紙
  - ⑩必要であれば安全衛生用具（HEPA フィルタ付真空掃除機、養生シート等）
- (2) 試料そのものに石綿が含まれているか否かが判明していない時点で、試料を採取するので、試料採取時には必ず保護具を着用すること。なお、可能な限り湿潤器を使用して、試料採取部位の湿潤化を行うこと。
- (3) 試料を採取し、試料ホルダーに入れ密閉する。
- (4) 施工範囲（試料採取範囲）ごとに、前述（3）の試料ホルダーを試料ボックスに入れ、密閉した上で、試料番号、採取年月日、採取建物名、施工年、採取場所、採取部位、採取したものの形状（板状不定形状等）、採取者名等後で試料を特定できるようにするための必要な情報を記入すること。
- (5) 試料を採取した部位からの飛散を防止するために、採取部位に粉じん飛散防止剤を噴霧する。なお、粉じん飛散防止剤に関しては建築基準法第37条により認定された石綿飛散防止剤を使用することが望ましい。
- (6) 複数の場所で採取する場合は、採取場所ごとに、採取用具は洗浄し、手袋は使い捨てを使用する等、他の場所の試料が混入しないように十分注意する必要がある。

### 1.8.2. 石綿を含む可能性のあるものの種別による試料採取の注意事項

レベル1の吹付け材、レベル2の耐火被覆材、断熱材、保温材、レベル3の成形板について、それぞれの試料採取における留意事項を以下に述べる。

#### 1.8.2.1. 吹付け材

吹付け材は、現場において、吹付け材料を対象物に吹付けて完成するが、完成したものは材料組成が不均一になっている可能性が極めて高い。

特に石綿の含有率が低い場合は、完成したものの不均一性を十分考慮する必要がある。例えば、吹付け材の現場配合比で石綿含有率4%程度のものが施工されている箇所から

試料を採取し、分析を行った場合でも、試料採取位置によっては、「石綿なし」となる場合や「石綿含有率が10%以上」となることも想定され、完成したものの石綿含有のばらつきがかなり大きいと考えておいた方がよい。

このほか、施工年によっては、石綿含有のものと無石綿のものが混在している時期があったり、大規模な施工現場では、二以上の施工業者が吹付け作業を行い、片方の業者が無石綿の吹付け材で施工し、もう一方の業者は石綿含有の吹付け材で施工したりする場合があるので、これらの点にも留意する必要がある。

また、吹付け材の場合は、最終仕上げ工程で、セメントスラリーを表層に散布する場合や表面化粧する場合があることにも留意する。

このようなことから、吹付け材の試料採取は該当吹付け材施工表層から下地まで必ず貫通しての試料の採取を前提に次により行う。

なお、主成分がバーミキュライト主体の吹付け材に関しては、厚み1mm以下がほとんどのため、この場合は100cm<sup>2</sup>角程度の試料採取を行う。また、吹付け層全体の表面の色において、一部分、吹付け層の色が異なる場合は、その一部分は補修した可能性が高いため、その部分は既存部分とは別の試料として採取を行う。また、吹付けの年代が違う場合も別の試料として採取を行う。

- (1) 平屋建ての建築物で施工範囲が3000m<sup>2</sup>未満の場合、試料は、図1.9または図1.10の採取位置の例に従い、原則として、該当吹付け材施工部位の3箇所以上、1箇所当たり10cm<sup>3</sup>程度の試料をそれぞれ採取し、それぞれ密閉式試料ホルダーに入れ密閉した上で、それらの試料を一纏めにして密閉式試料ボックスに収納すること。
- (2) 平屋建ての建築物で施工範囲が3000m<sup>2</sup>以上の場合、600m<sup>2</sup>ごとに1箇所当たり10cm<sup>3</sup>程度の試料をそれぞれ採取し、それらの試料を一纏めにして密閉式試料ボックスに収納すること（3000m<sup>2</sup>以上の場合には2業者で施工することがある）。
- (3) 一建築物であって、施工等の記録により、耐火被覆の区画に関し、耐火被覆の業者（吹付け業者）が明確な場合、業者ごとの区画を一つの施工範囲としその範囲ごとに、3箇所以上、1箇所当たり10cm<sup>3</sup>程度の試料をそれぞれ採取し、それぞれ密閉式試料ホルダーに入れ密閉した上で、それらの試料を一纏めにして密閉式試料ボックスに収納すること。
- (4) 一建築物であって、耐火被覆の区画に関し、記録がなく、かつ耐火被覆の業者（吹付け業者）が不明確な場合、各階を施工範囲とし、それぞれ密閉式試料ホルダーに入れ密閉した上で、それらの試料を一纏めにして密閉式試料ボックスに収納すること。なお、一建築物の一つの階の床面積が3000m<sup>2</sup>以上の場合の試料採取は、上記(2)の方法による。
- (5) 上記(2)、(3)、(4)の試料採取方法は、昭和50年以降の施工の建築物において、耐火被覆業者により、主に石綿が1~5重量%含有の吹付け材で施工している

業者と石綿をまったく含まない吹付け材で施工している業者が混在している可能性があることに留意したものであり、昭和49年以前施工の建築物は耐火被覆業者が異なった場合であっても、石綿含有率の違い（数十%以上）はあるものの、意図的に石綿が含有されている吹付け材であるため、原則として、試料の採取は上記(1)を適用してもよいが、より安全を期するために、全体階から2つ以上の階を選定して試料を採取する。

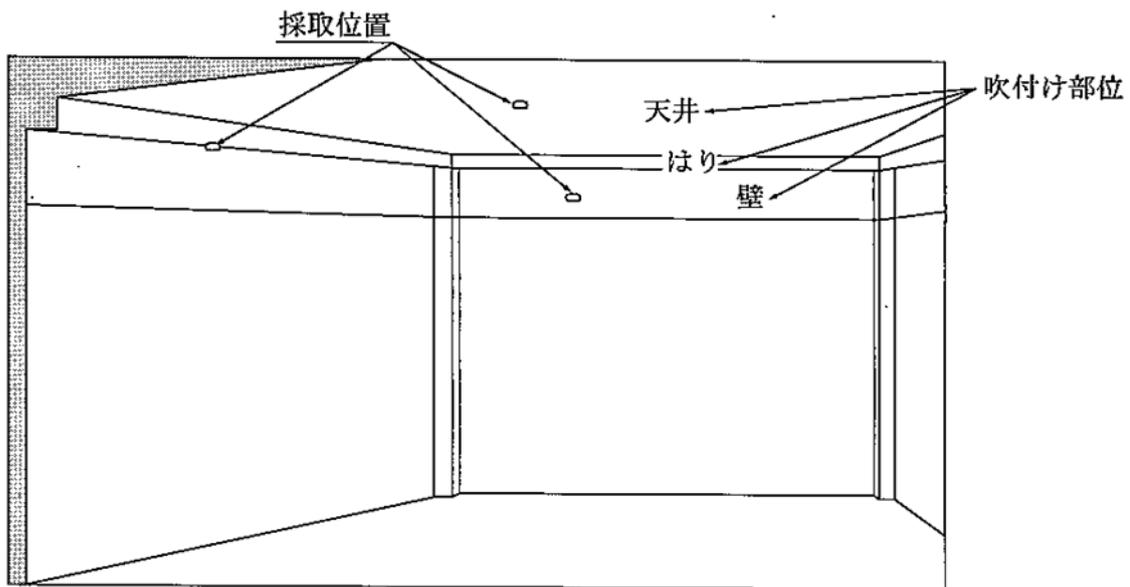


図 1.9 天井、壁における採取位置の例

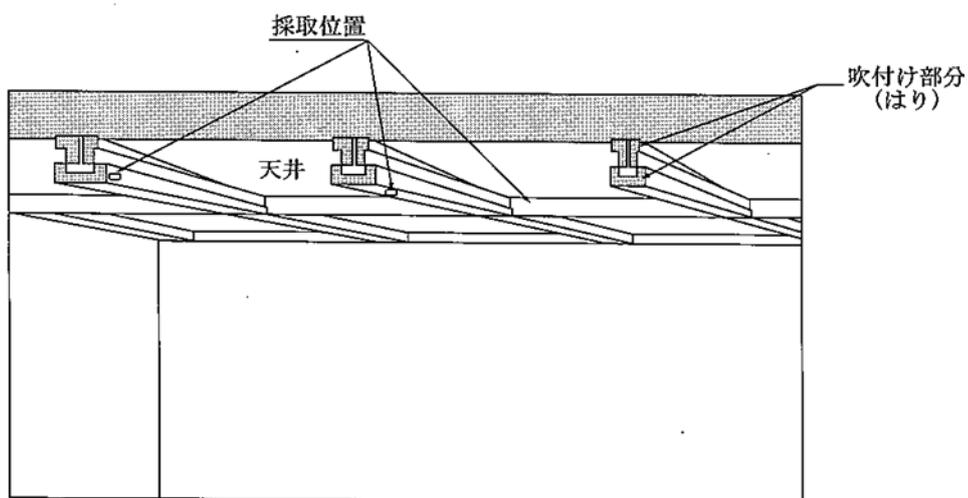


図 1.10 耐火被覆された鉄骨における採取位置の例

#### 1.8.2.2. 耐火被覆材

耐火被覆材には、吹付け材、耐火被覆板又はケイ酸カルシウム板2種、耐火塗り材がある。吹付け材を除く耐火被覆材は施工部位が梁、柱と明確であり、各階の梁、柱全体を施工範囲とする。

なお、吹付け材に関しては、前述1.3.2.1に基づいて試料採取を行う。

(1) 施工範囲から奇数階および偶数階からそれぞれ1フロアを選定する。

この1フロアの梁、柱から代表的な部位を1つ選び、そこから3箇所以上、1箇所当たり10cm<sup>3</sup>程度の試料をそれぞれ採取しそれぞれ密閉式試料ホルダーに入れ密閉した上で、それらの試料を一纏めにして密閉式試料ボックスに収納すること。

(2) 耐火被覆材と耐火被覆材の境界に耐火塗り材が使用されている可能性があるため、その境界を中心に試料を採取すること。

#### 1.8.2.3. 断熱材

断熱材には、折版屋根用断熱材と煙突用断熱材がある。折版屋根用断熱材に石綿を使用している場合は、石綿含有率が非常に高いため、特に試料採取に留意する必要はなく、折版屋根用断熱材の施工範囲から3箇所以上、1箇所当たり100cm<sup>2</sup>程度の試料をそれぞれ採取しそれぞれ密閉式試料ホルダーに入れ密閉した上で、それらの試料を一纏めにして密閉式試料ボックスに収納する。

煙突用断熱材の試料採取に当たっては次の点に留意する必要があるが、いずれにしても、3箇所以上、1箇所当たり10cm<sup>3</sup>程度の試料をそれぞれ採取しそれぞれ密閉式試料ホルダーに入れ密閉した上で、それらの試料を一纏めにして密閉式試料ボックスに収納する。

(1) 煙突用断熱材には、①煙道側に断熱層がある場合、②煙道側の円筒管の裏側に断熱層がある場合があり、特に後述の②の場合は、断熱層に石綿を含む場合と、断熱層は石綿が含まないが、円筒管に石綿を含む場合、断熱層と円筒管の両方に石綿を含む場合があるので、断熱層と円筒管を分離して試料採取を行うこと。

(2) 煙道側に断熱層がある場合や煙道側の円筒管にひび割れがあり、断熱層が露出しているおそれがあるような場合は、煙道中に含まれる硫黄酸化物等により、石綿が変質し、他の物質に変わっている可能性があるため、試料採取に当たっては、表層からの試料採取を行わず、必ず下地に接するまで試料を採取すること。

#### 1.8.2.4. 保温材

保温材には、成形保温材と不定形保温材があり、建築物の小型ボイラ等の配管に使用される保温材は不定形の保温材がほとんどであり、これらはバルブ、フランジ、エルボ部分に使用されている場合が多いが、直管部でも可能性があるため、それぞれ3箇所以上

上、下地まで貫通し、1箇所当たり 10cm<sup>3</sup> 程度の試料をそれぞれ採取してそれぞれ密閉式試料ホルダーに入れ密閉した上で、密閉式試料ボックスに入れ、それらの試料を一纏めにして収納する。またボイラ、タービン、化学プラント等の場合は、配管距離も長く、かつ成形保温材と不定形保温材の両方を使用している場合がほとんどであり、試料採取にあたっては次の点に留意する必要がある。

- (1) 成形保温材と成形保温材のつなぎ目に不定形保温材を使用する場合があります、不定形保温材は成形保温材に比べて石綿含有期間が長いいため、試料採取にあたっては、成形保温材と成形保温材のつなぎ目を貫通して試料を採取すること。

なお、保温材の場合は、使用目的から、配管表層部の温度が高温となっている場合があります、表層部に接触している保温材の材質（石綿を含め）が変化している可能性がある。このような箇所からの試料採取を避けること。

- (2) ボイラ、タービン、化学プラント等には定期検査があり、この検査において、保温材をはぎ、検査終了後、新たな保温材を施工するが、この時に石綿を含まない保温材に変更する場合があります。このようなことを想定して、試料の採取を次のようにする。

○ 化学プラント、火力発電所の場合化学プラントにおいて、系統単位を施工範囲とし、その系統において、定期検査を行っている場合は 30m ごとに、定期検査を行っていない場合は 60m ごとに、3 箇所以上、下地まで貫通し、1 箇所当たり 10cm<sup>3</sup> 程度の試料をそれぞれ採取してそれぞれ密閉式試料ホルダーに入れ密閉した上で、密閉式試料ボックスに入れ、それらの試料を一纏めにして収納する。

○ 原子力発電所の場合原子力発電所の場合は、配管の溶接線の肉厚のチェックのために、所定の範囲（2m 程度）で定期検査を行うことになっているので、この範囲からの試料採取は避け、系統単位を施工範囲とし、600m<sup>3</sup> ごとに、3 箇所以上から、1 箇所当たり 10cm<sup>3</sup> 程度の試料をそれぞれ採取してそれぞれ密閉式試料ホルダーに入れ密閉した上で、密閉式試料ボックスに入れ、それらの試料を一纏めにして収納する。

#### 1.8.2.5. 成形板

意図的に石綿を添加し製造された成形板（例：スレート、けい酸カルシウム板）は、使用目的から、ほぼ施工部位が特定できるので、試料採取範囲は、構造部材であればフロア単位ごとに、建築物内設備機器に使用の部材であれば、その設備機器単位ごとに行なう。

試料の採取は、試料採取範囲から 3 箇所を選定して、1 箇所あたり 100cm<sup>2</sup>/箇所程度

の試料をそれぞれ採取してそれぞれ密閉式試料ホルダーに入れ密閉した上で、密閉式試料ボックスに入れ、それらの試料を一纏めにして収納する（ここで「3箇所選定」とあるが、その理由は成分のばらつきが考えられるためである。成形板は工場での生産品であるため、ばらつきの程度は吹付け材ほどではないが、使用されている石綿の種類によってはセメント等のCaにより含有率が変化するおそれがある。）この他、試料採取にあたって次の点に留意すること。

- (1) 施工範囲（試料採取範囲）内において、改修の有無に関する確認を行うこと。改修が行われた場合は、施工範囲全体に石綿を含んでいないものを施工したか、それとも部分的に施工したかにより、石綿の有無分析に大きな影響を及ぼす。そのため、部分的に改修が行われたことが明確な場合は、既存部分と改修部分を別の試料として採取を行うこと。
- (2) 成形板には、表面を化粧したものがあるため、表面のみの試料採取はしないこと。

#### 1.8.2.6. 建築用仕上塗材

既存建築物の改修工事および解体工事を実施する前に、既存仕上塗材層が石綿を含有しているか否かを確認しておく必要がある。

過去に重量の0.1%を超えて石綿を使用していた仕上塗材については、日本建築仕上材工業会が公表している「アスベスト含有仕上塗材・下地調整塗材に関するアンケート調査結果」により、石綿含有仕上塗材の種類、販売期間、石綿含有量が確認できる。

したがって、これらの情報をもとにヒアリング結果や当該現場での調査結果も併せ、石綿の有無が確認できる場合は、既存仕上塗材層を採取して分析を行う必要がない。ただし、設計図書の多くは特記仕様書において仕上塗材の一般名が記載され、数社の製造業者の中から製品を選択できるようになっているため、当該現場に使用された製品名を特定することは難しい。その場合は、既存仕上塗材層を部分的に採取して、分析を行い判定する。

試料の採取は粉じんが飛散しないように採取面に無じん水を散布（噴霧）してから、カッターナイフ、スクレーパ等で仕上塗材表面部分から仕上塗材内部に刃先を入れ少しずつ剥離、採取する。施工部位の3か所以上から1か所当たり容量10cm<sup>3</sup>程度を目安に試料を採取し、密閉容器に入れ、それらを一まとめの試料として、試料採取履歴（表1.15）として、採取試料の形状（断面の層状構造）等、必要事項を記録・添付し試料とする。

（図1.11 参照）

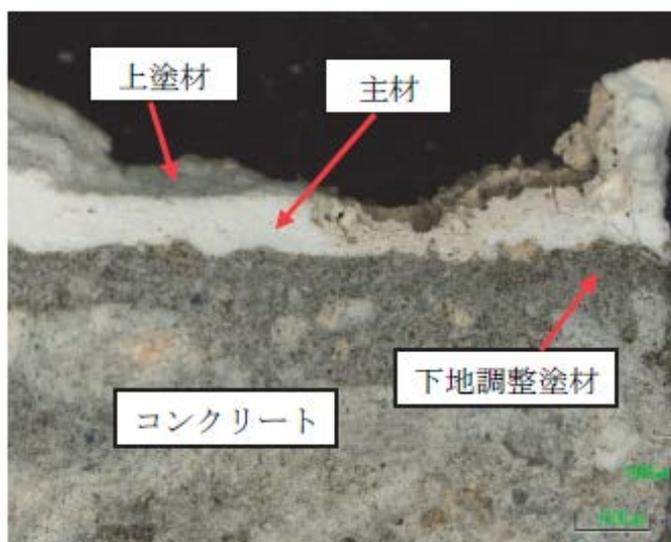
なお、労働安全衛生法令では、石綿含有の建築用仕上塗材（及びその下地調製塗材）のうち吹付け施工のものが、石綿の計画届や作業届の対象となることとされているが、その際に建築用仕上塗材とその下地調製塗材を区別して石綿の含有の有無を分析できた場合は、石綿含有材料部分が吹付け施工か否かによりこの届出の要否が決まることと

されている（平成30年1月29日基安化発0129第1号）。

- (1) 薄付け仕上塗材（砂壁状仕上げなど）の場合は、上塗材が使用されておらず、下塗材もほとんど層を形成していないので、仕上塗材と下地との界面にスクレーパやカッターナイフの刃先を入れ、仕上塗材を採取するのが一般的である。薄付け仕上塗材は、膜厚が3mm程度以下と薄いため、比較的広い面積の塗膜を採取する必要がある。
- (2) 複層仕上塗材（吹付けタイル仕上げなど）は、上塗材・主材・下塗材があるが、上塗材の厚さは塗料と同じ数十ミクロンであり、下塗材もほとんど層を構成していない。したがって、複層仕上塗材層のほとんどが主材部分であり、これをカッターナイフ、スクレーパ、ノミ等削り取るのが一般的である。複層仕上塗材は表面に凹凸模様のテクスチャーが付与されていることが多い。これらの凹凸部分を形成している主材は、どの部分であっても組成は均一である。また、複層仕上塗材は下地への付着強度が高いため、下地と主材層との界面からきれいに剥離除去できない場合が多いと考えられる。このような場合は、主材層を部分的に破壊して採取することとなる。
- (3) 厚付け仕上塗材（スタッコ仕上げなど）は、上塗材がある場合と上塗材がない場合がある。上塗材があつたとしても仕上塗材層全体に占める質量比は僅かである。厚付け仕上塗材の主材層は厚く、その組成も均一であることから主材層を部分的に採取すればよいと考える。厚付け仕上塗材層と下地との界面で剥離採取することはかなり困難である。  
塗り替え等の改修工事の場合は、分析用試料採取後、簡易補修を行う。  
改修または解体のいずれの場合においても、塗材の種類や工法が部位などによって異なっている場合や、棟によって施工業者が異なっている場合は、それぞれ別に採取する。
- (4) 採取した仕上塗材には下地調整塗材やコンクリート等が付着している場合がある。まず、目視で試料を確認し、コンクリートが付着していないことを確認する。
- (5) 改修（再塗装）で、塗材に亀裂や部分的剥離がない場合には、調査対象は仕上塗材のみとなる。第3章で分析を実施する場合には、実体顕微鏡で表面から順次各層の観察を実施し、下地調整塗材の上までを調査対象範囲とする（図1.11の赤色線で示した範囲）。第4章で分析を実施する場合には、実体顕微鏡等を用いて下地調整塗材が混入しないよう、予めカッターナイフ等で除去してから分析試料とする。
- (6) 解体を目的とした場合には、下地調整塗材および仕上塗材が調査対象となる。第3章で分析を実施する場合には、実体顕微鏡で表面から順次各層の観察を実施し、躯体の上までを調査対象範囲とする（図1.11の青色線で示した範囲）。第4章で分析を実施する場合には、目視および実体顕微鏡等を用いて躯体が付着していれば予

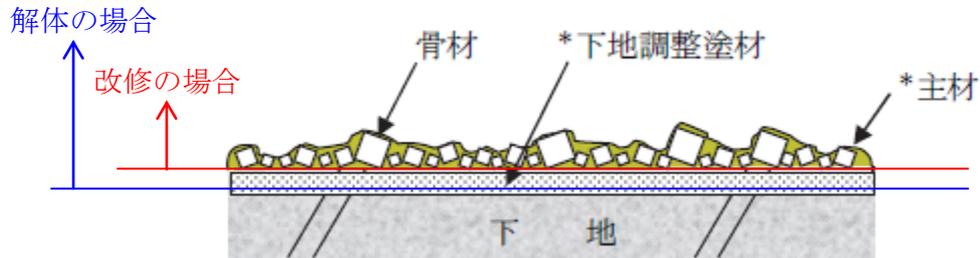
めカッターナイフ等で除去してから分析試料とする。無機質、有機質の試料ともに、塗料等が用いられていることが多いため、灰化して有機成分を処理し、第4章の手順に基づいて分析を実施する。

- (7) 目視上、施工が同じようにみえていても、塗り重ねの場合、既存が残存している可能性を考慮し、外壁、内壁、上裏のように施工が異なる可能性を有する部位については、別途採取調査することが望ましい。

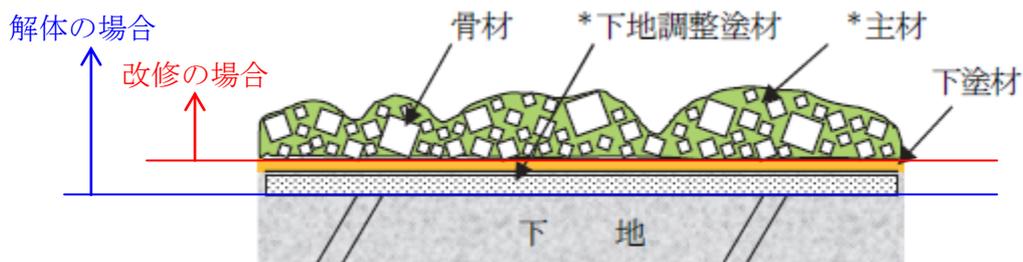


複層仕上塗材の断面の例

【薄付け仕上塗材：砂壁状模様の例】



【厚付け仕上塗材（上塗材なし）：吹放し模様の例】



【複層仕上塗材：凸部処理模様の例】

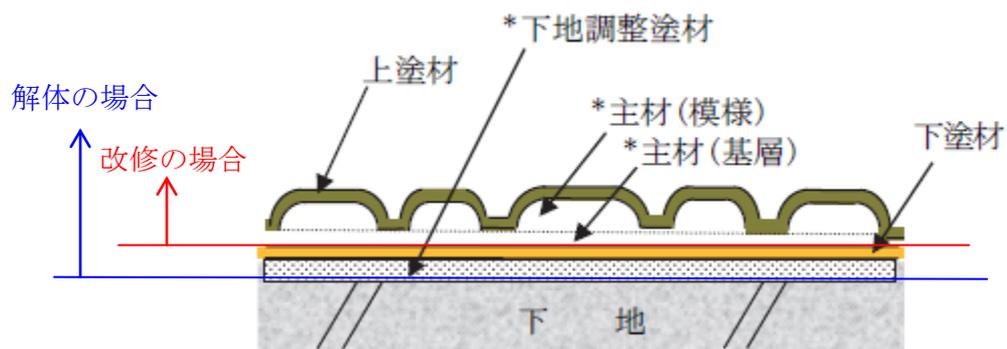


図 1.11 建築用仕上塗材の試料採取部位

## 建築用仕上塗材(下地調整塗材含む)分析用試料の採取写真

### 採取

※採取箇所をビニール袋で囲んで養生し、  
採取した塗材をそのままビニール袋内に封入。



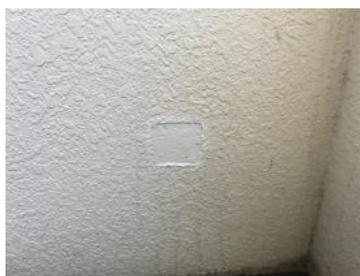
### 湿潤化

※塗材によってはトップコートが水を弾く。  
スクレーパーを入れて剥離した部位は  
湿潤されていないため、  
必要に応じ、適時湿潤を追加する。



### 採取痕の固化

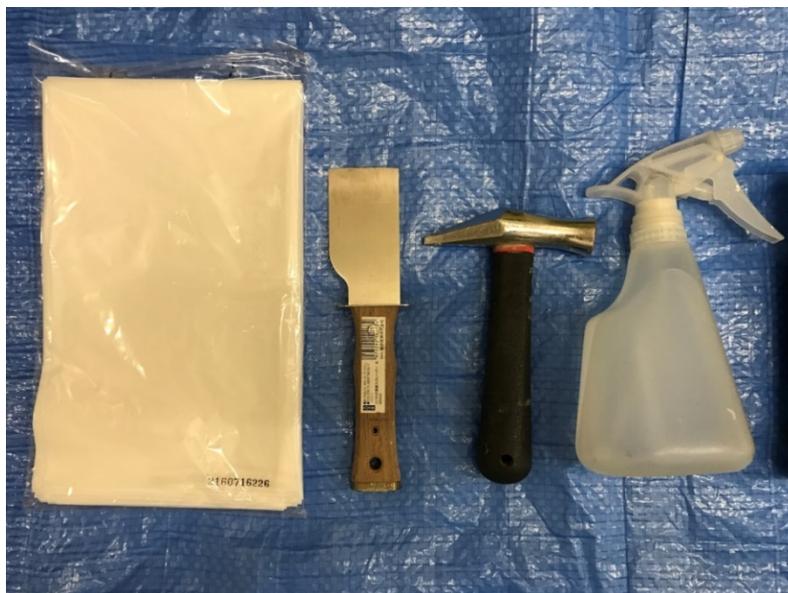
※固化材噴霧や接着剤塗布を行う。  
塗材と類似した色のスプレーを塗布し、  
簡易補修を兼ねることも一般的。



## 採取道具の例

---

養生シート  
採取用ビニール袋  
スクレーパー  
ハンマー  
湿潤用無じん水



---

簡易補修用カースプレー  
飛散防止用スプレー接着剤  
飛散防止用固化材



---

※複層材の採取痕の凹みが気になる場合には、ノンブリードのシール材等による簡易補修が有効である。

### 1.8.3. 試料採取時の情報伝達と責任分担の明確化について

書面・現地調査にはじまり、試料採取、そして分析までが適切に行われるには、的確に情報伝達を行うとともに、責任分担を明確化にすることが必要である（表 1.14）。

(1) 分析者（分析機関）が自ら試料採取を行う場合は、

- ・ 現地調査結果において同一と考えられる建材の範囲が特定されているか確認を行い、不明な場合は調査実施者等に明確な情報を求める。
- ・ 採取した試料の識別と分析を行う際の前処理等の情報を得るために、表 1.15 に示した試料採取履歴に必要事項を記録する。

(2) 分析者（分析機関）が、外部から持ち込まれた試料の分析を請け負う場合は、分析依頼元に対して、表 1.15 に示した試料採取履歴に必要事項を記入して必ず添付するように要請すること。

表 1.14 現地調査から試料採取までの責任分担の明確化

石綿飛散漏洩防止対策徹底マニュアル [2.20 版]（厚生労働省）（抜粋）

7. 事前調査の一連の過程では、

- ・ 現地調査において同一材料範囲の判断
- ・ 試料採取において同一材料範囲のうちどの箇所から試料採取するか判断

を行う。これらは石綿の有無に関する重要な判断であり、これらの判断の責任者が誰であるか不明確なまま、事前調査を行ってはならない。

また、一部解体や改修工事であれば、工事内容によって調査すべき建材の範囲が異なってくるため、工事内容に応じて調査対象建材を適切に判断しなければならない。

8. 具体的には、次の通りである。

- ・ 石綿則上は同一材料範囲の判断までが第 3 条第 1 項に基づく現地調査の一環であるが、試料採取を外注する際に、同一材料範囲の判断もあわせて依頼するのであれば、そのことを明示して依頼することが必要である。
- ・ 試料採取を行う際に、採取作業とは別の者が、採取個所を指示（判断）する場合もある。採取作業だけでなく、採取個所の指示者（判断者）の氏名も報告書に明記する。
- ・ 分析機関が試料採取に関与しない場合には、試料採取者は、採取した試料ごとに、表 4（編注：本マニュアルの表 1.15）に示す試料採取履歴に求められている内容について記入し、試料と一緒に分析機関に委託する。また、分析機関に試料採取者の情報を伝え、分析機関が作成する分析結果報告書には、当該試料採取者の情報を記録させる必要がある。

表 1.15 試料採取履歴

試料採取者の所属・氏名	(所属)	(氏名)	印		
試料採取者の資格	建築物石綿含有建材調査者、石綿調査診断士、石綿作業主任者、無し				
採取箇所等の指示(判断)者の所属・氏名	(所属)	(氏名)	印		
指示者の資格	建築物石綿含有建材調査者、石綿調査診断士、石綿作業主任者、無し				
採取年月日	年 月 日				
建築物等の種類	鉄骨構造(S造)、鉄筋コンクリート構造(RC造)、鉄骨鉄筋コンクリート構造(SRC造)、木造				
分析対象試料の概要					
試料 No.	採取年月日	試料採取場所と採取部位	建材等の種類と名称	試料の形状・材質	試料の大きさ(容量)
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					
9					
10					
(その他特記事項)					

## 第2章. 厚生労働省が定める石綿則に基づく建材分析等

### 2.1. 我が国で規定されてきた石綿含有率の分析方法

石綿障害予防規則第3条第2項に基づく分析方法是、厚生労働省通達により指定されており、主として、

- ① 「建築物の耐火等吹付け材の石綿含有率の判定方法について」  
(平成8年3月29日付け基発第188号 労働省通達)
  - ② 「建材中の石綿含有率の分析方法について」  
(平成17年6月22日付け基安化発第0622001号 厚生労働省通達)
  - ③ 「建材製品中のアスベスト含有率測定方法」  
(最終改正平成28年4月13日付け基発0413第3号( JIS A 1481 規格群など))
- が定められてきた。

JIS A 1481-2, JIS A 1481-3 は②の分析方法をもとに JIS 化されたものであり、また、JIS A 1481-1 において石綿不検出であることを判定する場合は本マニュアルの内容に留意して判定することになる。

もとより石綿則による分析は厚労省通達で指定しており、厚労省通達において、JIS 法の実施に当たっては、本マニュアルの記載事項に留意して実施することと明記されており、本マニュアルをよく理解することが重要である。

なお、上記のほか、次の分析方法も定められており、これらの場合に該当するときは、これらの分析方法を用いることができる。

- ① 「ベビーパウダーに用いられるタルク中のアスベスト試験法」  
(昭和62年11月6日付け薬審2第1589号の別紙)
  - ② 「蛇紋岩系左官用モルタル混和材による石綿ばく露の防止について」  
(平成16年7月2日付け基発第0702003号 厚生労働省通達)
  - ③ 「天然鉱物中の石綿含有率の分析方法について」  
(平成18年8月28日付け基安化発第0828001号 厚生労働省通達)
- ③については本マニュアルの第8章に記載している。

### 2.2. 分析マニュアルの概要

本マニュアルでは、第3章で定性分析法1(偏光顕微鏡法)、第4章で定性分析法2(X線回折分析法・位相差分散顕微鏡法)、第5章で定量分析法1(X線回折分析法)、第6章で定量分析法2(偏光顕微鏡法)、第7章で定性分析法3(電子顕微鏡法)、第8章で天然鉱物中の石綿含有率の分析について、第9章で分析結果の信頼性を確保するための分析機関としての望ましい組織体制について記述している。

第3章及び第6章は、建材製品、天然鉱物及びそれを原料としてできた製品中のアスベスト分析に適用可能である。一方、第4章及び第5章は、建材製品中のアスベスト分

析だけを対象としており、また、ILO 条約の精神を踏まえ石綿除去作業等々の安全衛生を考慮して作成した方法である。

第3章及び第4章は、“アスベストの含有の有無の判定基準”が異なっている。第3章は、繊維状粒子が存在する場合、偏光顕微鏡を使用してアスベスト繊維か否かの判定をしている。一方、第4章は、X線回折分析の定性分析により、アスベストを含めた類似鉱物の存在を確認した上で、位相差・分散顕微鏡による分散染色法の定性分析結果により、粒子状物質中に存在するアスベスト繊維数の割合を含めた判定基準に基づいて判定する。このように、分析方法及び分析機器などが異なっているため、共通の判定ではないが、試料の採取方法や検出限界などを踏まえ、アスベストの有無の判定について同等としている。

尚、本マニュアルでは、3章及び第4章の定性分析結果から、石綿障害予防規則の適用対象か否か（建材中に0.1%を超えてアスベストを含有するか否か）についての判断方法についても記載しているので留意すること。

分析精度を担保するためには、第3章から第7章に記載されている分析方法からできる限り複数の方法を組み合わせて実施することが望ましい。

## 第3章. 定性分析方法1（偏光顕微鏡法）

### 3.1. 分析の概要

本章は、JIS A 1481-1によるアスベスト含有率測定について、JIS A 1481-1に記載の内容のほか、JIS A 1481-1の実施に当たって具体的な留意点や補足を掲載したものである。その流れは、図3.1の通りである。

- ①試料を受け取ったら肉眼で試料の全体をよく観察し、色や材質を記録する。
- ②必要であれば灰化、酸処理、浮遊沈降による非アスベスト成分の除去を行う（試料調製）。
- ③調製した試料又は未処理の試料を肉眼と実体顕微鏡で詳細に観察し、試料の種類や前処理の必要性の有無を確認する。
- ④前処理が必要な場合は適切な前処理を行う。
- ⑤試料を実体顕微鏡で観察し、アスベストの可能性のある繊維を探して代表的なものを取り出し、偏光顕微鏡用の標本作製する。
- ⑥標本を偏光顕微鏡で観察し、形態、光学的性質からアスベストの同定を行う。
- ⑦調べた繊維がいずれもアスベストではなかった場合、または試料から実体顕微鏡で確認できる大きさの繊維が見つからなかった場合は、無作為に分取した試料で偏光顕微鏡用の標本作製し、実体顕微鏡では見えない微細なアスベスト繊維を探す。

留意点：試料調製と前処理の違いについて：試料調製は顕微鏡観察に先立って、試料の大部分を構成する非アスベスト成分を除去する操作であり、顕微鏡観察で繊維が検出されやすいようにすることが目的である。前処理は実体顕微鏡観察の後で試料から繊維を取り出したり繊維から付着物を取り除いたりする操作で、偏光顕微鏡観察を容易にするために行われる。いずれも必須の手順ではなく、必要に応じて行われる。

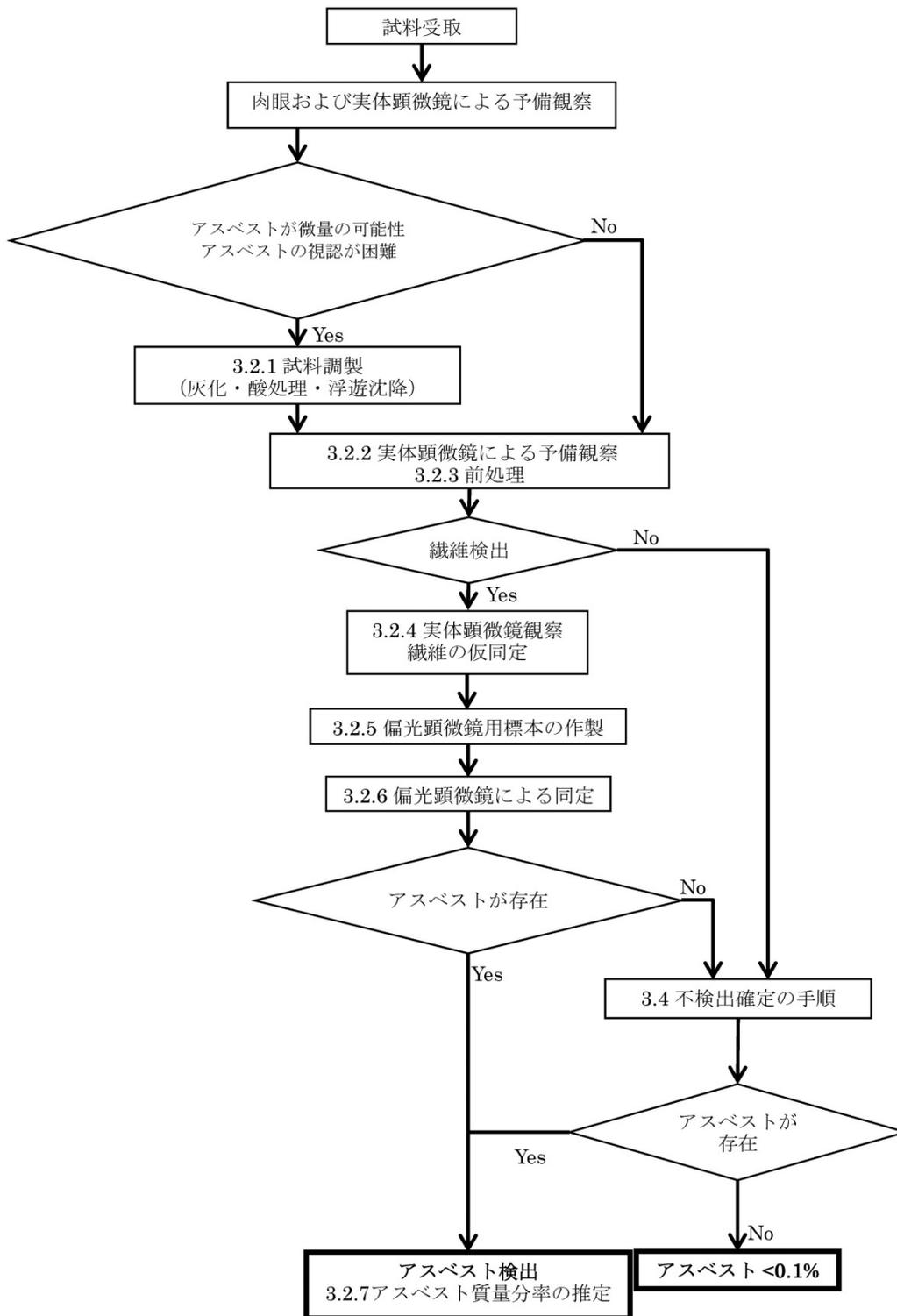


図 3.1 定性分析方法 1（偏光顕微鏡法）での分析の流れ

## 3.2. 分析の手順

### 3.2.1. 試料調製

アスベストの含有量が低い場合、または試料中のアスベストの分布が不均一で大量の試料を分析しなければアスベストを確実に見つけられない場合には、顕微鏡観察に先立って非アスベスト成分の大部分を取り除くための試料調製をしてアスベストの検出を容易にすることができる。試料調製の方法には灰化、酸処理、浮遊沈降がある。

#### <灰化>

有機物は 485°C で 10 時間加熱することで取り除くことができる。加熱処理を行うときは、試料を磁性るつぼに入れてふたをし、マッフル炉に入れて加熱する。加熱は必ずるつぼを炉内に入れてから開始するようにする。

#### <酸処理>

試料を 2mol/L の冷希塩酸（室温）中で 15 分程度攪拌することで多くの成分を除去することができる。アスベストの検出が容易になる。

- ①メノウ乳鉢に試料を入れ、蒸留水で試料を軽く湿らせる。
- ②試料に直接あたらないよう注意しながら乳鉢に塩酸を加え、乳棒で軽くすりつぶす。
- ③発泡がおさまったらさらに塩酸を加える。
- ④塩酸を加えても新たな発泡が起きなくなったらポリカーボネートフィルタ上に吸引ろ過する。
- ⑤ポリカーボネートフィルタはふた付きのディッシュに入れてから乾燥させ、分析用の試料とする。

#### <浮遊沈降>

試料の種類によっては砂利や砂粒が入っている場合があり、それらは水中での沈降や浮遊により取り除くことができる。パーミキュライトやパーライトは低密度のため浮遊によって除去できる。砂や砂利は水中でアスベストより速やかに沈降するため沈降法により大部分を除去することができる。浮遊沈降法は以下のような手順で行う。酸処理に続いて行う場合は、酸処理後のろ過をせずに直接以下の手順で浮遊沈降法を行う。

- ①約 300mL の蒸留水を入れた 500mL ビーカーに試料を投入し、水面に浮くものがあれば薬匙で数回水中に押し込んだ後、浮いているものを薬匙ですくい取る。試料の量が多い場合は数回に分けて行う。
- ②浮いているものを取り除いたら、水をよく攪拌する。
- ③大きな粒子が沈んだら速やかに懸濁液を別のビーカーに移す。
- ④150mL の蒸留水を加えて攪拌し、③の操作を行う。これを 2 回繰り返す。
- ⑤蒸留水の洗瓶で沈殿物をビーカーから洗い流してペトリ皿にとり、乾燥させる。
- ⑥ビーカーにとってある懸濁液は孔径 0.4  $\mu\text{m}$  のポリカーボネートフィルタ上に吸引ろ過し、乾燥させる。

- ⑦水面に浮いたものと沈殿物を実体顕微鏡で確認し、大きな繊維束があればろ過試料に移す。
- ⑧ろ過試料を顕微鏡分析用試料とする（→3.2.4. 実体顕微鏡観察）。

留意点1：試料調製が必要な試料の例としては、アスベストを含む可能性のある鉱物が使用されている試料や繊維に付着しやすい成分を大量に含んでいる試料、アスベストと紛らわしい繊維が大量に含まれている試料、砂や砂利を含む試料などがあげられる。肉眼での観察でアスベストらしい繊維が確認できる試料や、ガラス繊維が主体でアスベストが覆い隠される恐れが少ない試料などについては、試料調製を行う必要はない。

留意点2：酸処理を行うと、マグネシウムの溶脱によりクリソタイルの屈折率はわずかに低下するが、他のアスベストの光学的性質には影響しない。

留意点3：灰化、酸処理、浮遊沈降を組み合わせで行う場合はこの順番で行うことが推奨される。

### 3.2.2. 肉眼および実体顕微鏡による予備観察

- ①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。
- ②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。
- ③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。

留意点1：必要な前処理を知る手掛かりになる場合があるため、試料の材質に注意する。

留意点2：実体顕微鏡は10倍から40倍以上まで連続的に倍率を変えられるものを使い、10倍で確認をしながらより詳細に観察を行いたい場合には適宜倍率を上げて観察する。

### 3.2.3. 前処理

前処理の目的は、繊維を試料から取り出し、付着している粒子を取り除くことである。成形板などの場合は割って新たな断面をだす、試料をすりつぶす、表面や角をナイフで削り取るなどの方法で繊維を露出させる。

繊維の付着物が炭酸カルシウム（石灰石）や硫酸カルシウム（石膏）、ケイ酸カルシウムの場合は、希酢酸（50%）や2mol/Lの冷希塩酸（室温）で除去できる。炭酸カルシウムマグネシウム（ドロマイト）が付着している場合、除去には冷濃塩酸（36%、室温）を使用する。

プラスチック、アスファルト、樹脂、ゴム製品の共存物の除去には、有機溶剤で処理するかマッフル炉を使って 485℃での灰化を行う。浸液に浸した状態で 150℃程度に加熱することで、有機成分を溶かして中に含まれる繊維を視認しやすくすることができる場合もある。

留意点 1：酸処理を行う場合はメノウ乳鉢に目的の繊維・試料片を入れ、そこに酸を滴下して反応させる。塊がある場合は軽く乳棒で押しつぶすなどして反応が十分に進むようにする。酸処理は発泡が収まるまで続ける。

留意点 2：クリソタイルは濃塩酸にわずかに溶けるので、濃塩酸は角閃石系アスベストが疑われる場合に使用する。

留意点 3：酸処理が終わった後で酸を放置しておく、繊維の光学的性質が変化してしまうほか塩の結晶が生成される場合があるため、ろ過してから数回水で洗い流すようにする。

留意点 4：どの有機溶剤による処理がどの素材に有効かということは個別試験やその素材に関する知識により判断する。

留意点 5：灰化はクリソタイル、アモサイト、クロシドライトの光学的性質を変化させる可能性があるので注意する。

#### 3.2.4. 実体顕微鏡観察

アスベストを建材に添加する際には多くの場合束になった長い繊維を使用するため、多くのアスベスト含有建材では実体顕微鏡観察でアスベストが検出できる。

- ①試料をグラシン紙やトレイなどの容器におき、ピンセットやプローブ（探針）を使って全体を詳しく探索する。
- ②層をなしている試料や不均一な試料は、全ての層、全ての部分を十分に観察して特徴を記載する。
- ③確認された繊維がどの層からとられたかを記録し、形状、色から繊維の種類を仮に同定する（波打った形状をして絹のような光沢を示す白色の繊維はクリソタイル、白色の直線的な繊維の束であればアモサイトまたはトレモライト、アクチノライト、アンソフィライトのいずれか、青色の直線的な繊維であればクロシドライトなど）。

実体顕微鏡観察で仮に同定した繊維は、その後偏光顕微鏡で光学的性質を確認して最終的な同定を行う（3.2.6. 偏光顕微鏡による同定）。

留意点 1：偏光顕微鏡用の標本にするのは数 mg 程度の量であるのに対し、実体顕微鏡では数 g の試料を観察することができ、全体をより把握しやすい。微量のア

スベストを検出するためには、この段階で細心の注意を払うことが重要である。

留意点 2 : 一部の層にのみ比較的低濃度のスベストが含まれている場合には全体を混ぜると検出が困難になる場合もあるので、層に分かれているものは層別に分析を行う (3. 4. 不検出確定の手順)。

留意点 3 : 実体顕微鏡観察は倍率 10 倍程度で行い、より詳細に繊維の細部を確認したい場合には倍率を上げて観察を行なう。この仮同定の結果に基づいて、偏光顕微鏡用の標本をつくる際の浸液を選定する (3. 2. 5. 偏光顕微鏡用標本の作製)。

### 3. 2. 5. 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偏光顕微鏡用の標本を作製する。

- ① 清浄なスライドガラス上に適切な浸液を滴下する。
- ② 実体顕微鏡観察で検出された代表的な繊維を浸液に浸す。
- ③ 清浄なカバーガラスを静かにかぶせて偏光顕微鏡用の標本とする。

留意点 1 : クリソタイルが疑われる場合は屈折率 1. 550 の浸液、アモサイトの場合は 1. 680 の浸液、クロシドライトの場合は 1. 700 の浸液、トレモライトまたはアンソフィライトの場合は 1. 605 の浸液、アクチノライトまたはリヒテライト／ウィンチャイトの場合は 1. 630 の浸液を用いる。

留意点 2 : 実体顕微鏡観察で繊維が検出されなかった場合や、調べた繊維がいずれもスベストでなかった場合は、無作為に試料の一部を分取して 2 枚以上の標本作製し、偏光顕微鏡で分析する (3. 4. 不検出確定の手順)。

留意点 3 : 標本作製する時、大きな塊が入っているとカバーガラスを載せたときに傾きが生じて偏光顕微鏡観察の際に支障をきたすため、そのような塊は乳棒で押しつぶすか、スライドガラス 2 枚で挟んですりつぶすなどして、事前に十分細かくしておく (図 3. 2)。

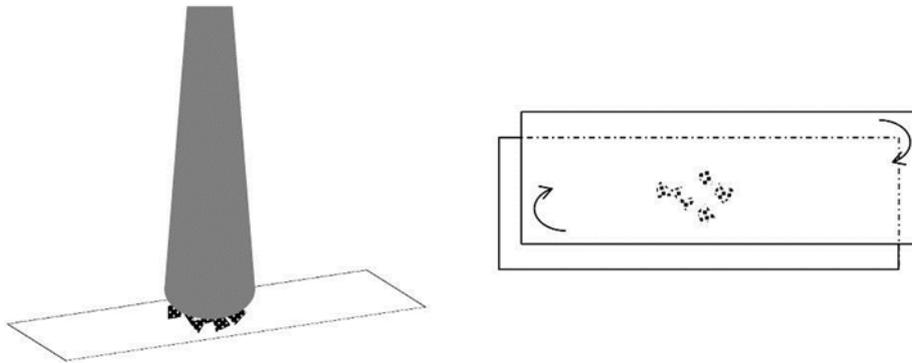


図 3.2 塊のつぶし方の例

### 3.2.6. 偏光顕微鏡による同定

偏光顕微鏡でアスベスト繊維を同定するには以下の項目を観察する。観察は100倍（接眼レンズ10倍×対物レンズ10倍）で行い、繊維の細部をより詳細に調べたい場合には対物レンズを40倍に切り替えるなどして高倍率で観察を行う。

形態	: 全てのモードで観察可能
色・多色性	: オープンポーラで観察
複屈折（バイレフリネンス）	: クロスポーラで観察
消光特性	: クロスポーラで観察
伸長の符号	: クロスポーラ＋鋭敏色検板で観察
屈折率	: オープンポーラ＋分散染色用レンズで確認

#### (1) 形態

アスベストに特有の形態的特徴（アスベスト様形態）は光学顕微鏡で観察した際以下のような特徴で認識される。

- a)  $5\mu\text{m}$  を超える繊維について 20:1 以上のアスペクト比を持つ繊維が存在する。
- b) 繊維の伸長方向に沿って、 $0.5\mu\text{m}$  未満の太さの非常に細い単繊維に分けられる（太さ  $0.5\mu\text{m}$  の単独の繊維は偏光顕微鏡で見るのが困難であるが、通常偏光顕微鏡で観察される繊維束の内部を観察すると太さ  $0.5\mu\text{m}$  の繊維が多数集まっている様子が観察できる）。
- c) 上記の特徴に加え次の特徴のいずれかを備えていれば、アスベストに特有の形態を持つことはより確かになる
  - 1) 繊維束になっている互いに平行な繊維

- 2) 端がほうき状に広がっている繊維束
- 3) 細い針状の繊維
- 4) 個々の繊維が絡まりあった塊
- 5) 曲率を持った繊維

留意点 1：形態の観察はすべてのモードで観察可能であるが、繊維と屈折率の近い浸液中で見た場合オープンポーラだと無色の繊維は見えにくい場合がある。繊維の細かい形態を観察するには、繊維を対角位におき、クロスポーラまたはクロスポーラ+検板の状態での観察をすると見やすい場合が多い。

留意点 2：労働安全衛生法に定める「石綿」の定義としてはアスペクト比 3:1 以上の粒子となっているため、アスベスト様形態ではないものも「石綿」として報告しなければならないが、アスベスト様形態の有無を確認している場合はアスベスト様形態の有無も以下の記載例に従って報告書に明記すること。

#### 【記載例】

石綿含有 トレモライト 0.1-5%

コメント：アスベスト様形態の繊維が確認された。

石綿含有 トレモライト 0.1-5%

コメント：アスベスト様形態の繊維は確認されなかった。

石綿含有 トレモライト 0.1-5%

コメント：アスペクト比 10 程度の針状結晶が複数見られたがアスベスト様形態かどうかは判断できない。

留意点 3：アスベストとは「破碎または加工したときに、長く、細く、かつ、柔軟で強い繊維に容易に分かれるようなアスベスト様形態の晶癖を持つ、蛇紋石及び角閃石族に属するけい酸塩鉱物のグループに用いられる用語」であり、アスベスト様形態とは「繊維及び単繊維で高い抗張力及び柔軟性をもつ鉱物の繊維形態の特殊なタイプ」である。

※労働安全衛生法に定める「アスベスト」の定義については第 1 章の冒頭を参照のこと。

留意点4：トレモライト、アクチノライト、アンソフィライトについてはアスベスト様形態かどうかの区別が明確にできない粒子が存在する場合もあるため、そのような粒子が存在した場合はその旨報告書に記載するようにする。

## (2) 色と多色性

色と多色性は、オープンポーラで観察する。

①アナライザを光路からはずしてオープンポーラにする。

②ステージ下にある開口絞りを絞り、見やすいように調節する。

留意点1：クロシドライトは強い多色性を持っていて、繊維の長さ方向に振動する光に対しては濃い青色、幅方向に振動する光に対しては薄い青～灰色を示す

留意点2：アモサイトは加熱を受けると（ごくまれには加熱を受けていなくても）多色性を示すことがある。この時の多色性は繊維の長さ方向が焦茶色、幅方向が薄茶色となる。クリソタイルはほぼ無色で多色性を示さない。鉄の含有量によっては、アクチノライトが繊維の長さ方向で緑色、幅方向で灰色～黄色の多色性を示す場合がある。

## (3) 複屈折

複屈折の有無やその大きさ（2つの屈折率の差の大きさ）はクロスポーラ観察により確認する。クロスポーラ観察をするにはアナライザを光路に挿入する。鋭敏色検板は光路からはずしておく。

留意点1：複屈折を持つ粒子をクロスポーラで観察したとき、粒子中の光の振動面がポラライザ・アナライザの振動方向と45°になっていると干渉色が観察される。干渉色は粒子の厚みと複屈折の大きさ、繊維の軸周りの単繊維の向きの乱雑さの程度によって決まっている。

留意点2：クロスポーラで観察したとき、アスベスト繊維は繊維がポラライザの振動方向と45°になっていると明瞭に観察することができる。

留意点3：クリソタイルの場合は複屈折が低いいため細い繊維は灰色に、太い繊維は白またはさらに高い一次の干渉色（場合によっては二次の干渉色）を示す。クロシドライトは複屈折が低く、可視光の領域に強い吸収があるため異常干渉色を示す。アモサイト、トレモライト、アクチノライト、リヒテライト／ウィンチャイトは中程度の複屈折で、細い繊維では白色、太い繊維では一次または二次の干渉色を示す。干渉色については干渉色図表を参照すること。

留意点4：光学的等方体は複屈折が0であり、干渉色を示さない。クロスポーラで観察

すると人工ガラス繊維のような光学的等方体はほとんど見えなくなるが、鋭敏色検板を挿入したりアナライザの角度をわずかにずらしたりすることで視野全体を明るくすると、浸液との屈折率の差によっては輪郭が見えるようになる。屈折率の差が小さいとそれでも輪郭がほとんど見えない場合があるが、分散染色を見るモードにすると屈折率の差が小さくても分散色がガラスと浸液の境目に観察されるので輪郭が見えるようになる。

留意点5：一部の天然有機繊維はアスベストと紛らわしい形状を持つ場合があるが、繊維の長さ方向に沿って一様でない干渉色を示したり不完全消光をしたりするという特徴からアスベストと区別できる場合がある。

#### (4) 消光角

クロスポーラでアスベスト繊維を観察すると、1回転する間に90°ごとに4回繊維が消える（消光）。繊維の伸長方向とポラライザやアナライザの振動方向が一致しているときに消光することを直消光、角度をなして消光するものを斜消光と呼ぶ。

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いずれも直消光する。トレモライト、アクチノライト、リヒテライト／ウィンチャイトは直消光と斜消光の両方がある。

留意点：トレモライトと鉄含有量が低めのアクチノライト、アンソフィライトは同程度の屈折率であるため、区別するには消光角を用いる。見つかった繊維の消光角を確認してみて繊維の一部が斜消光していれば、屈折率などの他の光学的性質が同様で直消光している他の繊維も含めてトレモライトまたはアクチノライトであると推定できる。

#### (5) 伸長の符号

伸長の符号は、クロスポーラに鋭敏色検板を挿入したときの繊維の色から判断できる。伸長の符号の正負で、それぞれの色は以下ようになる。

伸長の符号が正の繊維	北東—南西方向で青緑色
	北西—南東方向で橙黄色
伸長の符号が負の繊維	北東—南西方向で橙黄色
	北西—南東方向で青緑色

留意点1：伸長の符号は繊維の伸長方向と光学的性質との関係を示している。繊維の長さ方向に振動する光の屈折率が幅方向に振動する光の屈折率より高い場合を伸長の符号が正であるとし、逆の場合を負であるとする。

留意点2：クロスポーラで灰色、白、一次の干渉色を示している繊維で確認するよう気を付ける。高次の干渉色を持つ繊維では、鋭敏色検板を挿入しても色に大きな変化がない場合がある。

留意点3：クロシドライトは唯一伸長の符号が負となるアスベストであるが、300℃以上の加熱を受けると伸長の符号の正負が逆転する場合がある。

留意点4：検板には屈折率の大小の方向（X' および Z' または  $\alpha$  および  $\gamma$ ）が表示されているので、X' または  $\alpha$  が北西—南東方向、Z' または  $\gamma$  が北東—南西方向になっていることを確認すること。

## (6) 屈折率

アスベスト繊維の屈折率は、分散色の観察により確認できる。

- ①分散色を確認したい繊維を消光位におく。
- ②昼光色補正フィルタとポラライザ以外のすべてのフィルタ類を光路から外す。
- ③分散染色用対物レンズに切り替える。
- ④コンデンサを分散染色用のコンデンサに切り替える。

分散色を観察することで、粒子・繊維の屈折率と浸液の屈折率との関係を以下のように知ることができる。

- a) 繊維の屈折率  $\gg$  浸液の屈折率 : 白色
- b) 繊維の屈折率  $>$  浸液の屈折率 : 紫—赤/橙色/黄色
- c) 繊維の屈折率  $=$  浸液の屈折率 : 濃青色—赤紫
- d) 繊維の屈折率  $<$  浸液の屈折率 : 青/青—緑
- e) 繊維の屈折率  $\ll$  浸液の屈折率 : 白色

屈折率が大きく違う場合には分散色がいずれも白色になってしまうが、繊維の屈折率が浸液より高い場合には黄色味を帯びて見え、低い場合には青味を帯びて見えるので、色合いに注意して適切な浸液を選ぶ手がかりとする。

各アスベストの分散色は表 3.1 のようにまとめられる。

表 3.1 アスベストの分散色

アスベストの種類	浸液の屈折率	分散色 ( $\perp$ )	分散色 ( $\parallel$ )
クリソタイル	1.550	青色	赤紫色
アモサイト	1.680	青色	黄金色
クロシドライト	1.700	青色	明青色

トレモライト	1.605	青色	黄色
アクチノライト	1.630	青色	赤—赤紫色
アンソフィライト	1.605	青色	赤紫—黄色
リヒテライト/ウィンチャイト	1.630	青色	赤紫色

留意点1：分散色を確認する際には昼光色補正フィルタを外さないようにすること。

留意点2：偏光顕微鏡用の分散染色用対物レンズを使用している場合は、開口絞りを視野全体が暗くなるまで絞る。この時、コンデンサの先玉を光路から外しておく。位相差顕微鏡用の分散染色用対物レンズを使用している場合は、コンデンサを位相差用コンデンサに切り替える。ユニバーサルコンデンサを使用している場合は、位相差用コンデンサに切り替えるときに先玉を光路に入れるのを忘れないようにする。

留意点3：分散染色に用いる浸液はCargille社製のもののほか試薬を混合することにより調製することもできる。必要な試薬の種類、調製方法についてはJIS A 1481-1の7.1.4.1の表2を参照すること。

留意点4：クリソタイルは産地による組成の違いにより屈折率と観察される分散色に小さな幅が見られるが、アモサイトとクロシドライトには顕著な違いは見られない。ボリビア産のクロシドライトだけはほかの産地のものに比べて低い屈折率を持つことが分かっているが、この場合も繊維の形態や伸長の符号が負であること、多色性から同定を行うことが可能である。

留意点5：トレモライトとアクチノライトは固溶体を形成しているため、組成は連続的に変化する。鉱物学的には $Mg/(Mg+Fe^{2+})$ が0.9-1.0のものをトレモライト、0.5-0.9のものをアクチノライト、0-0.5のものをフェロアクチノライトと呼ぶことになっており(Leake et al., 1997)、鉄の割合が増えるにつれ屈折率は高くなるため、トレモライトとアクチノライトを区別したい場合は高いほうの屈折率が1.637以下ならトレモライト、1.637を超えるならアクチノライトとする。

留意点6：一部の産地のタルクはアンソフィライトと混同される可能性がある繊維を含んでいる。こうした繊維はアンソフィライトとタルクの両方の結晶構造が連晶になっていて、屈折率はアンソフィライトよりも低く、タルクとアンソフィライトの間になる。この場合には屈折率1.615の浸液で分析し、高いほうの屈折率が1.615を超えるような繊維がなければタルクと分類し、高いほうの屈折率が1.615以上の繊維はアンソフィライトと分類する。

留意点7：リヒテライト/ウィンチャイトの同定は、偏光顕微鏡のみでは困難である。バーミキュライトやタルクが試料中に含まれる場合にはリヒテライト/ウィンチャイトが存在する可能性がある。偏光顕微鏡のみで同定しようとする

と、リヒテライト／ウィンチャイトはアクチノライトとよく似た光学的性質を持っているため、アクチノライトとして同定されることになる。リヒテライト／ウィンチャイトが存在する可能性がある試料で、アクチノライトと同様の光学的性質を持つ繊維が見つかり、どちらであるかを確定したい場合は、走査型または透過型電子顕微鏡による同定を行うことが推奨される。

#### 【参考】分散染色の原理

粒子と浸液の屈折率の波長分散が異なっていると、ある波長で屈折率が一致していても他の波長では異なっていることになる。これにより、適切な浸液で観察すると粒子と浸液の境界に色がついて見える。実際に行う際には暗い背景で明るい色のついた粒子を見るのがもっとも見やすいため、コンデンサ絞りからの光線に対し対物レンズの後焦点面の中心部分を遮光することで分散色を観察する（位相差用分散染色レンズの場合は、位相差用コンデンサのスリットに合わせてリング状に遮光されている）。

通常用いられる浸液の屈折率は、摂氏 25℃における 589.3nm の波長の光に対する屈折率である。これより短い波長に対する浸液の屈折率は大きく、長い波長に対する屈折率は小さくなっている。一方粒子の屈折率の分散は浸液の屈折率の分散に比べるとはるかに小さい。したがって、粒子の屈折率が浸液よりも大きい場合は、589.3nm より短い波長で屈折率が一致することになり、逆の場合は長い波長で一致することになる。屈折率の一致する波長の光は分散染色用レンズで遮蔽されてしまうため、分散染色で観察されるのはその補色である。そのため、粒子の屈折率が浸液より大きければ短い波長の青の光が遮られて赤—黄色系の色、浸液より小さければ長い波長の赤の光が遮られて青系の色が観察されることになる。浸液の屈折率は温度により変化するため、分析室の室温は常に監視する必要がある。浸液の屈折率の温度による変化率は、通常瓶のラベルに記載されている。

#### 3.2.7. アスベスト質量分率の推定

アスベストが同定された場合は、肉眼、実体顕微鏡、偏光顕微鏡による観察結果に基づきアスベストの質量分率を 0.1-5%、5-50%、50-100%の 3 段階で推定する。分析の際にアスベスト繊維が 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、これらの 3 段階以外に「検出」という表現を使用することができる。

目視定量をする際には図 3.3 及び図 3.4 のような模式図や、類似した素材からなる既知濃度試料を参考にする。模式図を参考にする場合は、例えば粒子が視野の 40%、アスベスト繊維が視野の 5% を占めていれば  $5 / (40 + 5)$  で 11% 程度と推定されるので、5-50% となる。

留意点 1 : 目視定量の結果は分析データとして保管する必要があるが、試験報告書に必

須の項目ではない。

留意点2：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。

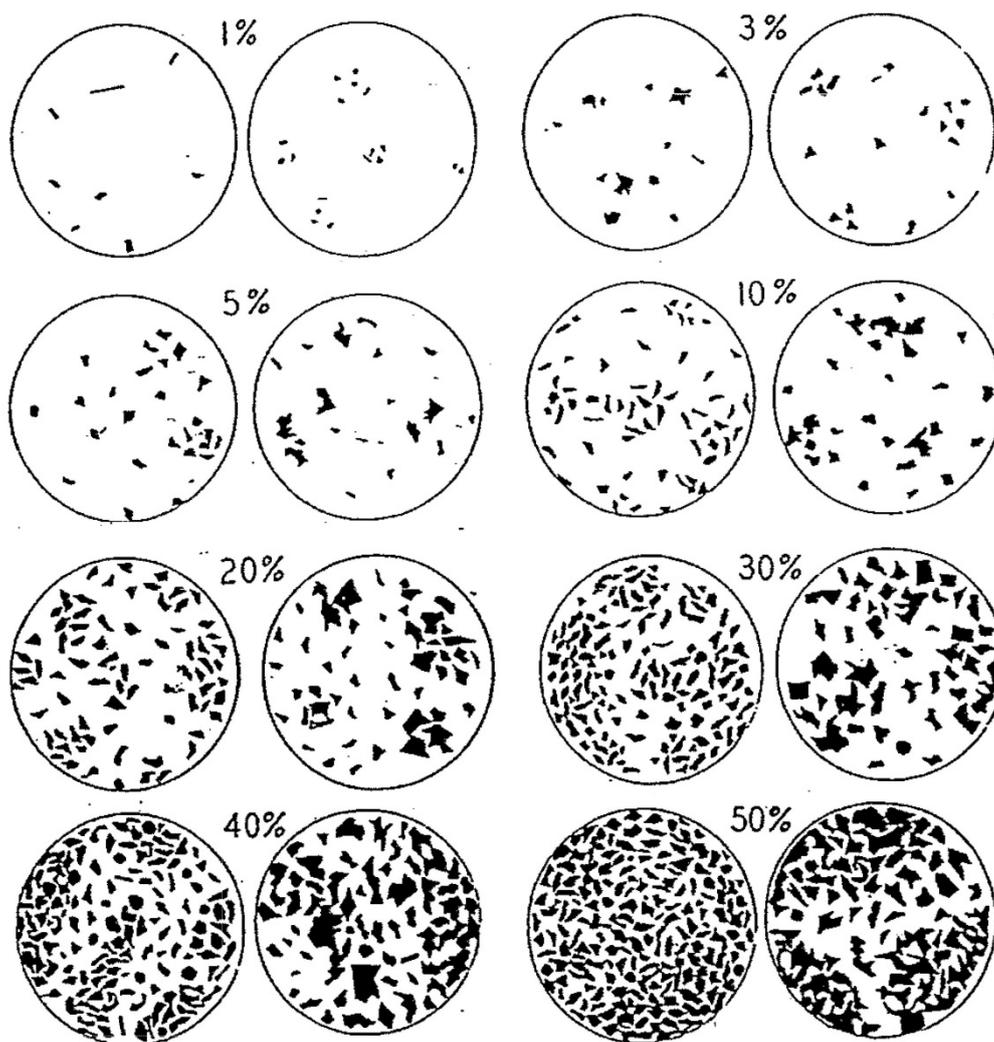


図 3.3 粒子の面積% (Terry and Chilingar (1955) を改変)

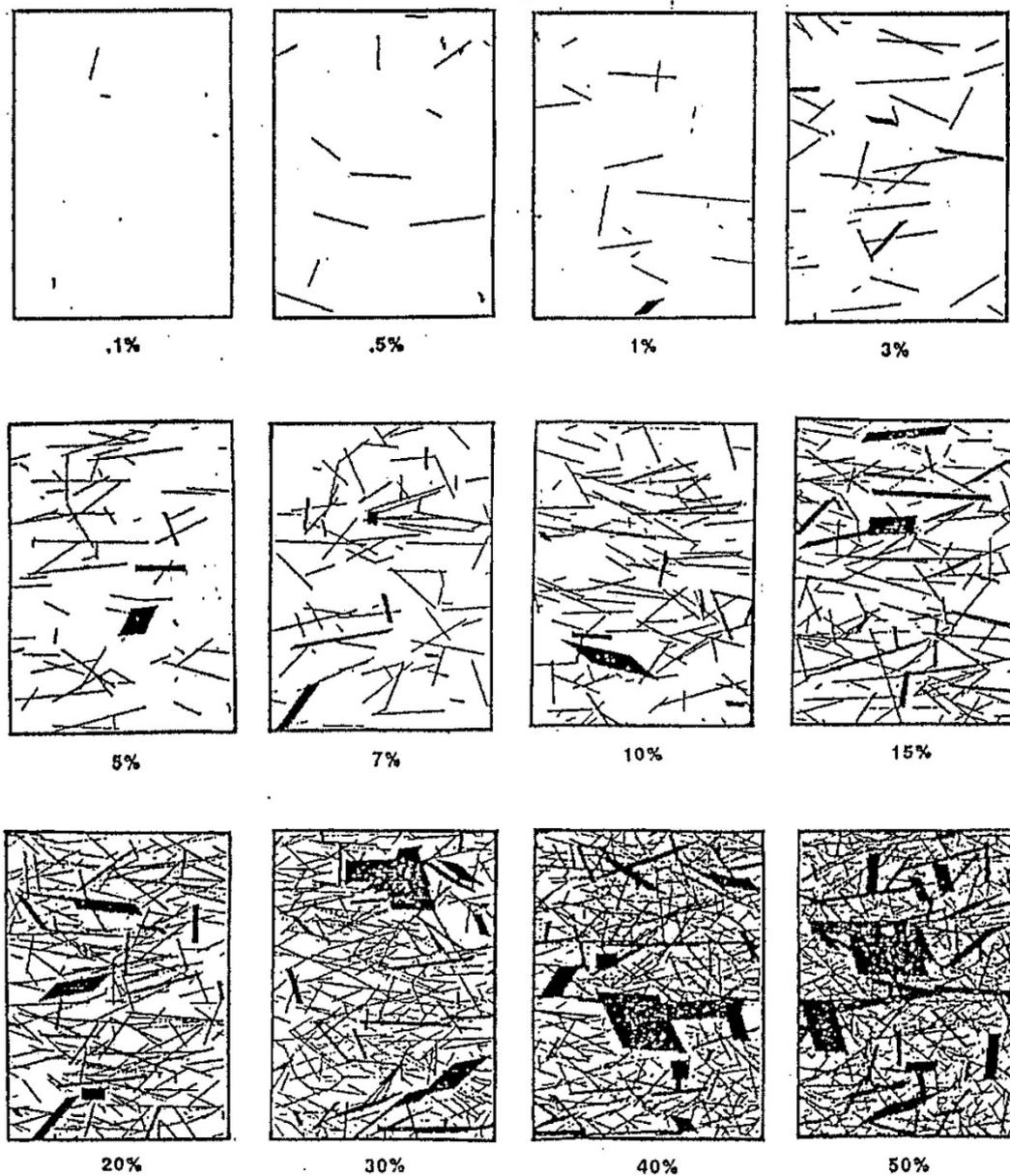


図 3.4 繊維の面積% (Asbestos Identification Using PLM より)

### 3.3. 分析に影響を与える要素

#### 3.3.1. 加熱を受けたアスベスト

加熱を受けるとアスベストの光学的性質が変化する。クロシドライトの場合、300-500°Cの熱に短時間曝しただけでも色の変化や屈折率、複屈折の増大が生じる。クロシドライトは加熱によって以下のような変化をする。

- ・ 伸長の符号の正負の反転 (負→正)

- ・ 色の変化（灰色→黄色→橙～茶色）
- ・ 多色性の変化（灰色の段階で一旦弱まった後、多色性が再度あらわれる）

アモサイトは加熱しても伸長の符号が変化しない。色は黄色から焦げ茶へと変化し、多色性が見られるようになる。500℃以上の加熱を受けたクロシドライトとアモサイトは光学的性質がよく似てくるため、偏光顕微鏡では区別が不可能になる。

クリソタイルの屈折率は600℃以上の熱にしばらく曝されると上昇する。複屈折は小さくなり、稀に伸長の符号の正負が反転する場合がある。色は薄い茶色になる。

留意点：熱影響が進むと最終的には非アスベストに変化するが、光学的性質が変化してもアスベストとしての性質が残っている場合もあるため、加熱による影響が疑われる場合は透過型電子顕微鏡やX線回折分析法により元の結晶構造が残っているかどうかの確認を行うことが推奨される。

### 3.3.2. 溶脱クリソタイル

クリソタイルを酸性の液体に曝すとマグネシウムが溶脱することにより屈折率が下がる場合がある。溶脱が続くと複屈折も低下し、最終的には光学的等方体に変化する。溶脱は試料調製や前処理における酸の使用のほか、腐食性の水（カルシウム、マグネシウムに乏しく pH の低い水）によっても起きる。溶脱クリソタイルは長く雨に曝された屋根のセメント材などにみられる場合がある。

留意点：長く雨に曝された可能性のある試料を分析する場合は溶脱クリソタイルが存在する可能性があることに留意する。

### 3.3.3. 間違いやすい繊維

ポリエチレンは形状がややクリソタイルに似ている場合があり、屈折率も近似しているため注意が必要である。偏光顕微鏡用標本をホットプレートやライターの火で泡が出るまで加熱すると、ポリエチレンであれば溶けるためクリソタイルと区別することができる。細断されたアラミド繊維はクリソタイルと形状が似ているが、複屈折が非常に高いことで見分けられる。

皮革の繊維やクモの糸、セルロースのような天然有機繊維は屈折率がクリソタイルと近い場合特に付着物が多い場合には見間違える可能性がある。このような繊維の存在が疑われる場合は灰化をすることで除去することができる。

繊維状タルクは細いリボン状で、特徴的なねじれで認識できる場合もある。タルク中にアンソフィライトが不純物として含まれる場合があるので、ねじれのない繊維については高いほうの屈折率が1.615を下回ることを確認するようにする。

繊維状ブルーサイト（ネマライト）は直線状の繊維で白色または薄茶色で、アスベストほどの抗張力はなく、酸に溶ける。ブルーサイトの伸長の符号は負で、加熱を受けると正に変わる。1.550の浸液で分散色が黄色、薄黄色になることでクリソタイルと区別する。

ウォラストナイトは直線的な針状の繊維形状を示す場合があり、トレモライトと屈折率が近いいため混同される可能性がある。ウォラストナイトは、繊維の長さ方向の屈折率が幅方向の2つの屈折率の間になるため、繊維の向きにより伸長の符号が変化する。偏光顕微鏡用標本のカバーガラスをプローブなどで軽くたたいて繊維を転がした時、伸長の符号の正負が反転すればウォラストナイトであると同定できる。

珪藻土は針状のかけらを含むことがあるが、屈折率が1.42程度と低いためアスベスト繊維とは容易に区別できる。

### 3.4. 不検出確定の手順

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である。不十分な分析はアスベストの見落とし（フォールス・ネガティブ）につながる可能性があるため、JIS A 1481-1に記載されている手順に適切に従う必要がある。分析でアスベストが同定されなければ、分析者はその試料を不検出と報告することができる。

以下に記述する手順は JIS A 1481-1 の分析手順に対する追加の手引きとなるものである。

表 3.2 建材の種類別の処理方法の例

成形材（床タイル・巾木を除く）	割る ナイフで削る 乳棒で押しつぶす ピンセットでほぐす
床タイル・巾木・接着材	ナイフで削り、浸液に浸して加熱する
吹付け材	ピンセットでほぐす 乳棒で押しつぶす
紐状・織物状の素材	ピンセットでほぐす
塗材	ナイフで1層ずつ削り取る

1. 試料全体を肉眼と実体顕微鏡で調べ、試料の構成要素、層構造、目視できる繊維のすべてを記録する。レベル3建材においては目視できる繊維を見つけるため試料を削ったり割ったりする必要がある場合がある。試料の前処理が必要かどうかを確認する。試料の不均一性を示している可能性があるため色や質感の違いに留意する。
2. 目視できる繊維は直ちに偏光顕微鏡分析用のプレパラートにする。目視できる繊維

がすべて非アスベストと確認されても、試料の全体が不検出であると報告することはできない。さらに分析が必要である（4.以降の手順）。

3. 妨害物質を除去する必要がある試料については、そのための前処理を JIS A 1481-1 に示されている方法に従って行う必要がある。0.2 $\mu$ m より細かいアスベスト繊維は偏光顕微鏡で検出できない可能性が高い。アスベストの繊維束構造を崩さないために過度の粉碎は避ける（例えば乳鉢でのゆるやかなすりつぶし）。試料の前処理のあとは再び実体顕微鏡による徹底的な確認を行うべきである。
4. 2-3g 程度を手作業ですりつぶすなどして実体顕微鏡でよく調べる（建材別の適切な処理方法は表 3.2 を参照すること）。目視できる繊維が存在していない、または目視できる繊維がすべて非アスベストであった場合、試料の各層・各部分から数 mg ずつを無作為に分取して偏光顕微鏡分析用のプレパラートを 6 枚ずつ作製する。試料を均一に広げるため塊はほぐしておく。適切に作成されたプレパラートの偏光顕微鏡写真の例を図 3.5 に示す。プレパラート 1 枚に乗せる試料の量は原則として 3mg 程度とする。
5. プレパラートを偏光顕微鏡で観察する。カバーガラスの右上の角から始めて、プレパラートを縦方向または横方向の線に沿って、前にスキャンした領域を視野に入れながら動かしていき、カバーガラスの下の領域すべてを分析する。このスキャンは倍率 100 倍（接眼レンズ 10 倍×対物レンズ 10 倍）で行ない、アスベストの可能性のある微細な繊維を発見した場合は適宜 400 倍に切り替えるなどして確認する。見つけた繊維は、少なくとも 1 つの光学的特性がアスベストと異なると分かるまで観察をする。
6. 5. までの手順でアスベストが見つからない場合は試料調製（灰化・酸処理）を行い、残渣から無作為にプレパラート 1 枚あたり 3mg 程度を分取して 2 枚以上のプレパラートを作製して 5. と同様の方法で偏光顕微鏡観察を行う。なお、クリソタイルが変質する恐れがあるため冷希塩酸（2mol/L、室温）中に 15 分以上浸して放置しないよう留意する。
7. アスベスト繊維が見つからなければアスベスト不検出と報告される。偏光顕微鏡での不検出の結果はその試料中のアスベストの濃度が検出下限値未満であることを示しており、その検出下限値は 0.01% を下回る。
8. 以上の操作による偏光顕微鏡での分析では、均一な試料を作成して数 mg の観察試料中に 1 本のアスベスト繊維が確認できなければ 0.01% 以下となるといえる。その理由は次のように考えることができる。  
1mg の建材試料を偏光顕微鏡で確認する場合を考えると、0.01% 以下であることを証明するにはその中に 0.1 $\mu$ g を超える重量の繊維がないことを確認すればよい。例えば、2 $\mu$ m $\phi$  のクリソタイル繊維で長さ 10 $\mu$ m の重量は約 0.9 $\times 10^{-4}$   $\mu$ g (1 $\times 1 \times 3.14 \times 10 \times 3$  (密度)  $\times 10^{-12}$ ) g となる。また角閃石では約 1.2  $\times 10^{-4}$   $\mu$ g

(2x2x10x3x10(-12g))となる。いずれも概ね $0.0001\mu\text{g}$ であり、 $0.1\mu\text{g}$ より3桁程度低い。長さが $100\mu\text{m}$ であっても、 $0.001\mu\text{g}$ 程度であり $0.1\mu\text{g}$ より2桁低い。これ以下の繊維径と長さであれば十分に低い重量となる。従って、 $1\text{mg}$ の試料中にこのサイズの繊維が確実にないことが確認できれば検出限界 $0.01\%$ 以下ということができる。

ただし、この操作には試料の前処理が必要であり、繊維が共存物質により隠されないような操作手順に十分な配慮をすることが記載されている。

①試料から繊維を分離させる。試料が塊状である場合は切断、破断、潰す等して内部の繊維を確認する。ただし繊維が粉碎されないように乳鉢等でゆるやかに潰し、均一にする。

②試料中のバインダー等(炭酸カルシウム、硫酸カルシウム、ケイ酸カルシウム等)は希塩酸で溶解除去でき、有機物であれば溶剤による溶解あるいは灰化による除去も可能である。

③更に試料を均一化して、数 $\text{mg}$ を観察する。

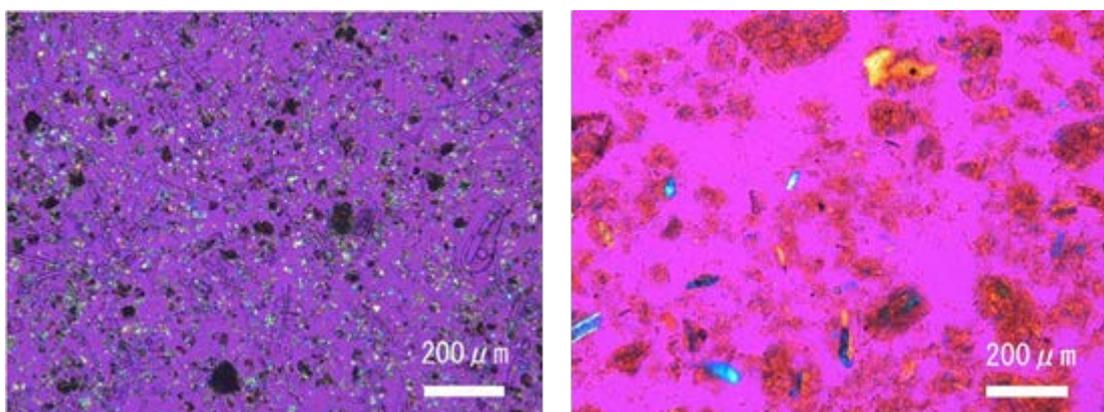


図 3.5 適切なプレパラートの例 (倍率 100 倍)

留意点 1 : けい酸カルシウム板、耐火二層管などの試料では粒子がアスベスト繊維に付着して繊維の同定が困難になる場合があるが、10%の冷希塩酸(室温)などによる処理でこのような付着粒子を除去すると検出が容易になる場合がある(図 3.6)。

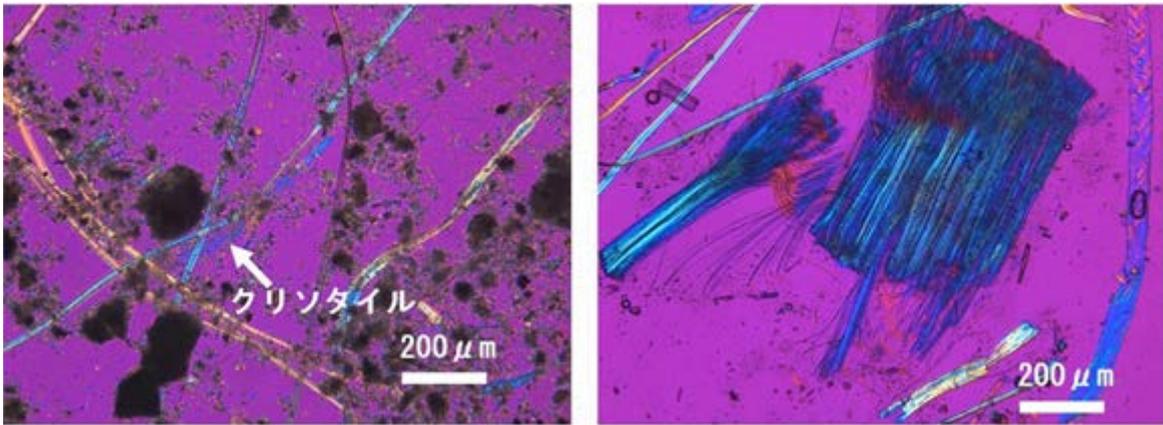


図 3.6 耐火二層管試料の浸液中（左）と 10%塩酸中（右）の偏光顕微鏡写真（倍率 100 倍）

留意点 2：ロックウール吸音天井板（岩綿吸音板）、ビニル床タイルには微細なクリソタイル繊維が低濃度で含まれることがあるので留意する（図 3.7）。

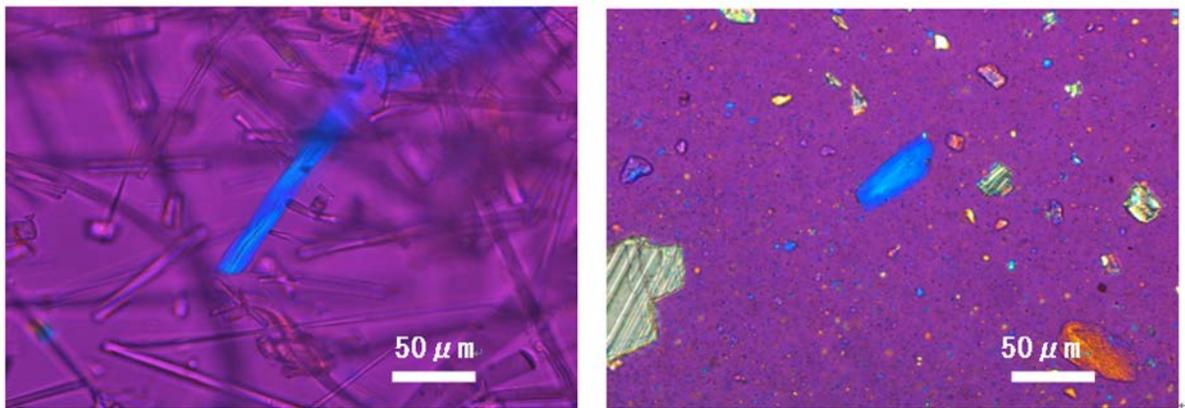


図 3.7 ロックウール吸音天井板（岩綿吸音板）試料（左）とビニル床タイル（右）中のクリソタイルの偏光顕微鏡写真（倍率 400 倍）

留意点 3：パーミキュライト中に含まれる可能性のあるリヒテライト／ウィンチャイトは肉眼で見える大きさの繊維束として入っている場合があるので、実体顕微鏡下で試料全体をくまなく探すようにする。

留意点 4：同定が困難な微細な繊維が偏光顕微鏡観察で確認された場合は、電子顕微鏡による検査で確認することが推奨される。

留意点 5：試料が実体顕微鏡観察で色や質感からだけでは均一性が判断できない場合は、1つまみの試料を 2 か所以上から取ってプレパラートを作製し、偏光顕微鏡で確認する。偏光顕微鏡で観察して粒子構成が違っていれば、その試料は不均一である。不均一で層をなしている場合はそれぞれの部分から最低 2 枚ずつプレパラートを作製して偏光顕微鏡分析を行なう。

## 第4章. 定性分析方法2 (X線回折分析法・位相差分散顕微鏡法)

### 4.1. X線回折分析法、位相差分散顕微鏡法を併用した建材製品中のアスベストの定性分析方法の概要

アスベスト含有建材等のアスベストの含有の有無を調べるための定性分析は図4.1の手順に従って実施する。

分析対象の建材等から適切な量の試料を採取し、当該建材の形状や共存物質によって研削、粉碎、加熱等の処理を行った後、一次分析試料を調製する。

次に、X線回折分析法用試料として、一次分析試料をぎ酸で処理して、二次分析試料を調製する。調製した二次分析試料を用いて、X線回折分析法による定性分析を実施するとともに、一次分析試料を用いて、位相差・分散顕微鏡を使用して分散染色分析法による定性分析を実施する。

X線回折分析法による定性分析結果及び分散染色分析法による定性分析結果から、判定基準に基づいてアスベスト含有の有無を判定する。

なお、分析用試料にアスベストが含有しているか否かについてのX線回折分析法による定性分析の結果、パーミキュライトの回折ピークが認められた吹付け材については、4.1.4の吹き付けパーミキュライトを対象とした定性分析方法により分析を行なう。

なお、本法は、JIS A 1481-2をベースとしつつも、その一部を修正し、また、JIS A 1481-2を単に補足するのではなく、分析手順等が本書の内容で完結するよう解説している。そのため、石綿障害予防規則に基づく分析は、JIS A 1481-2ではなく、本書を参照して行う必要がある。

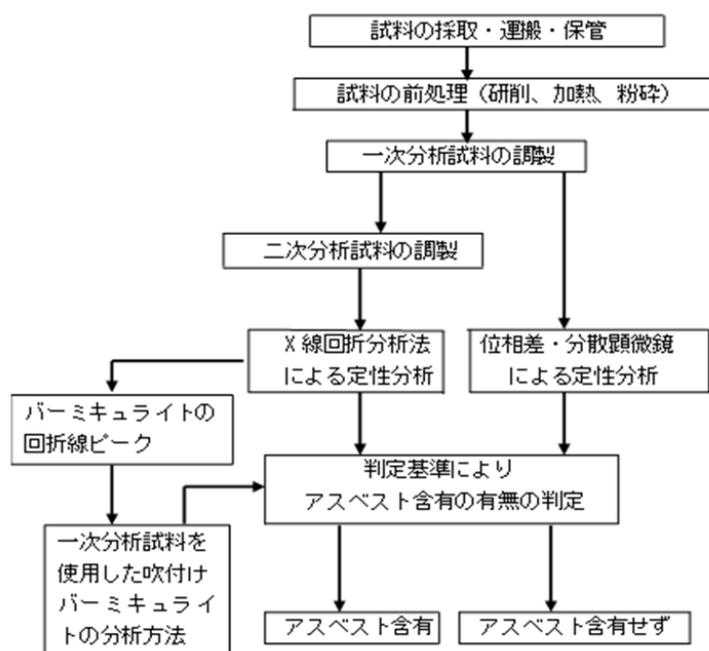


図4.1 建材製品中の石綿含有の判定のための定性分析手順

#### 4.1.1. 定性分析用試料の調製

分析対象試料の外見や色調等について観察を行った後、位相差・分散顕微鏡による定性分析用及びX線回折分析方法による定性分析用の試料の調製を行なう。

##### 4.1.1.1. 位相差・分散顕微鏡による定性分析用の一次分析試料の調製

###### (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 $\mu\text{m}$ の篩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。

留意点1：成形された建材試料の場合は、カッターナイフやボードサンダー等で側面を削りとった試料を粉砕器に入れ、十分に粉砕した後、目開き425~500 $\mu\text{m}$ の篩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一次分析用試料とする。

留意点2：粉砕器としては乳鉢(磁性乳鉢、瑪瑙乳鉢、アルミナ乳鉢など)、ウイレー粉砕器、超遠心カッター、振動ミル、ボールミルなどを使用し、粉砕の程度と粉砕時間はアスベストの繊維形態に影響を与えるとともに、建材の一部のものは細くなりすぎるものもあるので過剰粉砕にならないように、短時間粉砕で篩い分け回数を多く繰り返すこと。

留意点3：定性分析用の一次分析用試料を調製する場合の試料の量は、使用するX線回折分析用の試料ホルダーの容積及び位相差・分散顕微鏡による定性分析の使用量を考慮して調製すること。

###### (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 $^{\circ}\text{C}\pm 10^{\circ}\text{C}$ 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・調整し、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。

留意点：灰化には低温灰化装置を用いて有機成分を灰化してもよい。

#### 4.1.1.2. X線回折分析方法による定性分析用の二次分析試料の調製

4.1.1で調整した一次分析用試料をX線回折分析装置の試料ホルダーに充填し、定性分析を行い、アスベストおよび共存成分の確認を行なう。

次に、4.1.1.1で調整した一次分析用試料をX線回折分析装置の試料ホルダーに充填するための必要量を秤量してコニカルビーカーに入れ、試料100mgに対して20%のぎ酸を20ml加えて攪拌し、その後、無塵水40mlを加えて超音波洗浄器で1分間分散する。30℃±1℃に設定した恒温槽内に入れ、12分間連続して振蕩後、ポアサイズ0.8μm、φ25mmの白色メンブランフィルターを装着したガラスフィルターベースの吸引ろ過装置で吸引ろ過を行い、無じん水にて数回洗浄する。ろ過後、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をフィルタから剥がしてX線回折分析方法による定性分析用の二次分析試料とする。

留意点1：分析対象試料に関する既知データから、アスベスト含有率が明らかに高いと判断される場合は、一次分析試料を直接使用してX線回折分析方法による定性分析を行ってもよい。

留意点2：定性分析用の二次分析試料の調製にあたっては、使用するX線回折分析装置の試料皿の容量を考慮して試料の量を増やす場合には、一次分析試料100mgに対して20%のぎ酸を20ml、無じん水を40mlの割合を遵守して調製すること。

#### 4.1.2. X線回折分析方法による定性分析方法

X線回折分析方法による定性分析用の二次分析試料を試料ホルダーに均一に、かつ試料ホルダー一面と一致するように充填し、X線回折分析装置にセットし、表4.1に示す定性分析条件で測定し、得られたX線回折パターンの回折線ピークに図4.2から図4.6に示す分析対象のアスベストの回折線ピークまたは図4.7から図4.9に示すパーミキュライトの回折線が認められるか否かを確認し、プロファイル上に所定の記号を記す。また、共存するアスベスト以外の結晶性物質の種類を確認し、プロファイル上に所定の記号を記す。

留意点1：表4.1に示す定性分析条件と同等以上の検出精度を確保できる装置等による定性分析を実施してもよい。

留意点2：定性分析に使用する試料ホルダーは、試料ホルダー由来の回折線ピーク（例えば、アルミニウム等）が妨害ピークとなるため、ガラス製の試料ホルダーを使用する等の注意が必要である。

留意点3：アスベストおよび共存するアスベスト以外の結晶性物質のX線回折パターンの回折線ピークの確認には、試料と同一条件でアスベスト標準試料のX

線回折パターンを測定して比較するか、ICDD データファイル（米国）等を使用し、回折線ピークのすべてについて確認する。

留意点 4：確認されたアスベスト以外の結晶性物質の種類に関する情報は、定量分析用の分析試料の調製に活用すること。

留意点 5：トレモライトおよびアクチノライトは化学組成が連続的に変化する固溶体のため X 線回折パターンによる判別は難しいため、分析結果はトレモライト/アクチノライトと表示して同一の種類として扱う。

留意点 6：煙突用の断熱材は、重油等の燃焼により発生した SOx ガスと煙突内の建材に由来するカルシウムやナトリウム等が反応して生成した硫酸カルシウムや硫酸ナトリウム等の硫酸塩が蓄積している場合があり、X 線回折分析法の定性分析で硫酸塩を確認すること。

表 4.1 X 線回折装置の定性分析条件

設定項目	測定条件
X 線対陰極	銅 (Cu)
管電圧 (kV)	40
管電流 (mA)	30~40
単色化 ( $K_{\beta}$ 線の除去)	Ni フィルタ又はグラファイトモノクロメータ
フルスケール (cps)	1000~4000
時定数 (s)	1
走査速度 ( $^{\circ}$ /min)	1~2
発散スリット ( $^{\circ}$ )	1
散乱スリット ( $^{\circ}$ )	1
受光スリット (mm)	0.3
走査範囲 ( $2\theta$ ) ( $^{\circ}$ )	5~70 $^{\circ}$

#### 4.1.2.1. X 線回折分析法による定性分析の基本的な解析手順

##### (1) Search Manual によるカード検索方法

- ①回折パターンから主な回折線の回折角度 ( $2\theta$ ) を読み取る。
- ②  $2\theta - d$  対照表を使用して各回折線に対する格子面間隔  $d$  ( $\text{\AA}$ ) を求める。
- ③回折線の強度比を求める。
- ④ 3 強線を選び、既知物質データ集の Hanawalt 索引を使って調べる。アスベスト含有建材等の場合は、一種類の物質では説明できない回折線が存在するため、上記の作業を繰り返し、すべての回折線の帰属が説明できるように、混在している物質を特定する。

- (2) 検索用データベースによる方法コンピュータ制御の検索システムでは計算対象の回折線の数や評価精度、構成元素情報など詳細な条件設定の指定が可能で、処理時間も大幅に改善されている。検索用データベースは、1936年 J・D・Hanawalt により、化合物の回折線の面間隔と強度を測定したデータベースが作成され、ASTM (American Standard for testing Materials) からカード形式で刊行された。その後、1969年に ASTM から独立した JCPDS (Jointo Committee Diffraction Standard) に引き継がれ、現在は ICDD (International Centre for Diffraction Data) データベースにいたっている。

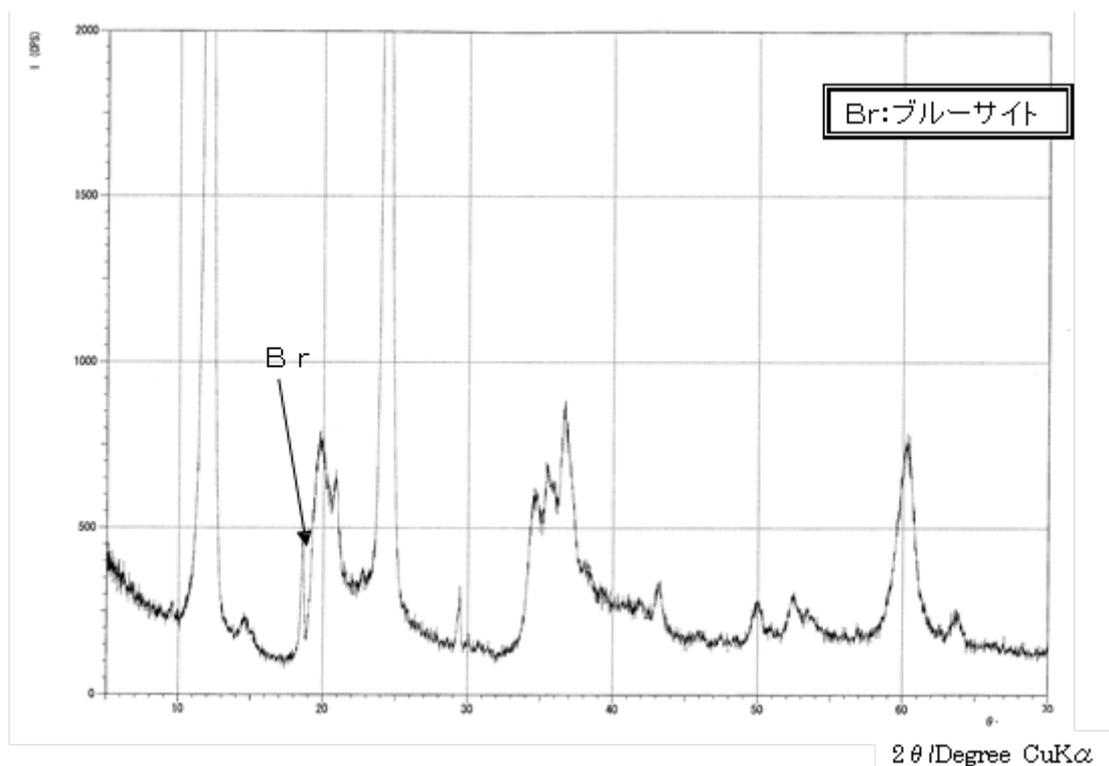


図 4.2 クリソタイル JAW131 の X 線回折パターン

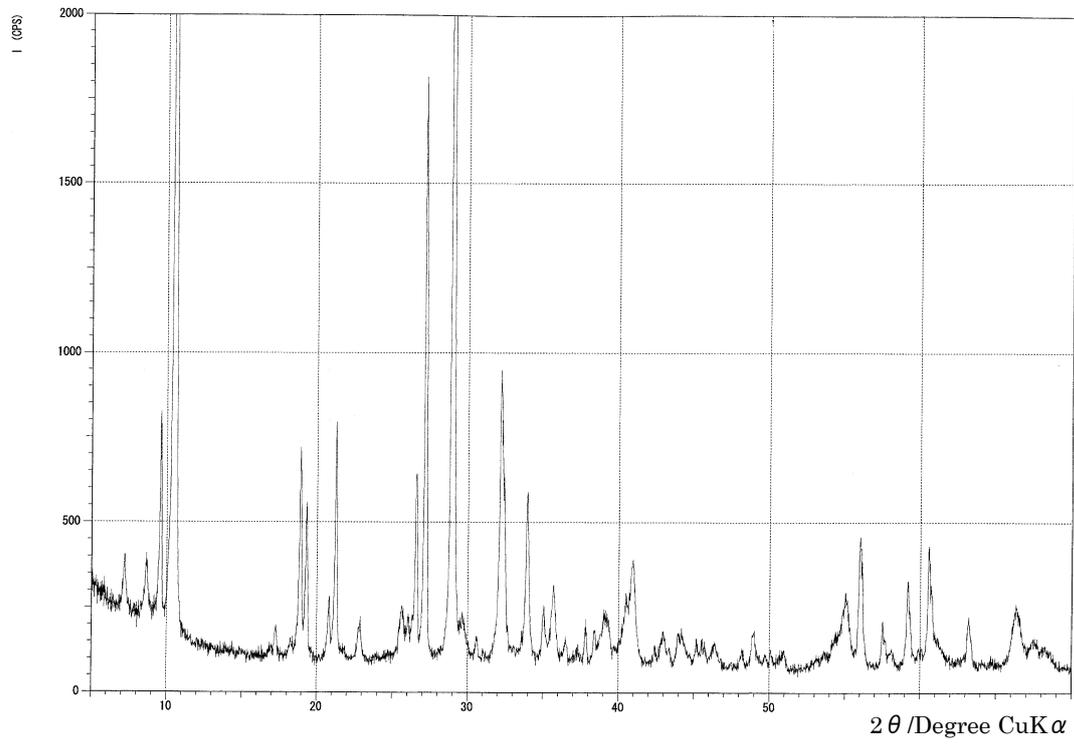


図 4.3. アモサイト JAW231 の X 線回折パターン

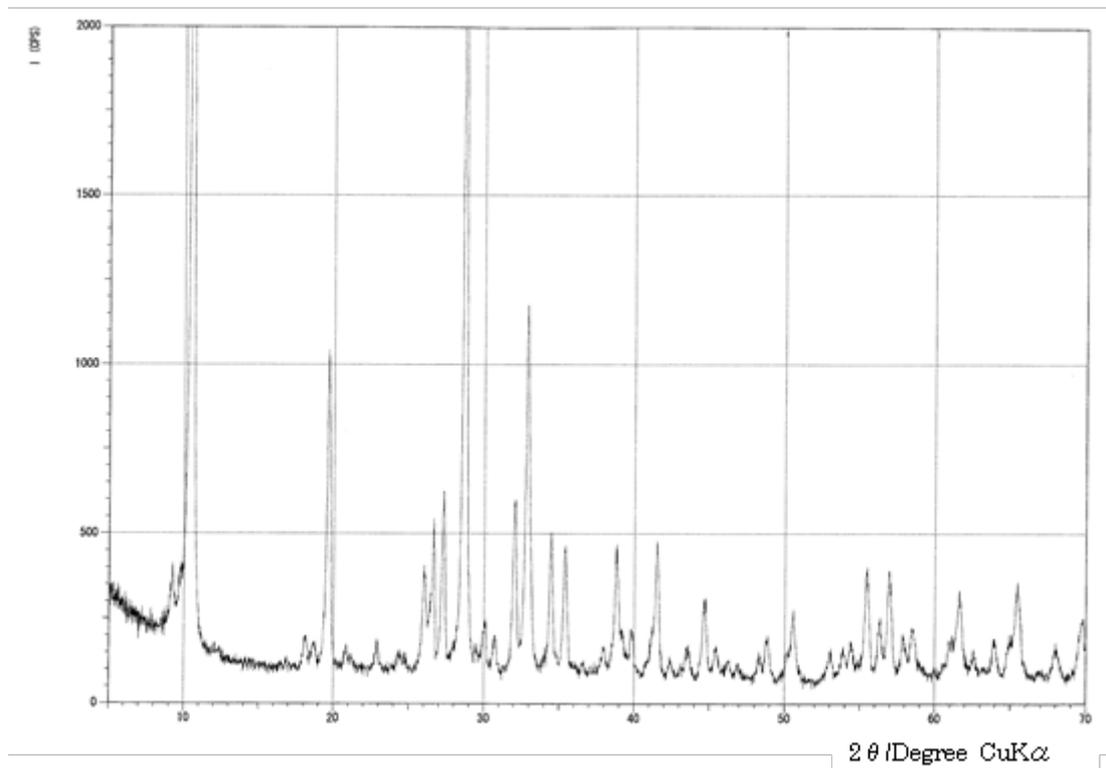


図 4.4 クロシドライト JAW331 の X 線回折パターン

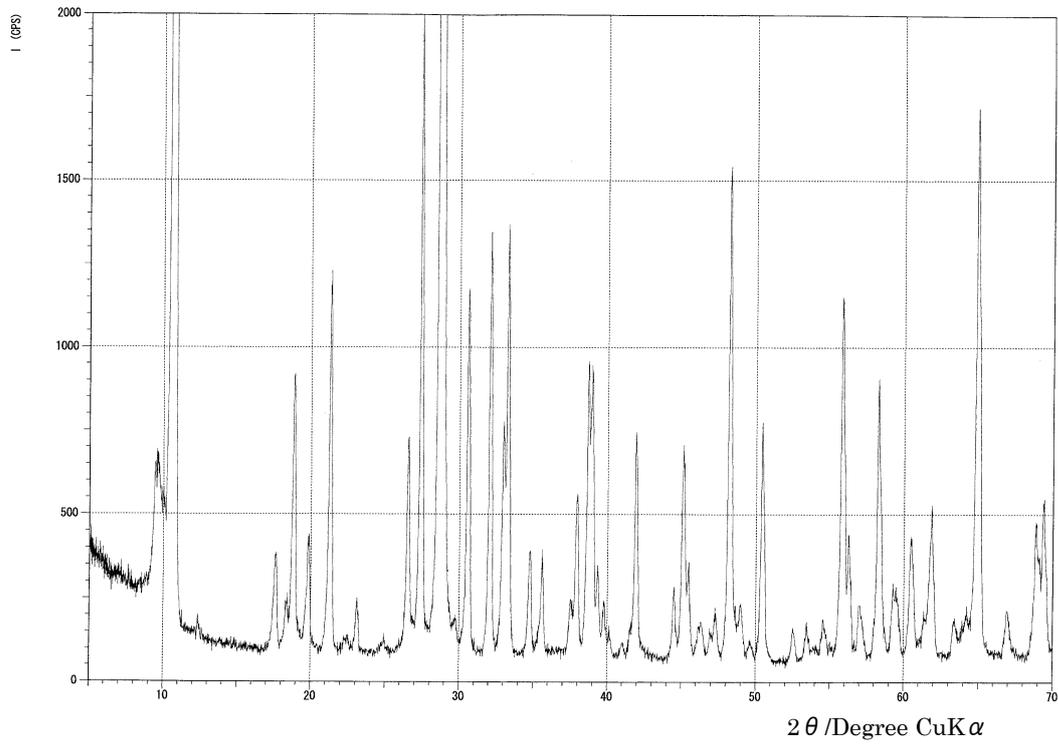


図 4.5 トレモライト/アクチノライト JAW531 の X 線回折パターン

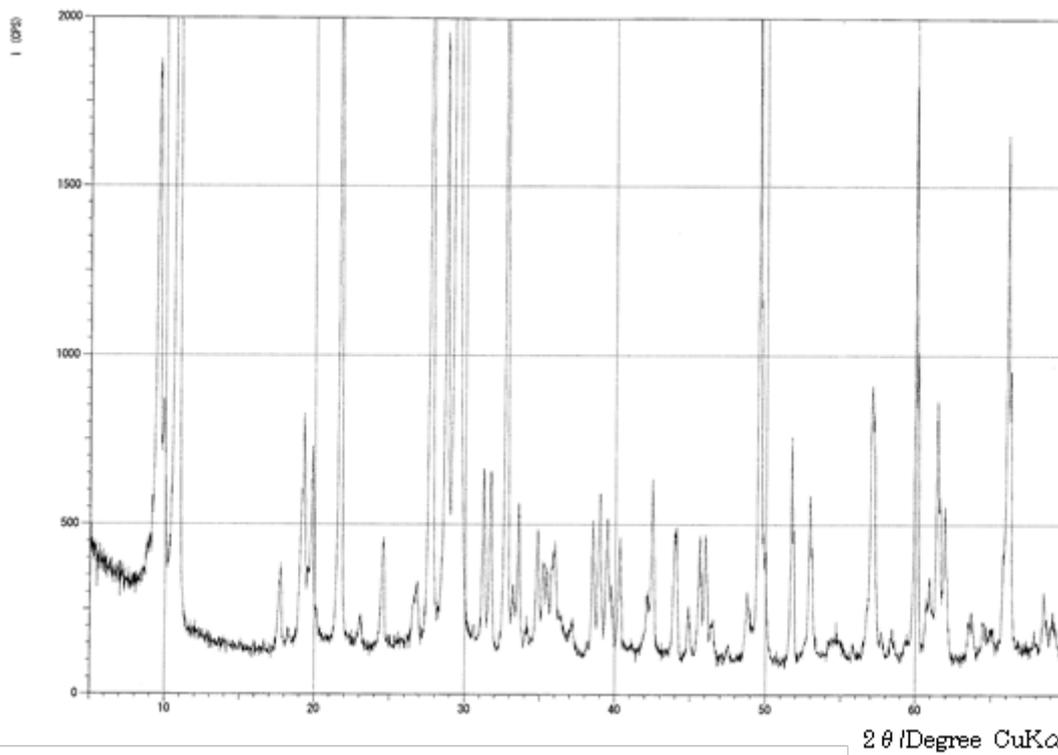


図 4.6 アンソフィライト JAW431 の X 線回折パターン

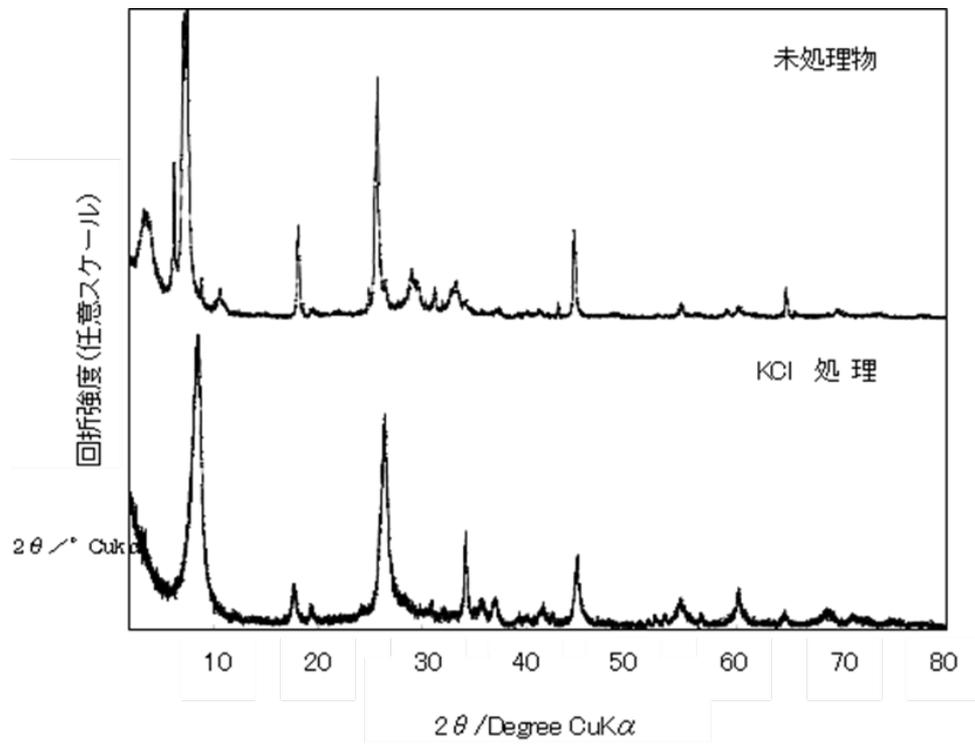
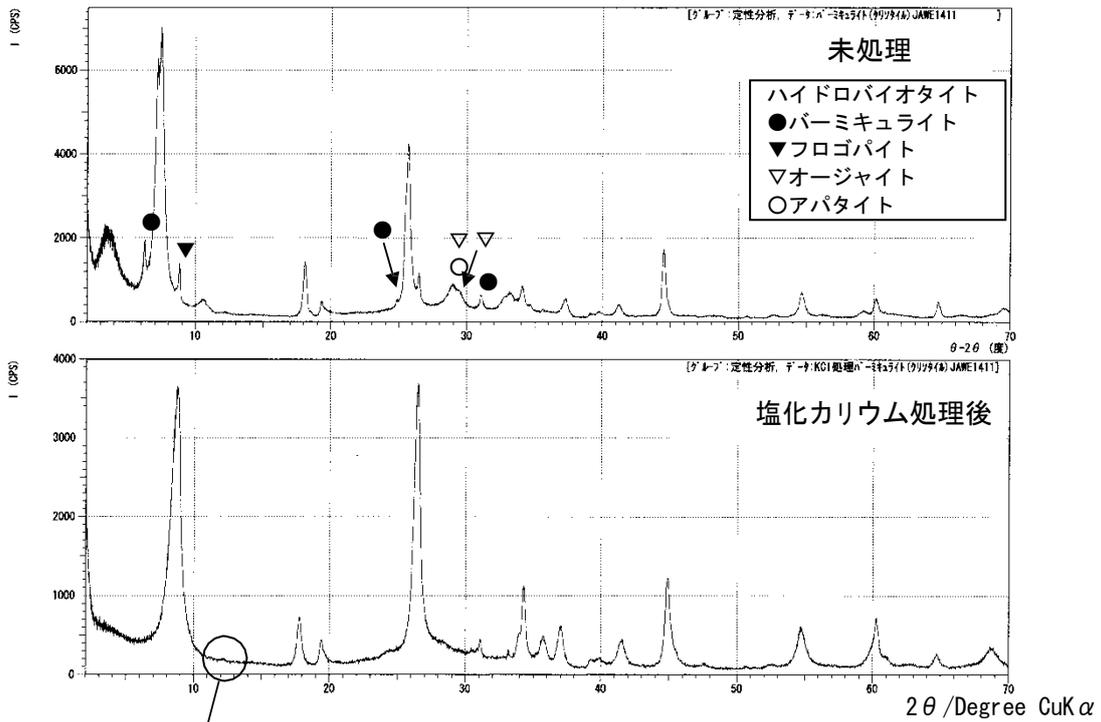
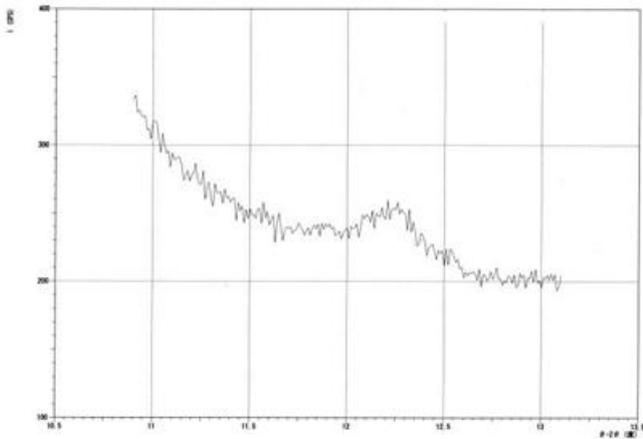


図 4.7 パーミキュライト未処理及び KCl 処理物の X 線回折パターン



(管電圧 : 40kV 管電流 : 40mA 走査速度 : 1° /min)

拡大したX線回折パターン



(管電圧 : 40kV 管電流 : 40mA 走査速度 : 1/8° /min)

図 4.8 パーミキュライト標準試料 (クリソタイル 0.8%含有) の X 線回折パターン

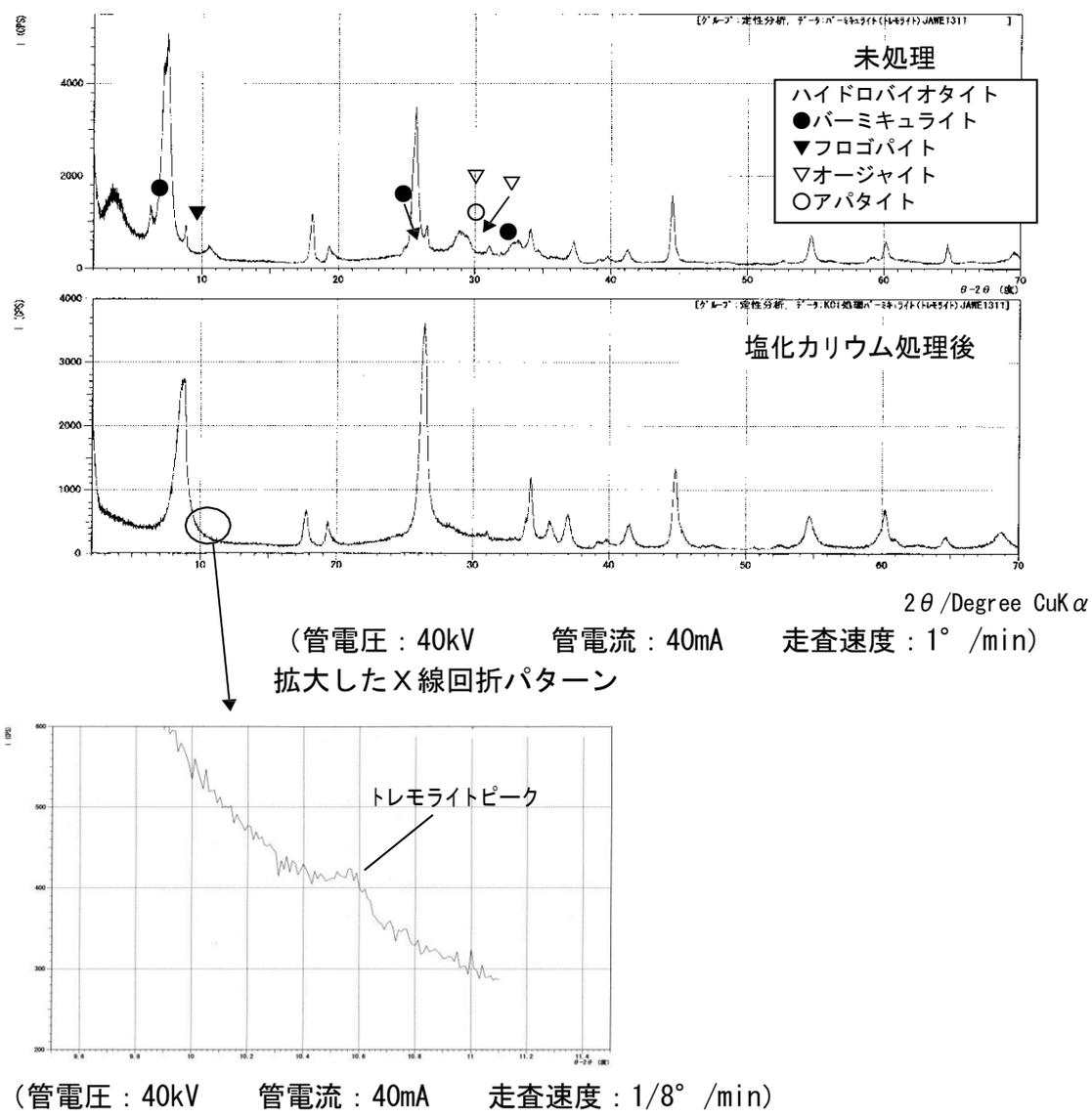


図 4.9. パーミキュライト標準試料 (トレモライト 0.5%含有) のX線回折パターン

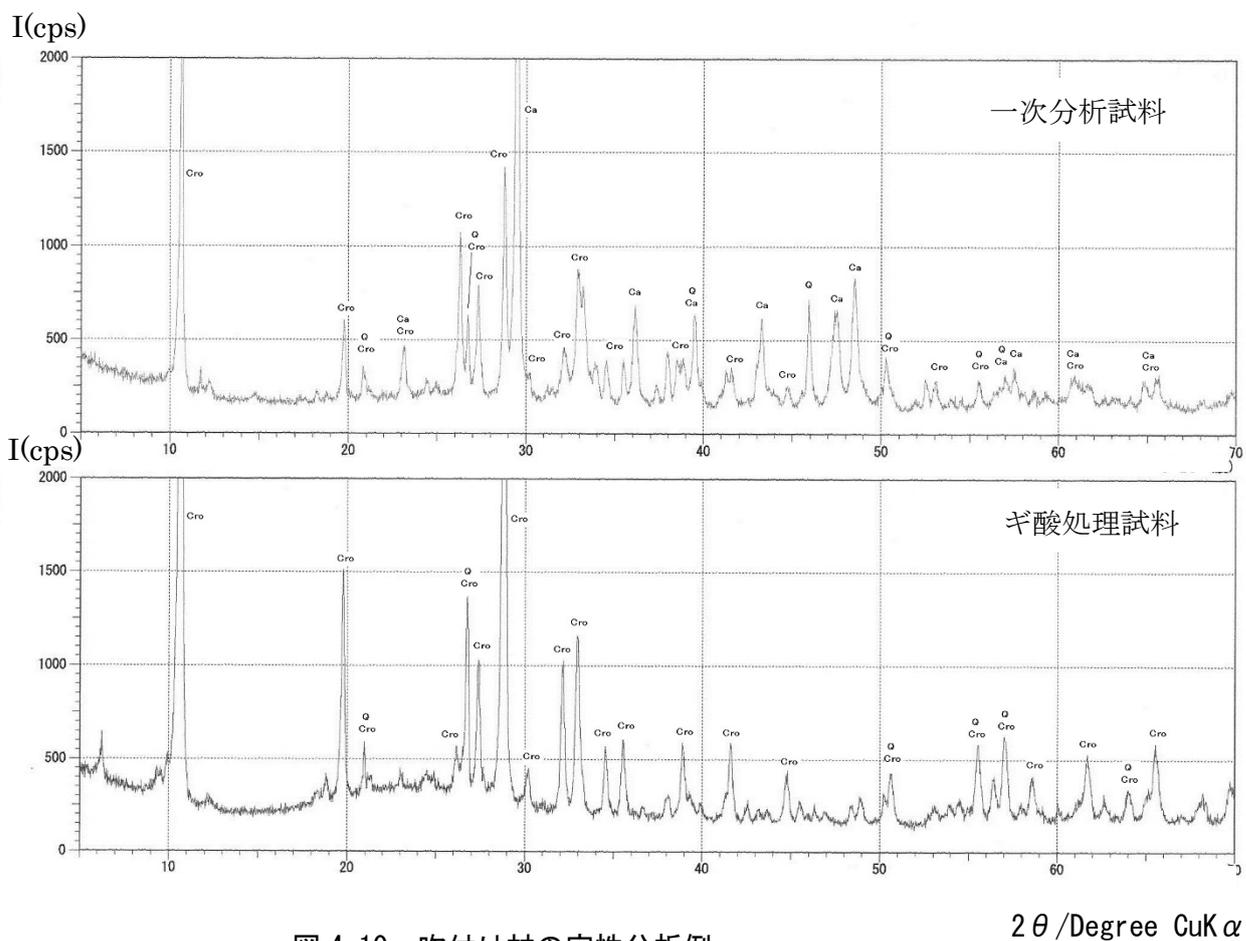


図 4.10 吹付け材の定性分析例

$2\theta / \text{Degree CuK}\alpha$

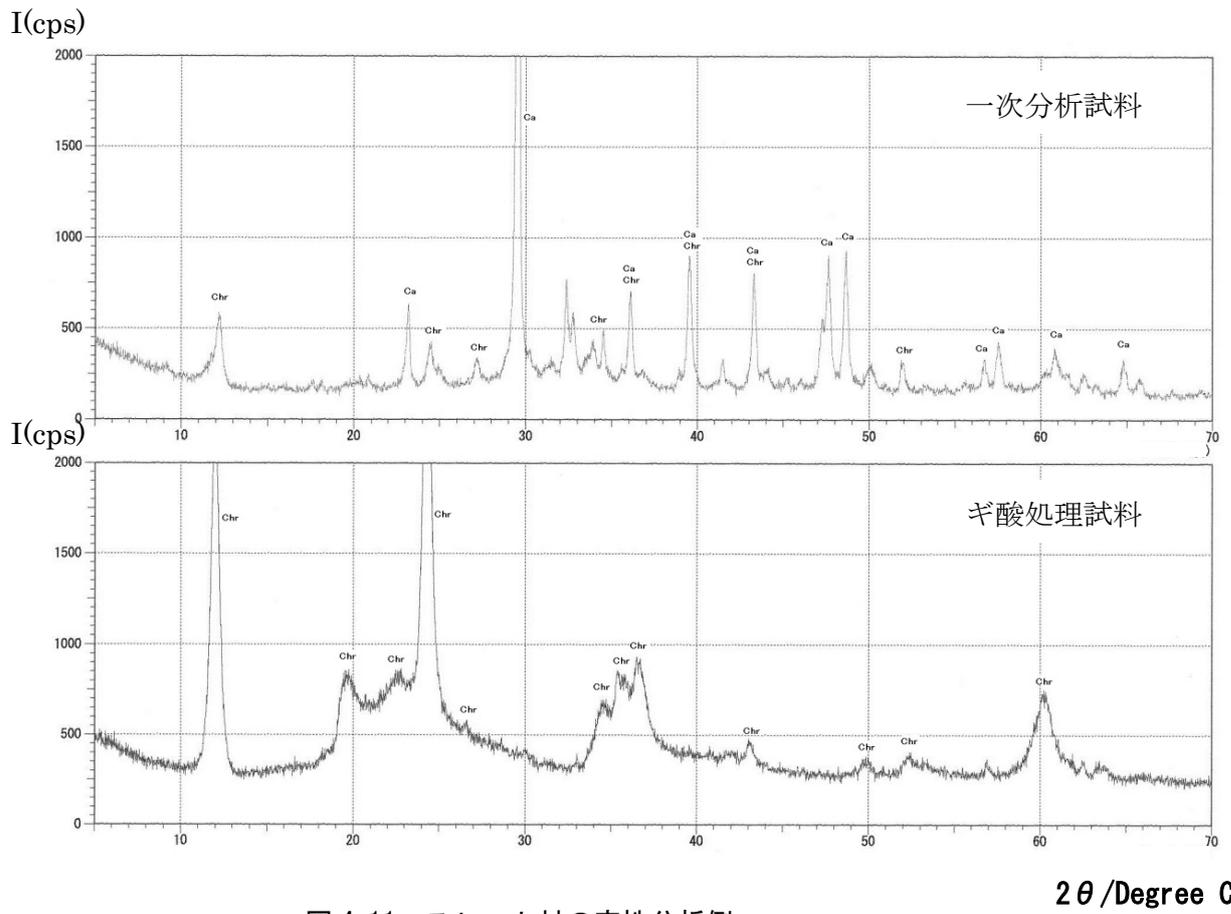


図 4.11 スレート材の定性分析例

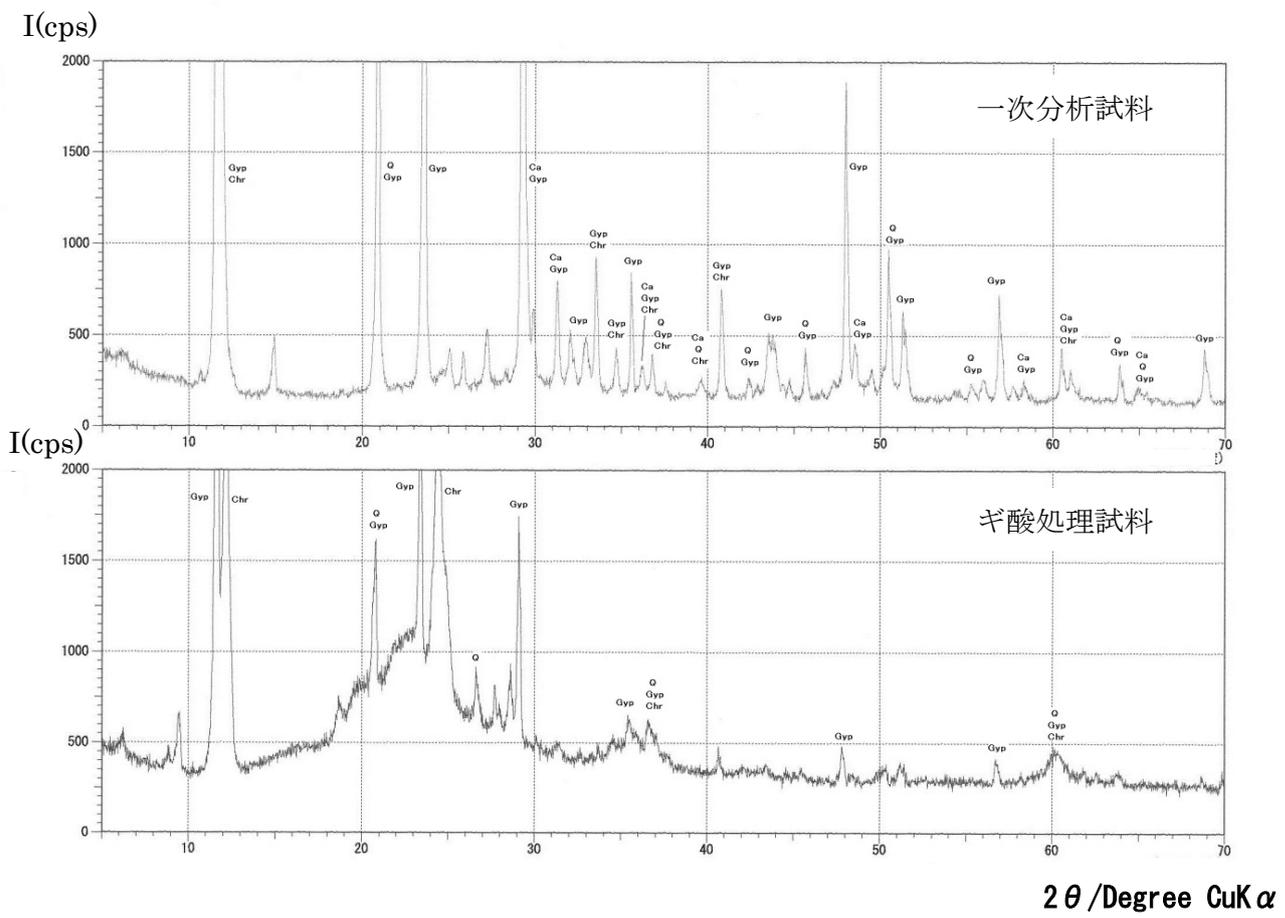


図 4.12 石膏ボードの定性分析例

留意点 1 : 図 4.10 に、吹付け材の一次分析試料の定性分析例（クロシドライト含有吹付け材）を示した。

留意点 2 : 図 4.11 に、残さ（渣）率の低い [残さ（渣）率 : 0.08, スレート板] の場合の一次試料の回折線（上段）および二次分析試料の回折線（下段）を示した。一次試料の主成分となる  $\text{CaCO}_3$ （カルサイト）の回折線は、ぎ酸処理によって溶解する。また、マトリックス成分の溶解によって、クリソタイル（ $2\theta : 12.1^\circ$ ）の回折線の感度が著しく向上する。

留意点 3 : 図 4.12 に石膏ボードの一次試料の回折線（上段）および二次分析試料（ぎ酸処理試料、下段）回折線を示した。

留意点 4 : X 線回折ピークの同定には次の共通記号を使用する。

Chr : クリソタイル    Amo : アモサイト    Cro : クロシドライト

Tre /Act : トレモライト/アクチノライト    Ant : アンソフィライト

Ca : カルサイト    Q : 石英    Tr : トリジマイト    Cr : クリストバライト

Vc : バーミキュライト    Hb : ハイドロバイオタイト    Br : ブルーサイト

Se : セピオライト    Cl : クロライト    Mc : マイカ（イライト）

Fl : 長石    Gyp : ギプサム（石膏）    Un : 未同定ピーク

留意点 5 : 石綿障害予防規則 第 3 条第 2 項に基づく事前調査における石綿分析結果報告書（証明書）の 3.1.2 X 線回折分析法による定性分析 回折線プロファイルの欄には図 4.10~4.12 に示した通り、上段に一次分析試料、下段に定性分析用二次分析試料の回折線プロファイルを併記して記載すること。

4.1.2.2. 石綿6種類及び関連鉱物のX線回折線データファイル(Cu-K $\alpha$ )  
 ※総ての石綿データは Cu-K $\alpha$  による回折角度に換算したものである。

表 4.2 クリソタイルのX線粉末回折線データ  
 (Clinochrysotile-2M) 43-0662

2 $\theta$ (°)	d (Å)	I/I <sub>0</sub>
12.110	7.302	100
19.342	4.585	40
24.352	3.652	80
33.730	2.655	30
34.644	2.587	20
35.263	2.543	30
36.617	2.452	80
39.562	2.276	10
40.814	2.209	10
43.230	2.091	60
51.813	1.763	30
60.238	1.535	30

文献 : Moody, J., Can. Mineral., 14, 462 (1976)  
 産地、試料 : East Broughton, Quebec, Canada

表 4.3 アモサイトのX線粉末回折線データ  
(Grunerite) 44-1401

2θ (°)	d(Å)	I/I <sub>0</sub>
9.680	9.1367	15
10.610	8.3378	100
17.020	5.2094	4
17.380	5.1023	<1
18.360	4.8321	5
19.020	4.6659	7
19.420	4.5707	6
21.370	4.1578	u
21.620	4.1103	8u
22.950	3.8750	9
25.730	3.4623	11
26.100	3.4140	2
27.270	3.2701	17
29.090	3.0696	33
29.760	3.0020	5
30.680	2.9140	2
32.400	2.7631	38
33.690	2.6602	2
34.040	2.6337	18
35.180	2.5509	3
35.800	2.5081	23
37.340	2.4081	2
37.930	2.3720	<1
38.580	2.3335	1
38.910	2.3145	2
39.220	2.2969	6
40.600	2.2220	11
41.040	2.1992	14
43.060	2.1006	7
43.570	2.0772	1

2θ (°)	d(Å)	I/I <sub>0</sub>
44.060	2.0552	1
44.320	2.0437	2
45.320	2.0009	1
45.660	1.9868	2
46.520	1.9521	4
48.320	1.8835	2
49.070	1.8564	2
49.770	1.8319	1
50.730	1.7995	1
51.030	1.7896	2
52.890	1.7310	<1
53.300	1.7186	1
53.710	1.7065	2
54.400	1.6865	3
54.790	1.6754	3
55.210	1.6636	8
56.130	1.6358	6
57.680	1.5981	8
58.180	1.5856	3
59.370	1.5566	4
60.680	1.5261	4
60.880	1.5216	u
61.230	1.5137	5u
62.830	1.4789	<1u
63.280	1.4695	4
66.250	1.4107	2
66.570	1.4046	5
67.590	1.3859	4
68.620	1.3676	3

文献 : Davis, B., South Dakota School of Mines and Technology,  
Rapid City, South Dakota, USA, ICDD Grant-in-Aid(1991)  
産地、試料 : Transvaal, South Africa

表 4.4 クロシドライトのX線粉末回折線データ  
(Riebeckite) 19-1061

2θ (°)	d(Å)	I/I <sub>0</sub>
9.798	9.020	4
10.523	8.400	100
18.126	4.890	10
19.668	4.510	16
22.902	3.880	10
24.299	3.660	10
26.033	3.420	12
27.249	3.270	14
28.586	3.120	55
30.001	2.976	10
31.924	2.801	18
32.827	2.726	40
34.439	2.602	14
35.293	2.541	12
38.713	2.324	12
39.116	2.301	4
39.709	2.268	10
41.166	2.191	4
41.463	2.176	16
43.494	2.079	6
44.576	2.031	8
45.305	2.000	4
48.157	1.888	4
48.761	1.866	6
50.523	1.805	6
55.330	1.659	10
56.214	1.635	6
56.896	1.617	8
57.834	1.593	10
58.234	1.583	8
58.518	1.576	6
60.897	1.520	4
61.389	1.509	4
61.615	1.504	4
65.236	1.429	6
69.463	1.352	4

文献：  
産地、試料：Doubrutscha, Rumania.

表 4.5 アンソフィライトのX線粉末回折線データ  
(Anthophyllite) 09-0455

2θ (°)	d(Å)	I/I <sub>0</sub>
9.502	9.3	25
9.930	8.9	30
10.702	8.26	55
11.821	7.48	8
17.582	5.04	14
18.089	4.9	10
19.195	4.62	14
19.712	4.5	25
21.498	4.13	20
22.783	3.9	14
24.366	3.65	35
26.506	3.36	30
27.506	3.24	60
29.257	3.05	100
31.137	2.87	20
31.474	2.84	40
32.655	2.74	20
33.407	2.68	30
34.604	2.59	30
35.307	2.54	40
36.899	2.434	13
38.817	2.318	20
39.311	2.29	20
40.003	2.252	14
41.503	2.174	10
42.152	2.142	30
43.604	2.074	10
43.915	2.06	10
45.521	1.991	16
48.512	1.875	12
49.525	1.839	20
52.747	1.734	30
54.127	1.693	14
56.065	1.639	10
56.858	1.618	30
58.234	1.583	20

文献：Beatty, Am. Mineral., 35, 579 (1950)  
産地、試料：Specimen from Georgia, USA.

表 4.6 トレモライトのX線粉末回折線データ  
(Tremolite) 13-0437

2θ(°)	d(Å)	I/I <sub>0</sub>
9.841	8.98	16
10.548	8.38	100
17.477	5.07	16
18.201	4.87	10
18.626	4.76	20
19.668	4.51	20
21.136	4.2	35
22.962	3.87	16
26.378	3.376	40
27.266	3.268	75
28.577	3.121	100
29.474	3.028	10
30.399	2.938	40
31.878	2.805	45
32.778	2.73	16
33.089	2.705	90
34.576	2.592	30
35.466	2.529	40
37.328	2.407	8
37.767	2.38	30
38.524	2.335	30
38.765	2.321	40
39.169	2.298	12
39.618	2.273	16
40.874	2.206	6
41.364	2.181	6
41.724	2.163	35
44.323	2.042	18
44.949	2.015	45
45.257	2.002	16
46.208	1.963	6
47.071	1.929	6
48.049	1.892	50
48.817	1.864	16
50.255	1.814	16
52.357	1.746	6
54.37	1.686	10
55.695	1.649	40
56.065	1.639	10

文献: Stemple, Brindley, J. Am. Ceram. Soc., 43, 34(1960)  
 産地、試料: Gotthard, Switzerland.

表 4.7 アクチノライトのX線粉末回折線データ  
(Actinolite) 25-0157

2θ(°)	d(Å)	I/I <sub>0</sub>
9.69	9.12	60
10.436	8.47	70
17.271	5.13	40
18.052	4.91	70
18.547	4.78	10
19.537	4.54	60
19.891	4.46	10
20.984	4.23	30
22.83	3.892	60
26.181	3.401	80
27.08	3.29	50
28.373	3.143	70
30.178	2.959	70
31.669	2.823	30
32.606	2.744	40
32.914	2.719	100
33.875	2.644	60
34.91	2.568	30
35.264	2.543	100
35.817	2.505	10
36.618	2.452	20
37.057	2.424	20
37.571	2.392	20
38.37	2.344	50
38.609	2.33	30
38.992	2.308	40
39.347	2.288	50
40.605	2.22	50
41.166	2.191	30
41.563	2.171	50
41.805	2.159	20
42.214	2.139	20
44.118	2.051	60
44.785	2.022	60
45.114	2.008	30
46.009	1.971	30
46.661	1.945	30
47.914	1.897	30
48.595	1.872	50
49.183	1.851	30
50.077	1.82	10
50.255	1.814	10
52.26	1.749	30
53.648	1.707	20
54.266	1.689	60
54.687	1.677	40
55.585	1.652	70

文献: Dostal, Acta Univ. Carol., Geol., 3, 175(1965)  
 産地、試料: Sobotin, Czechoslovakia.

表 4.8 バーミキュライトの X 線粉末回折線データ  
(Vermiculite-2M) 16-0613

2θ (°)	d(Å)	I/I <sub>0</sub>
6.224	14.2	100
12.397	7.14	15
18.641	4.76	10
19.423	4.57	60
20.135	4.41	10
20.416	4.35	10u
20.901	4.25	u
25.012	3.56	25
31.387	2.85	30
34.291	2.615	50
34.911	2.57	50
35.553	2.525	45
36.993	2.43	5
37.799	2.38	35u
38.048	2.365	u
39.797	2.265	5
41.025	2.2	5u
41.618	2.17	u
43.508	2.08	5b
44.406	2.04	10u
45.105	2.01	u
45.95	1.975	5
50.121	1.82	5u
51.02	1.79	u
53.09	1.725	10u
53.424	1.715	u
54.105	1.695	5
55.162	1.665	15
59.949	1.543	10
60.598	1.528	70
61.219	1.514	25
61.761	1.502	15

文献 : Mukherjee, Clay Miner. Bull., 5, 194 (1963)  
産地、試料 : Ajmer-Marwar, India

表 4.9 セピオライトの X 線粉末回折線データ  
(Sepiolite) 13-0595

2θ (°)	d(Å)	I/I <sub>0</sub>
7.300	12.100	100
11.837	7.470	10
13.144	6.730	6
17.688	5.010	8
19.712	4.500	25
20.590	4.310	40
22.094	4.020	8
23.707	3.750	30
25.208	3.530	12
26.426	3.370	30
27.857	3.200	35
29.257	3.050	12
30.462	2.932	4
31.646	2.825	8
32.279	2.771	4
33.266	2.691	20
34.236	2.617	30
34.659	2.586	2b
35.022	2.560	55
36.206	2.479	6
36.665	2.449	25
37.344	2.406	16
39.800	2.263	30
40.874	2.206	4
42.506	2.125	8
43.715	2.069	20
44.530	2.033	4
46.358	1.957	4
47.279	1.921	2
48.348	1.881	8
50.136	1.818	2
51.909	1.760	6
53.886	1.700	10
56.139	1.637	4
57.874	1.592	10
59.597	1.550	16
60.986	1.518	16
61.706	1.502	8
63.298	1.468	4

文献 : Brindley, Am. Mineral., 44, 495 (1959)  
産地、試料 : Little Cottonwood, Utah, USA

表 4.10 タルクの X 線粉末回折線データ  
(Talc-2M) 19-0770

2θ (°)	d(Å)	I/I <sub>0</sub>
9.451	9.35	100
18.988	4.67	8
19.322	4.59	45
19.45	4.56	25
19.58	4.53	12
20.494	4.33	6
21.551	4.12	6
22.962	3.87	2
24.098	3.69	2
25.281	3.52	<2
28.586	3.12	40
33.889	2.643	6
33.995	2.635	18
34.101	2.627	8
34.33	2.61	14
34.507	2.597	20
34.617	2.589	14
35.95	2.496	20
36.206	2.479	30
36.434	2.464	14
36.541	2.457	10
38.1	2.36	2
38.489	2.337	2
39.329	2.289	2
39.527	2.278	2
39.763	2.265	2
40.339	2.234	4
40.471	2.227	6

2θ (°)	d(Å)	I/I <sub>0</sub>
40.624	2.219	6
40.835	2.208	6
41.225	2.188	2
41.704	2.164	<2
42.401	2.13	4b
42.951	2.104	4b
43.34	2.086	2
43.67	2.071	2
46.108	1.967	2
47.279	1.921	2
48.65	1.87	4
52.846	1.731	10b
53.011	1.726	4b
53.411	1.714	4b
53.614	1.708	4b
54.162	1.692	4
54.44	1.684	6b
55.006	1.668	6b
55.512	1.654	2b
59.261	1.558	2
60.024	1.54	<2
60.501	1.529	55
60.72	1.524	12b
61.299	1.511	12
61.66	1.503	2b
66.174	1.411	4b
67.526	1.386	4b
68.083	1.376	2b
69.113	1.358	2b

文献: Technisch Physische Dienst, Delft, The Netherlands  
ICDD Grant-in-Aid, (1966)

産地、試料:

表 4.11 ブルーサイトの X 線粉末回折線データ  
(Brucite) 07-0239

$2\theta$ (°)	$d$ (Å)	$I/I_0$
18.586	4.77	90
32.839	2.725	6
38.016	2.365	100
50.854	1.794	55
58.64	1.573	35
62.073	1.494	18
68.253	1.373	16
68.823	1.363	2

文献 : Natl. Bur. Stand. (U. S.), Circ. 539, 6, 30 (1956)  
産地、試料 : NBS 調整

表 4.12 カルサイトの X 線粉末回折線データ  
(Calcite) 05-0586

$2\theta$ (°)	$d$ (Å)	$I/I_0$
23.021	3.86	12
29.404	3.035	100
31.416	2.845	3
35.964	2.495	14
39.399	2.285	18
43.143	2.095	18
47.121	1.927	5
47.487	1.913	17
48.51	1.875	17
56.551	1.626	4
57.398	1.604	8
58.071	1.587	2
60.674	1.525	5
60.983	1.518	4
61.341	1.51	3
63.056	1.473	2
64.674	1.44	5
65.594	1.422	3
69.226	1.356	1

文献 : Swanson, Fuyat, Natl. Bur. Stand. (U. S.), Circ. 539, II, 51 (1953) 産地、試料 : Mallinckrodt Chemical Works.

表 4.13 ウォラストナイトの X 線粉末回折線データ (Wollastonite-1A) 27-1064

2θ (°)	d (Å)	I/I <sub>0</sub>
11.528	7.67	25
16.25	5.45	8
23.205	3.83	85
25.354	3.51	75
26.881	3.314	100
27.489	3.242	13
28.908	3.086	60
29.991	2.977	30
31.936	2.8	5
32.889	2.721	30
35.079	2.556	45
36.236	2.477	25
38.438	2.34	30
39.098	2.302	50
40.777	2.211	6
41.304	2.184	16
43.297	2.088	6
44.808	2.021	8
45.74	1.982	13
47.357	1.918	25
47.968	1.895	2
48.348	1.881	3
48.375	1.88	2
49.126	1.853	2
49.785	1.83	3
50.433	1.808	11
50.794	1.796	4
51.941	1.759	35
53.077	1.724	14
53.243	1.719	17
57.361	1.605	8
58.477	1.577	3
60.24	1.535	20
62.773	1.479	6
67.306	1.39	6
68.309	1.372	3
68.939	1.361	20
69.937	1.344	7

文献 : Matsueda, H, Mineral. J, 7, 180 (1973)  
 産地、試料 : Sampo mine, Chugoku Province, Japan.

表 4.14. 石英の X 線粉末回折線データ (Quartz) 46-1045

2θ (°)	d (Å)	I/I <sub>0</sub>
20.86	4.2549	16
26.64	3.3434	100
36.544	2.4568	9
39.465	2.2814	8
40.3	2.2361	4
42.45	2.1277	6
45.793	1.9798	4
50.139	1.8179	13
50.622	1.8017	<1
54.875	1.6717	4
55.325	1.6591	2
57.235	1.6082	<1
59.96	1.5415	9
64.036	1.4528	2
65.786	1.4184	<1
67.744	1.3821	6
68.144	1.3749	7
68.318	1.3718	5

文献 : Kern, A., Eysel., W., Mineralogisch-Petrograph. Inst., U Heidelberg, Germany, ICDD Grant-in-Aid, (1993)  
 産地、試料 :

表 4.15 ギブサム(石膏)のX線粉末回折線データ

(Gypsum) 33-0311

2θ (°)	d(Å)	I/I <sub>0</sub>
11.589	7.6300	100
20.722	4.2830	100
23.397	3.7990	17
28.109	3.1720	4
29.111	3.0650	75
31.104	2.8730	45
32.066	2.7890	10
32.754	2.7320	2
33.344	2.6850	35
34.508	2.5970	6
35.394	2.5340	2
35.966	2.4950	11
36.252	2.4760	1
36.619	2.4520	6
37.345	2.4060	4
40.625	2.2190	15
42.153	2.1420	2
43.341	2.0860	25
43.605	2.0740	15
44.187	2.0480	6
44.554	2.0320	1
45.498	1.9920	4
46.209	1.9630	3
47.840	1.8998	16
48.390	1.8795	12
48.791	1.8650	3
50.321	1.8118	13
50.689	1.7995	6
51.149	1.7844	9
51.331	1.7785	12
53.571	1.7093	1
54.421	1.6846	3
55.151	1.6640	6
55.822	1.6456	4
56.749	1.6209	9
57.539	1.6005	1
58.171	1.5846	4
60.341	1.5327	2

2θ (°)	d(Å)	I/I <sub>0</sub>
60.859	1.5209	1
61.260	1.5119	1
61.881	1.4982	1
62.042	1.4947	1
63.731	1.4591	3
64.719	1.4392	5
64.911	1.4354	3
65.299	1.4278	2
65.818	1.4178	3
66.683	1.4015	2
68.670	1.3657	5
69.939	1.3440	1
70.638	1.3324	2

文献 : Natl. Bur. Stand. (U. S.) Monogr, 25, 17, 16, (1980)

Winchell, A, Elements of Optical Mineralogy, 2, 157, (1951)

産地、試料 :

表 4.16 アンチゴライトのX線粉末回折線データ  
(Antigorite) 002-1061

2θ (°)	d(Å)	I/I <sub>0</sub>
12.114	7.300	100
17.374	5.100	10
19.071	4.650	30
20.985	4.230	10
22.263	3.990	20
24.572	3.620	100
25.577	3.480	10
31.937	2.800	20
33.666	2.660	10
35.597	2.520	90
37.442	2.400	20
40.416	2.230	10
41.786	2.160	40
49.498	1.840	30
50.375	1.810	20
51.285	1.780	30
52.880	1.730	20
53.888	1.700	10
55.296	1.660	10
57.955	1.590	10
58.765	1.570	70
60.026	1.540	60
61.345	1.510	20
64.179	1.450	20
65.703	1.420	10
67.861	1.380	10
70.178	1.340	10
72.032	1.310	30

文献 : Selfridge, L., *Am. Mineral.*, 21, 469 (1936)  
産地、試料 : Cross River, Mikonni, New Zealand.

表 4.17 リザルダイトのX線粉末回折線データ  
(Lizardite) 050-1606

2θ (°)	d(Å)	I/I <sub>0</sub>
12.101	7.308	100
19.305	4.594	18
20.216	4.389	8
20.880	4.251	6
21.798	4.074	5
22.819	3.894	4
24.346	3.653	76
25.237	3.526	4
26.636	3.344	1
28.073	3.176	1
29.635	3.012	1
31.227	2.862	1
32.865	2.723	1
33.745	2.654	6
34.646	2.587	10
35.265	2.543	11
36.666	2.449	44
37.604	2.390	2
38.320	2.347	2
39.600	2.274	6
40.797	2.210	3
43.254	2.090	12
47.622	1.908	2
49.212	1.850	1
49.903	1.826	2
52.423	1.744	10
57.756	1.595	1
59.641	1.549	1
60.241	1.535	20
61.708	1.502	6
63.541	1.463	3
65.547	1.423	2
65.965	1.415	2
70.969	1.327	3
72.675	1.300	5
74.541	1.272	1

文献 : Krstanovic, I., *Neues Jahrb. Mineral., Monatsh.*, 1997, 451, (1997)  
産地、試料 : CrniKamen, Kacanik, Sar Mount, Serbia, Yugoslavia

表 4.18 クロライトのX線粉末回折線データ

(Clinochlore) 01-073-2376

2θ (°)	d(Å)	I/I <sub>0</sub>
6.147	14.3675	100.0
9.226	9.5783	0.2
12.311	7.1837	63.7
15.406	5.7470	0.1
18.512	4.7891	53.3
19.195	4.6201	21.9
19.444	4.5616	13.9
20.174	4.3982	31.0
21.335	4.1613	8.9
22.868	3.8857	23.8
24.767	3.5918	48.2
26.790	3.3250	11.6
27.922	3.1927	0.1
29.075	3.0687	3.8
31.099	2.8735	12.2
31.524	2.8356	6.7
33.569	2.6675	1.9
33.718	2.6560	5.7
34.160	2.6226	25.5
34.300	2.6122	15.0
34.887	2.5697	12.1
35.883	2.5005	22.4
36.805	2.4400	4.2
37.128	2.4195	34.5
37.530	2.3945	0.7
38.604	2.3304	23.8
38.957	2.3100	0.7
39.087	2.3026	0.8
39.479	2.2807	0.8
39.601	2.2739	1.2
40.121	2.2457	0.3
40.290	2.2366	1.0
41.007	2.1991	0.9
42.163	2.1415	1.2
42.486	2.1259	1.5
43.459	2.0806	1.5

2θ (°)	d(Å)	I/I <sub>0</sub>
44.209	2.0470	24.1
44.993	2.0132	0.9
45.451	1.9939	1.2
46.411	1.9549	14.1
46.715	1.9428	1.9
47.420	1.9156	0.1
48.493	1.8757	1.1
48.608	1.8715	1.2
48.753	1.8663	1.4
50.663	1.8003	1.2
50.797	1.7959	1.3
51.226	1.7818	6.9
51.609	1.7695	0.4
52.352	1.7462	1.5
52.456	1.7429	1.7
52.764	1.7335	2.5
52.863	1.7305	1.6
53.281	1.7179	1.2
53.821	1.7019	6.5
53.995	1.6968	5.2
54.797	1.6739	0.6
54.908	1.6708	1.2
55.204	1.6625	1.3
56.006	1.6406	2.0
56.529	1.6266	14.9
57.287	1.6069	0.9
57.701	1.5963	0.7
58.059	1.5874	0.5
58.744	1.5705	1.4
59.347	1.5559	6.4
60.026	1.5400	24.1
60.405	1.5312	2.3
60.875	1.5205	0.2
61.535	1.5057	8.7
62.154	1.4922	1.2
62.272	1.4897	1.1

文献 : Calculated from ICSD using POWD-12+, (1997)

産地、試料 : Erzincan province, Turkey

表 4.19 カオリナイトのX線粉末回折線データ

(Kaolinite) 01-078-2109

$2\theta (^{\circ})$	$d(\text{\AA})$	$I/I_0$	$2\theta (^{\circ})$	$d(\text{\AA})$	$I/I_0$	$2\theta (^{\circ})$	$d(\text{\AA})$	$I/I_0$
9.899	8.9283	1.1	37.838	2.3757	5.5	48.834	1.86345	2.8
12.409	7.1272	100.0	38.362	2.3445	19.8	49.004	1.8573	1.6
15.631	5.6645	0.9	38.508	2.3359	13.7	49.536	1.8386	4.0
16.160	5.4803	0.2	38.564	2.3327	20.2	49.628	1.8354	2.3
17.823	4.9725	0.7	39.150	2.2991	3.2	49.831	1.8284	1.5
18.911	4.6890	0.3	39.409	2.2846	27.9	50.384	1.8096	1.3
19.872	4.4641	19.0	39.550	2.2767	16.1	50.502	1.8057	1.3
20.381	4.3539	56.3	39.997	2.2523	2.3	50.710	1.7988	0.5
21.232	4.1812	56.8	40.094	2.2471	1.3	51.110	1.7856	0.9
21.541	4.1220	27.7	40.376	2.2320	0.4	51.229	1.7818	3.6
23.130	3.8423	34.4	40.670	2.2166	1.1	51.582	1.7704	0.3
23.856	3.7269	17.9	41.184	2.1901	4.2	51.947	1.7588	0.2
24.320	3.65693	0.7	41.419	2.1782	3.6	52.354	1.7461	0.1
24.967	3.5636	67.8	41.639	2.1672	1.0	52.679	1.7361	0.1
26.114	3.4096	4.0	41.969	2.1509	0.2	53.356	1.7156	0.3
26.514	3.3591	24.0	42.152	2.1420	1.1	53.724	1.7048	2.2
27.322	3.2615	1.3	42.457	2.1273	2.1	54.266	1.6890	2.1
27.808	3.2055	0.1	42.537	2.1235	1.3	54.442	1.6839	2.2
28.275	3.1537	4.3	42.829	2.1097	1.3	54.661	1.6777	2.7
28.814	3.0959	8.5	43.241	2.0906	0.2	54.775	1.6745	1.7
30.001	2.9761	0.1	43.337	2.0861	0.1	55.020	1.6676	7.9
31.262	2.8589	0.3	43.729	2.0683	0.9	55.104	1.6653	5.7
31.563	2.8322	0.1	43.894	2.0610	1.3	55.267	1.6607	3.6
31.938	2.7998	0.1	44.362	2.0403	0.1	55.400	1.6571	8.5
32.173	2.7800	0.2	44.622	2.0290	0.3	55.550	1.65300	6.3
32.653	2.7401	5.9	45.408	1.9957	8.1	55.784	1.6466	2.9
33.042	2.7087	0.4	45.714	1.9831	9.1	56.055	1.6392	0.8
33.975	2.6365	0.2	46.052	1.9693	0.8	56.182	1.6358	0.9
35.028	2.5596	12.8	46.338	1.9578	0.3	56.358	1.6312	2.2
35.197	2.5477	8.7	46.632	1.9461	2.7	56.474	1.6281	1.5
35.414	2.5326	9.5	47.049	1.9299	4.7	56.851	1.6182	2.8
35.736	2.5105	5.5	47.215	1.9235	3.0	57.085	1.6121	7.2
35.992	2.4932	13.5	47.276	1.9211	2.9	57.203	1.6091	3.9
36.097	2.4862	19.4	47.898	1.8976	2.9	57.449	1.6027	2.0
37.468	2.3983	0.3	48.173	1.8874	0.4	57.562	1.5999	2.0
37.574	2.3918	0.6	48.386	1.8796	0.2	57.834	1.5930	0.6

文献 : Calculated from ICSD using POWD-12++, (1997)

産地、試料 : Keokuk, IA, USA

表 4.20 ハロイサイトのX線粉末回折線データ  
(Halloysite-7A) 009-0453

$2\theta$ (°)	d(Å)	I/I <sub>0</sub>
11.790	7.5000	90.0
20.073	4.4200	100.0
24.503	3.6300	90.0
35.023	2.5600	80.0
38.101	2.3600	60.0
40.416	2.2300	20.0
43.917	2.0600	10.0
54.653	1.6780	80.0
62.681	1.4810	90.0
73.796	1.2830	70.0
77.400	1.2320	70.0
88.390	1.1050	40.0

文献 : MacEwan, Amoros.,

*Anales Edafol. Fisol. Vegetal (Madrid)*, 9, 363, (1950)

産地、試料 : Hungary

### 4.1.3. 一次分析試料による位相差・分散顕微鏡による定性分析方法

#### 4.1.3.1. 標本の作製

容量 50ml の共栓試験管に一次分析用試料 10~20mg の範囲で必要量を精秤し、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、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 $\mu$ l の範囲で滴下し、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。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。

留意点 1 : マイクロピペッターで試料溶液を採取する際に、ビーカー内の試料が偏在しないように十分注意する必要がある。

留意点 2 : 一次分析用試料の必要量は試料の種類によって異なるため、一次分析用試料作製時の粉碎・篩分け時の状況により、短時間で粉碎・篩分けが可能であった場合少なくする方が良い。

#### (1) アスベストの X 線回折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、X 線回折ピークが認められたアスベストに該当する浸液を屈折率  $n_D^{25^{\circ}\text{C}}=1.550$ 、1.618、1.620、1.626 又は 1.628、1.680、1.690 の 6 種類の中から選ぶ。

選択したそれぞれの浸液に対して 3 枚の標本を作成し、当該浸液をそれぞれの標本に 3~4 滴滴下し、その上に清拭したカバーグラスを載せて標本とし、各標本に試料No.、浸液の屈折率を記載しておく。

留意点：浸液の選択に当たっては、表 4.21 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。

#### (2) アスベストの X 線回折ピークが認められない場合

試料採取時の記録および X 線回折分析法による定性分析結果から入手したアスベスト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、使用の可能性があるアスベストに相当する浸液を選択する。

選択した一種類の浸液に対して 3 枚の標本を作成し、当該浸液をそれぞれの標本に 3~4 滴滴下し、その上に清拭したカバーグラスを載せて標本とし、各標本に試料No.、浸液の屈折率を記載しておく。

留意点：分析対象試料に関して、設計図書や試料採取時の記録、国土交通省の建材製品のデータ、X線回折分析法による定性分析の結果のどれからも情報が得られない場合には、X線回折分析法による定性分析用の二次分析試料を使用して、予め、屈折率  $n_D^{25^\circ\text{C}} = 1.550$ 、 $1.618$ 、 $1.620$ 、 $1.626$  又は  $1.628$ 、 $1.680$ 、 $1.690$  の浸液に対して鋭敏分散色を示す粒子（アスペクト比3以上の粒子及びそれ以外の粒子を含めた粒子）の存在を確認し、鋭敏分散色を示す粒子が認められた浸液を選択する。

写真 4.1 標本作製用円形ガイドの例

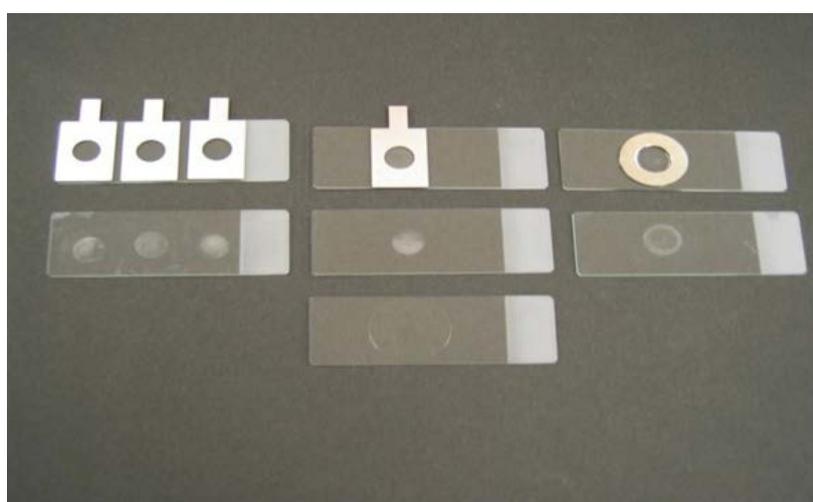


表 4.21 アスベストの分散色

石綿の種類	屈折率 $n_D^{25^\circ\text{C}}$ 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 <sup>b)</sup>	赤紫～青	橙	青
アモサイト	1.680 <sup>b)</sup>	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) ～赤褐	濃橙	淡橙
	1.690 <sup>b)</sup>	桃	桃	桃
	1.700	青	淡青	濃青
トレモライト	1.605	ゴールデン イエロー	ゴールデン イエロー	紫
	1.620 <sup>b)</sup>	赤紫	橙	青
	1.640	青	青	淡青
アクチノライト	1.626 又は 1.628 <sup>b)</sup>	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	ゴールデン イエロー	淡ゴールデン イエロー	橙
	1.618 <sup>b)</sup>	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) 顕微鏡に附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。

留意点 1 : 表 4.21 に示したアスベストの分散色は色補正フィルタを使用しない場合の分散色であり、顕微鏡メーカーにより視野の背景色の濃淡が多少異なることがあるので、標準アスベスト繊維により分散色の色調を確認しておくこと。

留意点 2 : 浸液の屈折率は長期間の保存や、保存状態により変化するため、使用の都度、屈折計により確認することが望ましい。

#### 4.1.3.2. 位相差・分散顕微鏡による定性分析方法

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。

留意点 1 : 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。

1 標本で 1000 粒子を計測するための標本は、1 視野当たり 10 粒子を目安として、100 視野の計数で 1000 粒子の計測となるように調製する。

留意点 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 視野で 1000 粒子となるように標本作製し直すこと。

留意点 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（分散曲線を作成）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。

留意点 4 : アスベスト繊維は天然鉱物であり、産地によって屈折率が多少異なるため、表 4.21 の鋭敏色を示す屈折率の浸液によってアスベストが検出されない場合には、表 4.21 に示す鋭敏色の前後の屈折率の浸液による確認を行うとともに、鋭敏色以外の残りの屈折率の浸液についてそれぞれ 3 標本作製し、同様の分析を行い、色の変化を確認する。

留意点 5 : 分散色の同定には、顕微鏡に附属のアナライザを使用し、繊維の伸長方向と平行及びそれと直交する偏光振動方向の分散色を確認することにより分析精度を向上させることができる。

留意点 6 : 分散色を示したアスベストの種類と繊維状粒子数を記録するとともに分散色を示すアスペクト比 3 未満の粒子数も記録の対象とすることにより、X 線回折分析法による定性分析結果との判定の際の判断に役立てることができる。また、X 線回折分析法による定量分析結果に分散染色を示した粒子数中のアスベスト繊維数の割合 (%) を乗ずることにより、当該石綿繊維の含有率の推定に利用することが可能である。

※例えば、3000 粒子中に鋭敏分散色を示したアスペクト比 3 以上の繊維状粒子（アスベスト繊維）が 15 本、鋭敏分散色を示した粒子が 20 個確認された場合、仮に X 線回折分析法による定量分析の結果、アスベスト含有率が 25% であれば、アスペクト比 3 以上のアスベスト繊維の含有率は

$$25(\%) \times \frac{15}{35} = 10.7(\%)$$

と推定できる。

留意点 7：同定が困難な微細な繊維が位相差・分散顕微鏡観察で確認された場合は、電子顕微鏡による検査で確認することが推奨される。

#### 4.1.4. 吹付けバーミキュライトを対象とした定性分析方法

吹付けバーミキュライトのアスベスト含有率測定は図 4.13 の手順に従って実施する。

4.1.1.2 で調製した二次分析用試料を一定量試料ホルダーに、均一にかつ試料ホルダー面と一致するように充填し、X 線回折分析装置にセットし、表 4.1 に示す定性分析条件で測定し、得られた X 線回折パターンの回折線ピークに表 4.8 に示したバーミキュライトの回折線が認められるか否かを確認する。

バーミキュライトの回折線が認められた場合には、吹付けバーミキュライトを対象とした定性分析を行う。

留意点：ただし回折線ピークにクリソタイル、トレモライト/アクチノライト以外の石綿回折線が認められた場合は、当該アスベストについては 4.1.1 で調製した一次分析試料を用いて 4.1.3 の分析を実施すること。

##### 4.1.4.1. 塩化カリウム処理試料の調製

バーミキュライトの回折線が認められた一次分析用試料を、粉砕機で再度粉砕して、目開き 75 $\mu$ m 以下の篩下に調整する。

目開き 75 $\mu$ m 以下の篩下に調整した試料 1.0g をビーカーに入れ、JIS K 8121 に規定する 1 モルの塩化カリウム水溶液 100ml 中によく分散させる。

次いで、70～80 $^{\circ}$ C の温度の中で 1 時間以上放置する。放置後、遠心分離機で遠沈させ、蒸留水で十分洗浄して沈殿物を採取する。この沈殿物を 100 $\pm$ 10 $^{\circ}$ C の乾燥機内またはシリカゲルデシケータで十分乾燥し、塩化カリウム処理試料とする。

##### 4.1.4.2. 吹付けバーミキュライト中のアスベスト含有の有無の分析方法

4.1.4.1 で得られた塩化カリウム処理試料を試料ホルダーに均一、かつ、試料ホルダー一面と一致するように充てんする。

充てんした試料ホルダーを、表 4.22 に示した定性分析条件で走査範囲 ( $2\theta$ ) 2～70 $^{\circ}$

の測定を行い、クリソタイル及びトレモライト／アクチノライトの回折ピークが認められるか否かの定性分析を行う。

クリソタイル及びトレモライト／アクチノライトと考えられる回折ピークが認められた場合は、市販のアスベスト含有バーミキュライト標準試料について4.1.4.1.と同様の塩化カリウム処理を行い、塩化カリウム処理標準試料とする。

塩化カリウム処理試料及び塩化カリウム処理標準試料をそれぞれ表4.23に示した定量分析条件で、クリソタイル11.0-13.0°（回折ピーク位置12.1°付近）または23.0-26.0°（回折ピーク位置24.3°付近）、トレモライト10.0-11.0°（回折ピーク位置10.4°付近）におけるクリソタイルおよびトレモライト／アクチノライトの回折線強度（面積）を求める。

塩化カリウム処理標準試料と塩化カリウム処理試料はそれぞれ試料を詰め直して3回繰り返し測定し、平均回折線強度（面積）を求めて、クリソタイルおよびトレモライト／アクチノライトの有無の判定を行なう。

留意点1：アスベスト含有バーミキュライト標準試料は（公社）日本作業環境測定協会から販売されているJAWE1311～1316（トレモライト含有標準試料）及びJAWE1411～1416（クリソタイル含有標準試料）を使用すること。

留意点2：塩化カリウム処理が十分に行われていない場合や、X線回折ピーク面積の処理方法に問題がある場合には、過剰にアスベストありと判定する恐れがあるので、この場合はそれらの点の見直しを行った上で、再判定を行なうこと。

表4.22 吹付けバーミキュライトのX線回折装置の定性分析条件

設定項目	測定条件
X線対陰極	銅（Cu）
管電圧（kV）	40
管電流（mA）	30～40
単色化（ $K_{\beta}$ 線の除去）	Ni フィルタ又はグラファイトモノクロメータ
フルスケール（cps）	1000～2000
時定数（s）	1
走査速度（°/min）	1～2
発散スリット（°）	1
散乱スリット（°）	1
受光スリット（mm）	0.3
走査範囲（ $2\theta$ ）（°）	2～70°

ただし、これと同等以上の検出精度を確保できる装置等によってもよい。

表 4.23 吹付けバーミキュライト中のアスベスト有無の判定のための  
X線回折装置の分析条件

設定項目		測定条件
X線対陰極		銅 (Cu)
管電圧 (kV)		40
管電流 (mA)		30~40
単色化 ( $K_{\beta}$ 線の除去)		Ni フィルタ又は グラファイトモノクロメータ
時定数 (s)		1
走査速度 (° /min)	連続スキャンニング (° /min)	1/8~1/16
	ステップスキャンニング	0.02° × 10 秒~0.02° × 20 秒
発散スリット (° )		1
散乱スリット (° )		1
受光スリット (mm)		0.3
走査範囲 ( $2\theta$ ) (° )		クリソタイル 11.0~13.0° (回折ピーク位置 12.1° 付近) トレモライト 10.0~11.0° (回折ピーク位置 10.4° 付近)

ただし、これと同等以上の検出精度を確保できる装置等によってもよい。

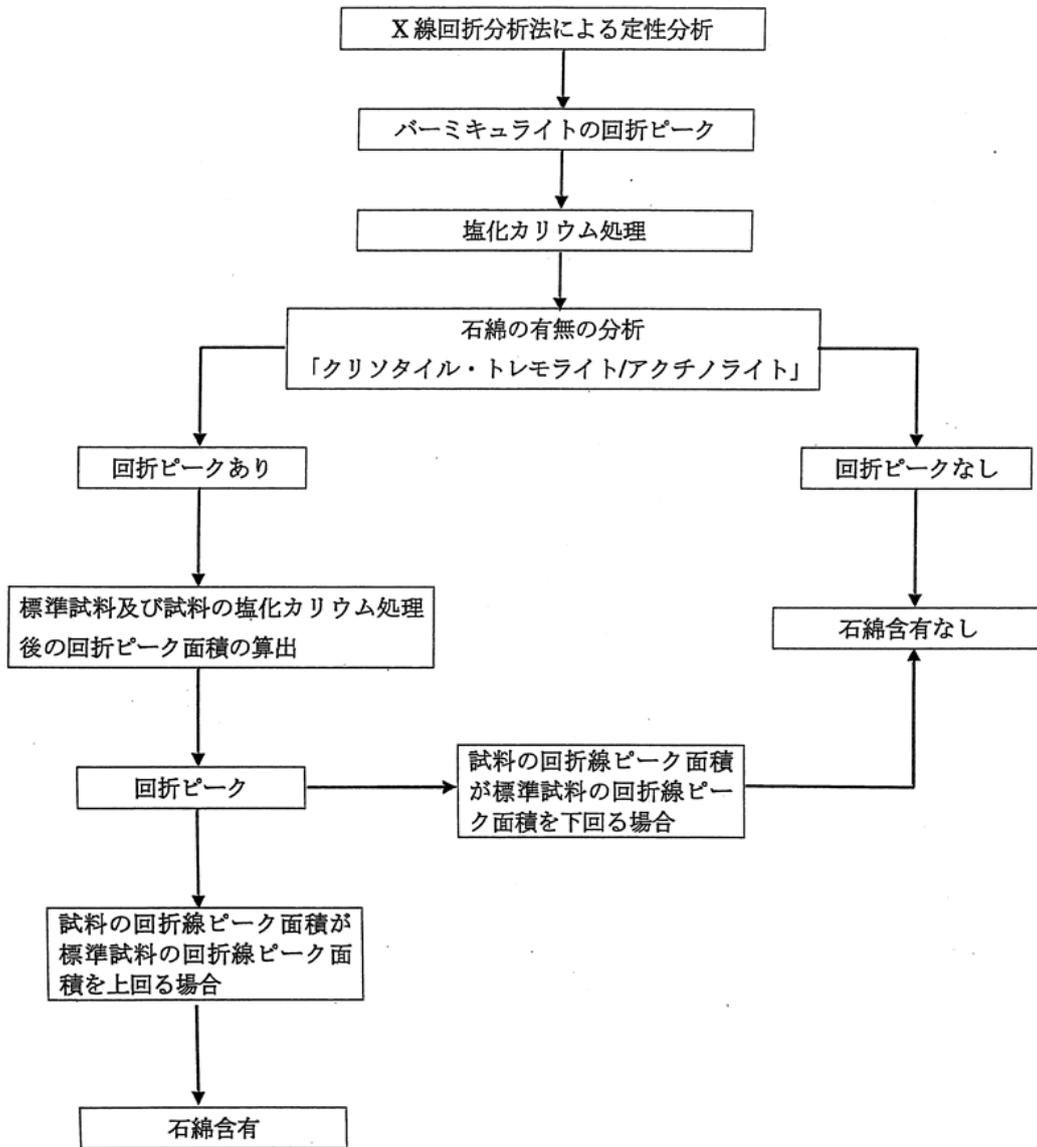


図 4.13 吹付けパーミキュライトの分析手順

#### 4.1.5. アスベスト含有の有無の判定方法

- (1) X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、図4.2～4.6、表4.2～4.7に示す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) X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、図4.2～4.6、表4.2～4.7に示す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) X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、図4.2～4.6、表4.2～4.7に示す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、4.1.3.2.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。  
なお、4.1.3.2.位相差・分散顕微鏡による分散染色法で再分析する場合は、回折ピークが認められたアスベストおよびその他使用された可能性があるアスベストを対象とし、一次分析試料を用いて、4.1.1によって新たに標本を作製して分析を行う。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。

留意点1：クリソタイルと同様なX線回折ピークが認められる鉱物には、蛇紋石（アンチゴライト、リザルダイト）、緑泥石（クロライト）およびカオリン鉱物（カオリナイト、ハロイサイト）がある。

留意点2：アモサイト、クロシドライトおよびアンソフィライトと同様なX線回折角度（9～10°）にタルクがある。

留意点3：アスベスト以外の天然の鉱物繊維の屈折率はアンチゴライトが1.566、リザルダイトが1.552、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、ハロイサイトが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

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。

- (4) X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、図 4.2~4.6、表 4.2~4.7 に示す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) 吹付けパ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（図 4.7~4.9 参照）が認められないか、またはその積分 X 線強度が塩化カリウム処理標準試料の同ピークの積分 X 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。

※位相差・分散顕微鏡による定性分析において、共栓試験管に一次分析試料を 10 mg 精秤し、無じん水 20ml 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、回転子を入れてマグネチックスターラーで攪拌して均一濃度とし、マイクロピペットで 10  $\mu$ l 採取して全量をスライドグラスに載せた円形ガイドに滴下、乾燥して分析標本を作製した場合、乾燥したスライドグラス上には 0.005 mg の試料が存在することになる。

位相差・分散顕微鏡による定性分析の結果、3000 粒子中に 4 本の鋭敏分散色を示したアスベスト繊維が検出された場合のアスベスト含有率 R(%) は

$$R(\%) = \frac{0.005 \text{ mg} \times \frac{4 \text{ 本}}{3000 \text{ 個}}}{0.005 \text{ mg}} \times 100 = 0.13 (\%)$$

となり、3000 粒子中に 3 本の鋭敏分散色を示したアスベスト繊維が検出された場合は 0.1% となるため、3000 粒子中に鋭敏分散色を示したアスベスト繊維が 4 本未満の場合は 0.1% を超えてアスベストは含有しないことになる。

## 第5章. 定量分析方法 1 (X線回折分析法)

### 5.1. X線回折分析法による建材製品中の石綿の定量分析方法の概要

この方法は、第3章および第4章において『アスベスト含有』と判定された試料について、X線回折分析法によって、アスベスト含有率（質量分率）（以下“アスベスト含有率”という）を定量する方法である。

第3章および第4章によって、『アスベスト含有』と判定する過程において、明らかにアスベスト含有率が高い（例えば5%以上）と判定した場合は、5.2の前処理作業を実施せず、一次分析試料を直接使用してアスベストの定量分析ができる。

アスベスト含有建材等のアスベスト含有率の定量分析は図5.1の手順に従って実施する。

ただし、天然鉱物中に不純物として含有するおそれがあるアスベストの分析については、適用されない。

なお、本法は、JIS A 1481-3をベースとしつつも、その一部を修正し、また、JIS A 1481-3を単に補足するのではなく、分析手順等が本書の内容で完結するよう解説している。そのため、石綿障害予防規則に基づく分析は、JIS A 1481-3ではなく、本書を参照して行う必要がある。

留意点：アスベストが不純物として含有するおそれのある天然鉱物中のアスベスト含有率の具体的な分析方法として、『天然鉱物中の石綿含有率の分析方法の検討結果報告書』（平成18年12月、（社）日本作業環境測定協会（第8章や厚生労働省ホームページに掲載））がある。

### 5.2. 定量用二次分析試料および定量用三次分析試料の作製方法

#### 5.2.1. 定量用二次分析試料の作製方法

定量用二次分析試料の作製に用いる直径25mmのふっ素樹脂バインダグラスファイバーフィルタ（以下、「フィルタ」という。）の質量及びフィルタを装着した状態で基底標準板（亜鉛またはアルミニウム）の主回折強度を計測しておく。

第4章、4.1.1（1）又は（2）で調製した一次分析試料を100mg（ $M_1$ ：一次分析試料の秤量値）精秤して、200mlコニカルビーカーに入れ、20%のぎ酸を20ml加えて攪拌した後、無じん水を40ml加えて、超音波洗浄器を用いて1分間分散する。

その後、 $30 \pm 1^\circ\text{C}$ に設定した恒温槽内に入れ、12分間連続して振とうする。フィルタを装着した直径25mmのガラスフィルタベース付きの吸引ろ過装置で吸引ろ過する。

乾燥後、フィルタ上に捕集された試料の質量（ $M_2$ ：定量用二次分析試料の秤量値）を求め、定量用二次分析試料とする。また、定量用二次分析試料の作製に当たっては、1試料当たり三つの定量用二次分析試料を作製する。ガラスフィルタベースをもつ吸引ろ

過装置及びフィルタの直径はX線回折分析装置の試料台と同一のものを使用する。

なお、定量用二次分析試料の作製で、残さ（渣）率 ( $M_2/M_1$ ) が 0.15 を超えた場合は、5.2.2 によって、定量用三次分析試料を作製する。

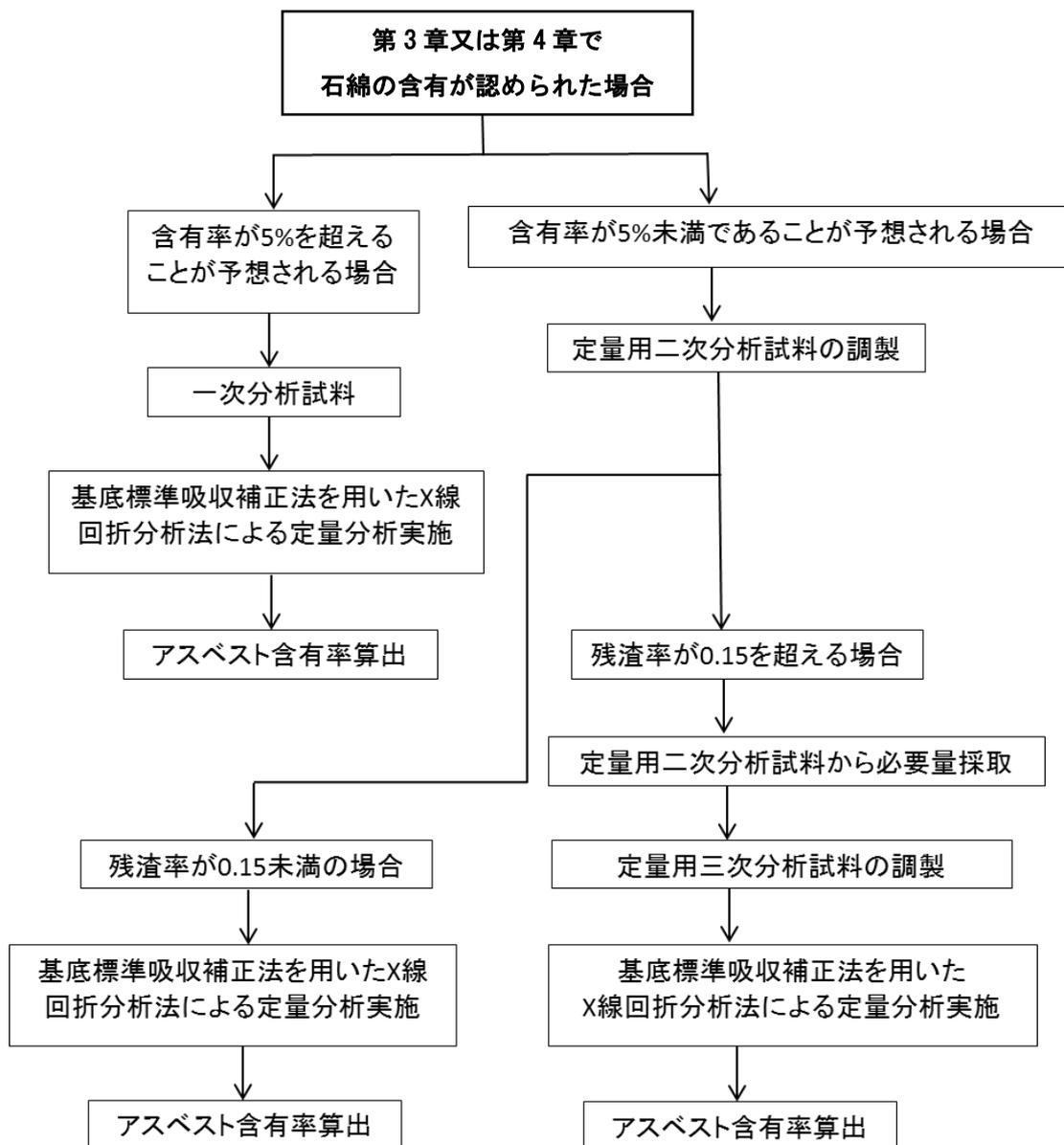


図 5.1 建材製品中のアスベスト含有率定量分析手順

### 5.2.2. 定量用三次分析試料の作製方法

定量用三次分析試料の調製は5.2.1で作製した定量用二次分析試料から10~15mg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（ $M_3$ ：定量用三次分析試料の秤量値）を求め、定量用三次分析試料とする。

留意点1：フィルタの秤量に用いる天秤は、読取り限界が0.01mg以下のものを使用すること。

留意点2：フィルタの秤量は、秤量約2時間前にフィルタを天秤室の雰囲気慣らしした後、秤量を行い1回目の秤量値を得る。1回目の秤量後、半日以降に、再度1回目と同様な手順で秤量を行い、2回目の秤量値を得る。1回目と2回目の秤量値が同じ場合、その値を秤量値として用いる。違った場合、再度同様な秤量を行い、2回連続同じ値を得られるまで、秤量を繰り返し、秤量値を得る。

留意点3：X線回折強度を求める前に、蛍光板でX線の照射面積が、アスベスト試料が捕集されている面積と同じかどうかを確認する。

留意点4：第4章、4.1.1(2)で調製した一次分析試料を使用する場合は、次式により減量率： $r$ を算出し、含有率算出の際に補正する。

$$r = \frac{\text{加熱処理後の分析試料量}}{\text{加熱処理前の試料量}}$$

留意点5：一次分析試料を4.1.1(2)に規定する加熱条件によって、改めて加熱処理することによって減量が期待できる無機成分試料の場合は、加熱後の一次分析試料から定量用二次分析試料を調製してもよい。

留意点6：定量用二次分析試料の量が定量用三次分析試料量の作製に不足する場合は、再度、定量用二次分析試料作製方法と同じ条件で一次分析試料から定量用二次分析試料を作製し、これを定量用三次分析試料の作製に使用してもよい。

### 5.2.3. けい酸カルシウム保温材の前処理方法

アスベスト含有率の分析対象試料のうち残渣率が0.15を超える可能性のある、けい酸カルシウムを主体とした試料については、以下に示す前処理法により、残渣率が0.15以下にすることが可能となったので、試料の定量操作を行うための試料調製手順を記載する。この方法は、一次分析試料のX線回折分析法による定性分析の結果、けい酸カルシウム（トバモライト、ゾノトライト等）が主体の試料であることが判明した場合に適用する。

なお、けい酸カルシウムを主体とした試料でも、その試料の使用過程で、約 1000℃ 程度の温度にさらされていたもの等、残渣率が 0.15 以下にならないものについては、5.2.2 に基づき、定量用三次分析試料を作製すること。

けい酸カルシウムを主体とした試料の定量操作を行うための試料の作製は以下に示す①～⑦の手順により行う。

- ① 一次分析試料を 100mg 精秤し、100ml のコニカルビーカーに入れる。
- ② 100ml のコニカルビーカーに、20%水酸化ナトリウム溶液 60ml を加える。
- ③ 次に、電熱器等を利用して、上記②の 20%水酸化ナトリウム溶液が約 50ml になるまで濃縮する。
- ④ その後、常温になるまで、放冷する。
- ⑤ 放冷後、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う。この時に、コニカルビーカーに付着している残渣物及びフィルタ上の残渣物に対して、20%のぎ酸で洗浄する。
- ⑥ ガラスフィルタベース付の吸引ろ過装置を停止した後、フィルタ上の残渣物に、20%のぎ酸 20ml を加えて 2 分間放置した後、無じん水を 40ml を加えて、10 分間放置する。
- ⑦ その後、無じん水で洗浄しながら、ガラスフィルタベース付の吸引ろ過装置で吸引ろ過した後、乾燥し、フィルタ上に捕集された試料の質量を求め、けい酸カルシウムを主体とした定量二次分析試料とする。

なお、この分析試料の作製にあたっては 1 試料当たり三つの分析試料を作製する。ガラスフィルタベース付きの吸引ろ過装置およびフィルタの直径は、X 線回折分析装置の試料台と同一のものを使用する。

### 5.3. 基底標準吸収補正法による X 線回折定量分析方法

第 5 章で使用するアスベストの標準試料は、(公社) 日本作業環境測定協会 (JAWE) で販売されている標準試料を基に検討されており、それ以外の UICC 等の標準試料を使用する場合は、アスベスト繊維のサイズの相違により JAWE 標準試料の回折 X 線強度と異なる場合があるので注意が必要である。過去に JAWE 標準試料で作成した検量線で測定された定量結果と、UICC 等の標準試料で新規に作成した検量線で測定された定量結果が異なる場合は、UICC 等の標準試料で新規に作成した検量線の勾配を JAWE 標準試料で作成した検量線の勾配を用いて補正を行い、同じ定量結果になることを確認すること。

#### 5.3.1. 検量線の作成

検量線は、相関係数 (R) が 0.99 以上 (又は決定係数 ( $R^2$ ) が 0.98 以上) とする。

検量線の作成に使用する、直径 25mm のフィルタの質量の秤量およびフィルタを装着した状態で基底標準板（亜鉛またはアルミニウム）の主回折強度を計測しておく。

分析対象のアスベスト標準試料を 0.2mg、0.4mg、0.6mg、0.8mg、1.0mg を目安に精秤し、秤量別に 5 個の 50ml コニカルビーカーに入れ、それぞれ 20% のぎ酸を 0.04ml、0.08ml、0.12ml、0.16ml、0.2ml 加えて攪拌した後、無じん水を 0.08ml、0.16ml、0.24ml、0.32ml、0.4ml 加えて超音波洗浄器で 1 分間分散する。

その後、 $30^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$  に設定した恒温槽内に入れ、12 分間連続して振蕩する。振蕩終了後直ちに 20ml 以上になるように無じん水を 50ml コニカルビーカーに加える。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置で吸引ろ過を行い、無じん水にて数回洗浄する。ろ過後のフィルタを取り出し、乾燥後、秤量し、フィルタ上に捕集されたぎ酸処理後の試料の質量を求め、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アスベストの X 線回折強度を表 5.1 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求めた X 線回折強度を縦軸に、ぎ酸処理後の検量線試料の質量を横軸にとり、原点を通る検量線を作成する。

### 5.3.2. 定量分析手順

5.2.1 または 5.2.2 で作成した定量用二次分析試料または定量用三次分析試料を、X 線回折装置の回転試料台に固定する。

検量線作成と同一の条件で、三つの定量用二次分析試料または定量用三次分析試料について、基底標準板および回折 X 線強度を計測し、基底標準吸収補正法によって X 線回折分析を行う。

5.3.1 で作成した検量線から当該アスベストの質量を算出してアスベストの含有率を求める。

留意点：煙突用の断熱材はアスベストの含有率が 80% 以上と高いにもかかわらず、実際の分析ではアモサイト含有率が低値を示す場合があるが、これは重油等の燃焼により発生した SO<sub>x</sub> ガスと煙突内の建材に由来するカルシウムやナトリウム等が反応して生成した硫酸カルシウムや硫酸ナトリウム等の硫酸塩の蓄積により、見かけ上低くなるのが原因であり、X 線回折分析法の定性分析で硫酸塩が確認された場合には、分析結果報告書に除去対象のアスベスト含有率は分析値よりも高い可能性があることを記載し、当該作業者に注意喚起することが重要である。

表 5.1 X線回折装置の定量分析条件

設定項目		測定条件
X線対陰極		銅 (Cu)
管電圧 (kV)		40
管電流 (mA)		30~40
単色化 (K <sub>β</sub> 線の除去)		Ni フィルタ又は グラファイトモノクロメータ
時定数 (s)		1
走査速度 (° /min)	連続スキャンニング (° /min)	1/8~1/16
	ステップスキャンニング	0.02° ×10 秒~0.02° ×20 秒
発散スリット (° )		1
散乱スリット (° )		1
受光スリット (mm)		0.3
走査範囲 (2θ) (° )		定量回折線を含む前後 2~3° 程度

留意点 1 : 定量分析は表 5.1 によって実施し、回転試料台を用いて定量物質の X 線回折積分強度 (積分値) が 2000 カウント以上とする。

留意点 2 : ただし、表 5.1 に示した X 線回折装置の定量分析条件は必要最低の条件であり、この条件又はこれ以上の検出精度を確保できる条件で分析すること。

### 5.3.3. アスベスト含有率の算出

(1) 定量用二次分析試料からのアスベスト含有率の算出 一つの定量用二次分析試料からのアスベスト含有率は式①によって、また建材製品中のアスベスト含有率は、式②によって算出する。なお、4.1.1.1(2)に規定する、有機成分試料の一次分析試料作製方法によって定量用二次分析試料を作製した場合は、減量率 r で補正する。

$$C_i = A_{s_2} / M_1 \times r \times 100 \quad \text{..... ①}$$

$$C = (C_1 + C_2 + C_3) / 3 \quad \text{..... ②}$$

ここに、C<sub>i</sub> : 1つの定量分析用試料のアスベスト含有率 (%)

C : 建材製品中のアスベスト含有率 (%)

A<sub>s<sub>2</sub></sub> : 検量線から読み取った定量用二次分析試料中のアスベスト質量 (mg)

M<sub>1</sub> : 一次分析試料の秤量値 (mg)

r : 減量率。ただし加熱処理をしない場合は r=1 とする。

(2) 定量用三次分析試料からのアスベスト含有率の算出 一つの定量用三次分析試料からのアスベスト含有率は式③によって、また建材製品中のアスベスト含有率は式④によって算出する。

なお、一次分析試料を 4.1.1.1(2)に示す加熱条件によって減量して作製した定量用二次分析試料または定量用三次分析試料の場合は、減量率  $r$  で補正する。

$$C_i = \frac{A_{s_3} \times (M_2/M_3)}{M_1} \times r \times 100 \quad \dots\dots\dots \textcircled{3}$$

$$C = (C_1 + C_2 + C_3) / 3 \quad \dots\dots\dots \textcircled{4}$$

ここに、 $C_i$  : 1つの定量分析用試料のアスベスト含有率 (%)

$C$  : 建材製品中のアスベスト含有率 (%)

$A_{s_3}$  : 検量線から読み取った定量用三次分析試料中のアスベスト質量 (mg)

$M_1$  : 一次分析試料の秤量値 (mg)

$M_2$  : 定量用二次分析試料の秤量値 (mg)

$M_3$  : 定量用三次分析試料の秤量値 (mg)

$r$  : 減量率。ただし加熱処理をしない場合は  $r=1$  とする。

#### 5.3.4. 検量線の検出下限及び定量下限

検量線作成時に調製した最小標準試料 ( $0.01 \sim 0.1 \text{mg/cm}^2$ ) を X 線回折分析装置の試料台に固定して、検量線作成と同一の条件で基底標準板と分析対象のアスベストの X 線回折強度を繰り返して 10 回計測し、積分 X 線強度の標準偏差 ( $\sigma$ ) を求める。

検量線の検出下限は、式⑤により、定量下限は、式⑥によって算出する。

$$C_k = (\sigma / a) / M_1 \times 100 \quad \dots\dots\dots \textcircled{5}$$

$$C_t = (3\sigma / a) / M_1 \times 100 \quad \dots\dots\dots \textcircled{6}$$

ここに、 $C_k$  : 検出下限 (%)

$C_t$  : 定量下限 (%)

$\sigma$  : 10 回計測の積分 X 線強度の標準偏差

$a$  : 検量線の傾き

$M_1$  : 一次分析試料の秤量値 (100mg)

留意点 1 : 定量用二次分析試料または定量用三次分析試料を作製し「基底標準吸収補正法による X 線回折定量分析方法」により定量分析を行なう場合において、

アスベスト回折線のピークが確認できないことがあり得るが、その場合においては、一般にアスベスト含有率は検量線から求めた定量下限以下とされていることから、定量下限が0.1%以下であるときには、アスベストがその重量の0.1%を超えて含有しないものとして取り扱う。

留意点2：定量用二次分析試料または定量用三次分析試料を作製し、「基底標準吸収補正法によるX線回折定量分析方法」により定量分析を行う場合において、検量線から求めた定量下限が0.1%を超える場合、または不純物による影響等のため、アスベスト回折線のピークの有無の判断が困難な場合については、アスベストがその重量の0.1%を超えて含有しているものとして取り扱う。

## 第6章. 定量分析方法2（偏光顕微鏡法）

### 6.1. 分析の概要

本章は、JIS A 1481-4によるアスベスト含有率測定について、JIS A 1481-4に記載の内容のほか、JIS A 1481-4の実施に当たって具体的な留意点や補足を掲載したものである。

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おおむね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している。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はないことから、製品に産業利用されていたアスベスト（クリソタイル、アモサイト、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なので、意図的に添加したアスベストの場合、石綿則等国内法令の規制対象（重量比0.1%超）であることを判断するに当たっては、それ以上の定量は必要ない。ただし、トレモライト、アクチノライト、アンソフィライトはロックウール吹付け材などに意図的に添加されている場合と、水練り保温材やバーミキュライト吹付け材などに不純物として非意図的に含有されている場合の両方ありうる。クリソタイルについても、蛇紋石が使用されている場合やセピオライトが使用されている場合などには不純物として含有される可能性がある。

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、さらなる定量分析は要求されない
その他の素材	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

### 6.2. 分析の手順

JIS A 1481-4では、灰化・酸処理・浮遊沈降よって試料を減量した後、残渣中のアスベストの含有濃度を求めて含有量を算出する。残渣中のアスベスト含有量を求める方法としては目視定量（偏光顕微鏡、走査型電子顕微鏡、透過型電子顕微鏡）、ポイントカウント（偏光顕微鏡、走査型電子顕微鏡）、繊維計測による定量（走査型電子顕微鏡、透過型電子顕微鏡）がある。

#### 6.2.1. 重量濃縮

重量濃縮の目的は、アスベスト以外の物質を可能な限り除去して、残渣中のアスベ

トの濃度を高めることである。灰化により有機物の除去を、酸処理により酸に溶ける物質の除去を、沈降により大きな粒子の除去を行うことができる。

#### 6.2.1.1. 灰化による有機物の除去

灰化処理ではマッフル炉で 450°C の加熱を 4 時間行う。

- ① 磁性るつぼまたは石英るつぼに耐熱マーカで試料番号などを書き入れて秤量する。
- ② 試料をるつぼに入れてから再度秤量する。
- ③ るつぼにふたをしてマッフル炉に入れ、450°C ± 10°C で 4 時間加熱する。
- ④ 加熱後るつぼの中身を確認し、有機物の灰化が不十分である場合は再度るつぼをマッフル炉に入れて加熱する。
- ⑤ るつぼが室温まで冷却するのを待ってから秤量を行う。

留意点 1 : 事前に有機物がほとんど含まれないと分かっている試料であれば、灰化処理を行わずに秤量後直接、酸処理と沈降 (6.2.1.2) に進むことができる。

留意点 2 : 灰化の温度は 485°C まで上げることができるが、500°C を超えるとクリソタイルが分解し始めるため、485°C を超える温度にはしない。

#### 6.2.1.2. 酸処理と沈降

炭酸カルシウム、石膏、ミネラルウールなどは塩酸に溶けるため、2mol/L の塩酸中で 15 分攪拌すると除去することができる。

素材によっては酸処理後に骨材や砂が残る場合があり、これらは沈降または浮遊により取り除くことができる。焼成されたバーミキュライトやパーライトは浮遊によって取り除ける。砂や骨材は懸濁液中でアスベストよりもはるかに早く沈むため、試料の種類によってはアスベストを含む他の部分から大部分を取り除くことが可能である。

以下、酸に溶ける成分を含む試料（骨材を含む場合及び含まない場合）の処理の方法と床タイルの処理の方法に分けて記載する。

<酸に溶ける成分を含む試料の酸処理・浮遊沈降手順>

- ① 灰化された試料を 200mL の三角フラスコに移す。
- ② 2mol/L の塩酸を 100mL 加えてフッ素樹脂加工された回転子を入れ、マグネチックスターラーで 15 分間攪拌する。
- ③ 孔径 0.4 μm、47mm 径のポリカーボネートフィルタをペトリ皿に入れて秤量し、47mm 径の吸引ろ過装置に装着する。
- ④ 25mm 径の吸引ろ過装置を組み立て、孔径 0.45 μm の混合セルローズエステルフィルタ (MCE フィルタ) を装着する。
- ⑤ 酸処理の後で水面に浮くものや底面に沈んでいる骨材、砂などがなければ、直接ポイ

ントカウント用のフィルタの準備に進む（→⑩）。

- ⑥水面に浮いているパーライトやバーミキュライトがある場合は、水面が三角フラスコの縁に来るまで蒸留水を加え、清浄なスパチュラで浮遊物を可能な限り取り除く。浮遊物は事前に秤量してある 50mm 径のペトリ皿に入れ、ホットプレート上で乾燥させる。浮遊物を取り除いた場合は、容器を数分間静置した後上澄みを半分程度 1000mL ビーカーに移す。
- ⑦三角フラスコ内の液を、沈殿した粒子が再度懸濁するように円を描くようにして振り混ぜる。動きを止めて粗大な粒子が沈むまで待ち、液の大部分を 1000mL ビーカーに移す。三角フラスコに 150mL の蒸留水を加え、同じことを 2 回繰り返す。
- ⑧洗瓶を使って三角フラスコの底に残った沈殿物を 100mm 径のペトリ皿に移し、上澄み液は 1000mL ビーカーに移す。ペトリ皿はホットプレートの上で乾燥させる。
- ⑨1000mL ビーカーに蒸留水を加え、700mL にする。
- ⑩懸濁液中の粒子を十分に分散させる。そこから 0.5-4mL 程度を分取し、5mL 以上の蒸留水で希釈してから、④で用意した MCE フィルタにろ過する。フィルタは最低 4 枚用意する。フィルタはサンプル名を書いたペトリ皿に入れて、ホットプレート上で乾燥させる。
- ⑪懸濁液の残りは③で用意したポリカーボネートフィルタでろ過し、サンプル名を書いたペトリ皿に入れてホットプレート上で乾燥させる。
- ⑫沈殿物、懸濁物を実体顕微鏡で確認し、大きなアスベスト繊維束は秤量済みの容器に移す。また、懸濁物中に大きな粒子がある場合は沈殿物に移す。
- ⑬沈殿物、浮遊物、懸濁物、取り出したアスベスト繊維束をそれぞれ秤量する。

留意点：⑫にあるアスベスト繊維束を入れるための容器は、アルミホイルで作った小さな皿などでよい

#### <床タイルの酸処理手順>

- ①孔径 0.4  $\mu\text{m}$ 、47mm 径のポリカーボネートフィルタをペトリ皿に入れて秤量し、47mm 径の吸引ろ過装置に装着する。
- ②灰化後の試料をメノウ乳鉢に移し、蒸留水を 0.5mL 加えてすりつぶす
- ③2mL の濃塩酸をゆっくり加え、ガスの発生が弱まってきたら時々すりつぶす。
- ④ガスの発生が止まったらすぐに 10mL の蒸留水で希釈する。
- ⑤懸濁液を①で用意した吸引ろ過装置でろ過し、フィルタをペトリ皿に入れてホットプレートまたはランプで乾燥させる
- ⑥フィルタを室温まで冷ましてから秤量する。

留意点：濃塩酸に 20 分以上放置しないようにする。

## 6.2.2. 残渣中のアスベストの定量手順

### 6.2.2.1. ポイントカウント用試料の準備

ポイントカウント用試料の作製方法は、MCE フィルタを使用する方法とポリカーボネートフィルタ上の残渣から作製する方法の2種類がある。

<MCE フィルタを使用する場合>

- ①乾燥させたフィルタをDMF35%、氷酢酸15%、蒸留水50%からなる混合液100 $\mu$ Lにひたして60°Cに加熱することで透明化する。
- ②トリアセチンを滴下してカバーガラスを載せることでポイントカウント用のプレパラートを作製する。

<ポリカーボネートフィルタ上の残渣から作製する場合>

- ①計数対象となるアスベストと異なる屈折率の浸液を選び、スライドガラス上に滴下する。
- ②残渣をピンセットで分取し、浸液に入れてよく広げ分散させる。
- ③カバーガラスを乗せて計数用のプレパラートとする。



図 6.1 ポリカーボネートフィルタ上の残渣からの  
ポイントカウント用プレパラートの作製

留意点：残渣から分取してポイントカウント用のプレパラートを作製する場合は、試料中の繊維や粒子がすべて十分なコントラストで観察できるように浸液を選ぶ。透明な物質は1.54-1.56付近の屈折率を持っているものが多いため、この屈折率範囲の浸液は避ける。

### 6.2.2.2. ポイントカウントのための偏光顕微鏡の調整

ポイントカウントでは粒子・繊維の径を測定するため、視野の十字線の少なくとも片方に目盛が入っている接眼レンズを使用する。

- ①クロスポーラにして530nmの鋭敏色検板を挿入する。

- ②倍率が 100 倍程度になるように対物レンズを選ぶ。
- ③ランプの出力を最大にし、ステージ下の開口絞りを絞ってコントラストを強める
- ④スライドを確認して、全ての粒子が十分なコントラストを持っているか確認する（特に光学的等方体に注意する）。コントラストが不十分な粒子があれば、別の浸液を使ってスライドを作り直す。

### 6.2.2.3. ポイントカウントの基準

- a) 全てのプレパラートをスキャンして、最大の粒子と各アスベストの最大の繊維の径を見積もる。
- b) 粒子については最大粒子径の 10%を超えるもの、繊維については各アスベスト繊維の最大径の 20%を超えるもののみ計数する。
- c) 十分な径を持つ粒子と繊維が重なっている点に当たった場合は粒子と繊維各 1 ポイントずつとする。
- d) 十分な径の繊維 2 本が重なっている点に当たった場合はアスベスト 2 ポイントとする。
- e) 十分な径の粒子 2 つが重なっている点に当たった場合は粒子 2 ポイントとする。
- f) 枝分かれしている繊維の上に当たった場合は、その部分の径が最大繊維径の 20%を超える場合のみ計数する。
- g) ポイントはプレパラート全体に分布するようにする。
- e) アスベストが 20 ポイントに達するか、総ポイント数が  $130 \times \text{残渣率}(\%)$  に達するまで計数を行う。また、これに関わらず、最低 2 枚のプレパラートを使って 100 点計数する。

留意点：ポイントカウントをする際には、同じ点を何度も通ることがないように、図 6.2 のように折り返しながらポイントがスライド全体を移動するようにするとよい。スライド 1 枚当たりのポイント数に制限はないが、1 枚当たり 50 ポイント程度を目安とする。

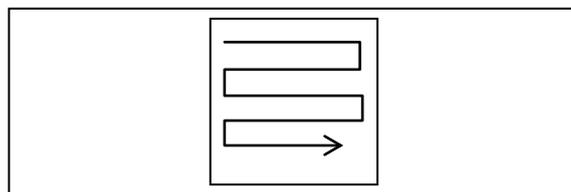


図 6.2 スライド上のポイントの移動例

#### 6.2.2.4. ポイントカウント結果の計算

アスベストの質量分率は以下の式で計算できる。

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

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上の最終残渣の重量 (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。

## 第7章. 定性分析方法3（電子顕微鏡法）

定性分析方法1（偏光顕微鏡法）あるいは定性分析方法2（X線回折分析法・位相差分散顕微鏡法）によって分析した結果、アスベストの確認が難しいときは電子顕微鏡によるアスベスト繊維の同定等が推奨されている。本法は、そのような場合に用いられる走査電子顕微鏡によるアスベストの定性分析方法である。定性分析方法1あるいは定性分析方法2でアスベストの存在が疑われるが最終確認が難しい建材試料について、本法でアスベストが確認された場合はアスベスト含有あり、確認されなければアスベスト含有なしと判定できる。しかし、本法のみによりアスベスト含有なしの判定はできない。

電子顕微鏡には、走査型と透過型の2つの型があるが、ここでは走査電子顕微鏡（SEM: Scanning Electron Microscope）を用いて建材中のアスベストを定性分析する方法について述べる。走査電子顕微鏡は、光学顕微鏡の実体顕微鏡に似ていて、透過電子顕微鏡より観察標本の作製や操作が容易である。試料は塊状（バルク）のままでよく、試料粒子の形や試料表面の形態などを観察するのに適している。しかし、電子線の光路は、基本的に全て真空にする必要があることや、荷電粒子である電子は、試料にダメージを与えやすいなど、電子顕微鏡に関する基本特性の理解は不可欠である。

### 7.1. SEMの概要

光源の電子銃から発生した電子線を細く絞って試料表面を走査すると、試料表面から電子や電磁波が逐次発生する。試料表面の凹凸などの構造に対応して発生する2次電子あるいは反射電子を検出器で受けて、その強度変化を時系列の電気信号に変換し、その輝度の変調をモニター画面（ブラウン管や液晶画面）に表示したのがSEM像である。試料表面の構造などが拡大像として観察できる。SEM像の拡大倍率は、試料上の縦または横方向の走査距離とモニター画面の対応する縦または横方向距離の比である。

試料に電子線を照射すると特性X線が発生する。その特性X線を検出して分光すると試料表面付近の元素分析（元素の種類と量、および分布）ができる。試料からの特性X線の検出・分光に半導体検出器（SSD）を用いたのがエネルギー分散型X線分析器（EDX）である。EDXを備えたSEM（SEM-EDX）を分析走査電子顕微鏡（ASEM: Analytical Scanning Electron Microscope）と呼ぶ。なお、結晶を用いて分光する波長分散型X線分析器を備えたSEM装置はEPMA（Electron Probe Micro-Analyzer）と呼び、ASEMより広い試料領域の高精度の元素分析に用いられている。

通常のアスベストの定性分析には、EDXを装着したASEMが用いられる。ASEMによるアスベストの定性分析では、繊維の形態と元素組成の2つの情報から、アスベストであるか否かを判定することになる。

## 7.2. 定性分析に用いる SEM の必要条件

使用する SEM は、加速電圧 15~25kV、倍率は 100~20,000 倍、分解能は 60nm を満たすもので、EDX の装着が必須である。EDX は、Na 以上の特性 X 線を検出できるものとし、7.4 の同定方法の要求を満たすものが必要である。

SEM の倍率の正確さは、繊維数濃度および繊維サイズの測定結果に影響するので、必要に応じて倍率の校正をする。倍率校正には、標準ポリエチレンラテックス球状粒子（種々の寸法の標準粒子が販売されている）、標準グレーティングレプリカ（一定間隔の升目のレプリカカーボン膜から成る標準寸法を示す電子顕微鏡用標準試料）などを用いて行う。

## 7.3. 観察標本の作製

建材中のアスベストの定性分析に適用できる SEM 観察標本は、①SEM-A 法（試料粉末を捕集したフィルターを SEM 試料台に貼り付ける方法）、②SEM-B 法（試料粉末を SEM 試料台に直接載せる方法）、③SEM-C 法（SEM 試料台の導電性カーボン両面テープに試料を接着させる方法）などがある。観察しようとする試料の状態に合った観察標本作製法を選択・考案することが重要である。

導電処理方法は図 7.1 に示す方法による。最近では、金蒸着、白金パラジウムに加えてオスmium蒸着が一般的になっている。SEM 試料台は、アルミニウム製真鍮（黄銅）製、あるいはグラファイト製などの直径 1~3cm、高さ 1cm 程度の円柱状であるが、メーカーの純正品を使用することが多い。

### 7.3.1. SEM-A 法の作製方法

SEM-A 法は、ポリカーボネート（PC）または混合セルロースエステル（MCE）のメンブランフィルターに試料粉末を発塵あるいは懸濁液にして吸引捕集し、その細片を予め導電性カーボン両面テープを貼った SEM 試料台に接着し、導電処理を施し、観察標本とするものである。

- 1) PC メンブランフィルターを用いた SEM-A 法の場合、試料粉末を発塵あるいは懸濁液にして吸引捕集した PC の細片を予め導電性カーボン両面テープを貼った SEM 試料台に貼り付け、オスmium蒸着等の導電処理を施す。PC を用いた標本は、SEM 像が見やすいという利点がある（図 7.3）。試料を捕集した PC の試料輸送等に多少難がある。
- 2) MCE メンブランフィルターを用いた SEM-A 法の場合、予め導電性カーボン両面テープを貼った SEM 試料台に、試料粉末を発塵あるいは懸濁液にして吸引ろ過した MCE の細片を直接貼り付け、導電処理を施して観察標本とする。MCE を用いた標本は、MCE 自身の構造と試料の繊維との識別が紛らわしく、アスベストを探すのに手間取ることがある。しかし、MCE は試料粉末を吸引捕集しやすく、かつ試料の輸送など

が容易であることや、位相差顕微鏡法や位相差偏光顕微鏡法で観察した同一フィルターの一部の観察・計数ができるなどの利点がある。

### 7.3.2. SEM-B 法の作製方法

SEM-B 法は試料粉末を SEM 試料台に直接載せる方法である。ただ、試料粉末をそのまま載せてもすぐに吹き飛んでしまうので、次のような標本作製を行う。

- 1) 被検試料が試料粉末状態で入手されたとき、SEM-B 法では、まずその試料粉末の懸濁液を作り、その 1~2 滴 (数  $\mu\text{L}$ ~10  $\mu\text{L}$ ) を表面が平滑な 1cm 角程度の親水化処理\*を施したニッケル板あるいは銅板に滴下し、風乾後、SEM 試料台に導電性両面テープで接着して、観察標本とする。\*親水化処理はグロー放電処理が好適である。
- 2) 被検試料が MCE に捕集された状態で入手された場合、SEM-B 法では、MCE の細片を表面が平滑な 1cm 角程度のニッケル板や銅板にアセトン等で貼り付け、低温灰化を施して MCE を除去して、その試料残渣を載せた金属板を導電性両面テープを用いて SEM 試料台に接着して、観察標本とする。SEM-A 法は、試料粉末を発塵あるいは懸濁液にして吸引捕集した MCE をそのまま SEM 試料台に載せる方法であるが、SEM-B 法は MCE を除去する低温灰化処理が施されるので、観察しやすい標本になる。
- 3) 被検試料が PC に捕集された状態で入手された場合は、SEM-A 法の 1) と同様である。

### 7.3.3. SEM-C 法の作製方法

SEM-C 法は、SEM 試料台に予め貼った導電性カーボン両面テープに観察する試料を直接または間接的に接着させる方法である。その接着方法がいくつかあり、主なものを次に示す。

- 1) 被検試料が建材等からピンセットで採取した肉眼的繊維試料の場合、この予め導電性カーボン両面テープを貼った SEM 試料台に直接接着させ、導電処理を施して観察標本とする。
- 2) 被検試料が粉末状態で入手された時、SEM-C 法では導電性カーボン両面テープを貼った SEM 試料台を試料粉末に押し付けて、テープに試料粉末に移し取り、その SEM 試料台に導電処理を施して観察標本とする。
- 3) 被検試料が現場から移せない場合は、現場に赴いて、現場で観察標本の前段階までを作製しなくてはならない。そのようなときの標本作製法は SEM-C 法が適している。予め導電性カーボン両面テープを貼った SEM 試料台を何個も必要数準備しておく。現場で分析したい建材等の表面や堆積粉じんなどに押し付けて、対象建材の表面の粉じん試料を SEM 試料台に移し取る。ラボに持ち帰り、導電処理を施して観察標本とする。

#### 7.3.4. 試料作製における共通留意点

- 1) SEM 試料台を手で持つとき、ゴムまたはプラスチックの手袋をはめた手で持ち、試料台を手の油等で汚染しないようにする。
- 2) SEM 試料台に導電性カーボン両面テープを接着するとき、5~10mm 角サイズの小片にして用いる。その両面テープに、所定の方法で粉末試料を吸引捕集した PC あるいは MCE のメンブランフィルターを 5~10mm 角の細片にして接着する。
- 3) フィルターや金属板を導電性両面テープで SEM 試料台に貼り付けた場合でも、それらの端にカーボンペースト（SEM 試料の導電処理用として販売されている）を塗って、SEM 試料台との間の導電処理を施す。その後、乾燥（風乾）後、カーボンまたは金、白金パラジウム、オスミウムなどを蒸着して観察標本とする。
- 4) カーボン蒸着はカーボン蒸着装置を用いる。金、白金パラジウムあるいはオスミウムなどの蒸着にはイオンスパッタリング装置を用いる。カーボン蒸着装置およびイオンスパッタリング装置の例を図 7.1 に示す。

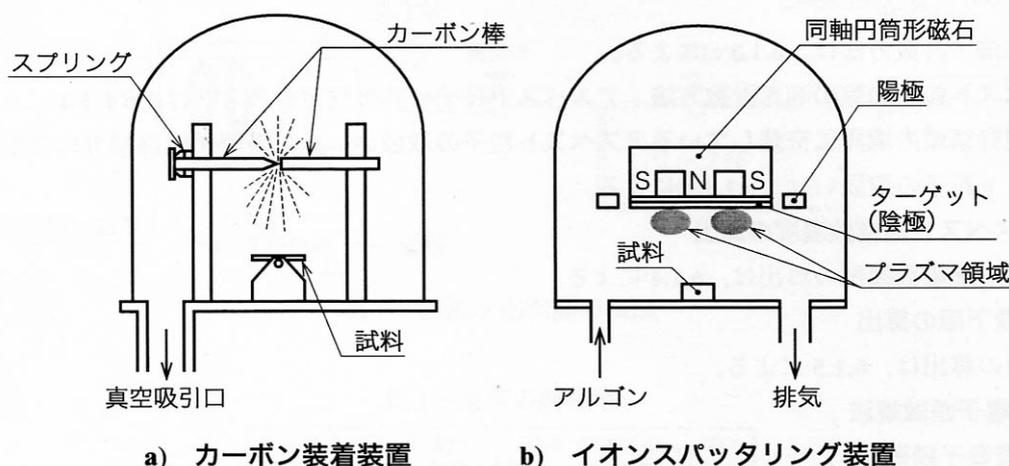


図 7.1 カーボン蒸着装置とイオンスパッタリング装置の例

#### 7.4. 観察と同定分析

モニター画面上の像から繊維形態の粒子を探す。目的の繊維状粒子が見つかったなら、その粒子の EDX 分析を行い、その EDX スペクトルからアスベストであるか否かを判定する。アスベストであればその種類を同定する。

- 1) 観察繊維の決定：ここで繊維とは、アスペクト比 3 以上の粒子をいう。目的に応じてどこまで小さいサイズ（長さと同幅）の繊維を観察し EDX 分析するかを決める。観察下限サイズは、SEM の倍率を上げればかなり細かい繊維（例えば  $0.1\mu\text{m}$  径以下とか）まで観察可能であるが、倍率が高ければ観察視野が狭くなり、観察労力との関係であまり高い倍率は取れない。

①PC で実際に観察している繊維は、幅が普通  $0.2\sim 0.4\mu\text{m}$  程度の繊維である。メンブ

ランフィルター等に載っている繊維から位相差顕微鏡と同等の繊維サイズ（長さ $5\mu\text{m}$ 以上で幅 $0.2\sim 0.4\mu\text{m}$ 以上）を観察する場合、すなわち PC 相当繊維の SEM 観察は、2000 倍から 3000 倍の倍率で行う。使用する SEM 装置で、予め高倍率にして繊維の幅を精度よく計測しておき、そうして幅を計測した繊維の内、幅 $0.2\sim 0.4\mu\text{m}$ の繊維に着目して、倍率をどこまで下げるとモニター画面上で確認できなくなるかを調べておき、観察倍率を決めることが望ましい。

①任意のサイズの繊維を観察する場合、特に①の PC 相当繊維よりもさらに細い繊維を観察する場合、主に繊維幅の下限サイズを大略決めておき、それを観察できる観察倍率を①と同様に予め調べて決める必要がある。

例えば、クリソタイルの場合、その単繊維の直径はほとんどが $0.1\mu\text{m}$ 以下である。 $0.1\mu\text{m}$ 以下のクリソタイル単繊維を観察するためには、一般に 10,000 倍以上の倍率が必要になる。電界放射型 SEM (FE-SEM) ではない通常の SEM では、その観察がかなり難しい。通常の SEM では、クリソタイル繊維束を観察することになる。繊維幅 $0.1\mu\text{m}$ とか $0.2\mu\text{m}$ 以上というように決める。角閃石アスベストの場合は、その多くの繊維幅が $0.1\mu\text{m}$ 以上であるので、 $0.1\mu\text{m}$ 程度を観察下限の繊維幅とすればよい。通常は 5,000 倍から 10,000 倍でこれらのサイズの繊維が観察可能である。

いずれにしても、どこまで細い繊維を観察できるかを予め確認したうえで、その条件で観察できたアスベストの観察・同定を行うことが求められる。

2) アスベストの同定：アスベストの同定は、モニター画面上で観察された繊維の EDX 分析を行い、得られた EDX スペクトルによってアスベストかその他の繊維かを判定する。アスベストの場合には、さらにその種類を同定する。EDX 分析の観察倍率は 2000 倍から 10,000 倍の倍率で、メンブランフィルター等に載っている繊維を確認して、繊維形態を撮影した後、EDX 分析を行う。

EDX 分析は、電子線束を細く絞った電子ビームを繊維上に照射し、発生する特性 X 線を EDX 検出器で受けて EDX スペクトルを得る。アスベストの種類ごとに特徴的な EDX スペクトルを示すので、ほとんどの場合、アスベストの種類と同定はその EDX スペクトルから決定できる。EDX 分析の際、繊維の近傍にある粒子からの特性 X 線が目的の繊維の EDX スペクトルに影響しないように電子線の分析位置を決めるなどの留意が重要である。EDX スペクトルに近傍物質からの影響が考えられた場合、電子ビームの照射位置を変えて EDX 分析をし直す必要がある。

また、建材中に在ったアスベストは、セメントやケイ酸カルシウム物質などに包埋されていたことが多いので、建材から取り出したアスベストがそれらの物質にコーティングされていることがよくある。その場合、セメントの Ca やケイ酸カルシウムの Si や Ca がアスベスト表面に吸着していて、Ca や Si のピークが EDX スペクトルに余分に現れ、標準的な EDX スペクトルと異なるものが得られることがある。分析者は、これらの状況を想定して判定することも求められる。特に後者の場合は、

酸処理等で除去できるので、分析前のギ酸処理等が貢献する。

アスベストの繊維の形態と EDX スペクトルを図 7.2 に示す。

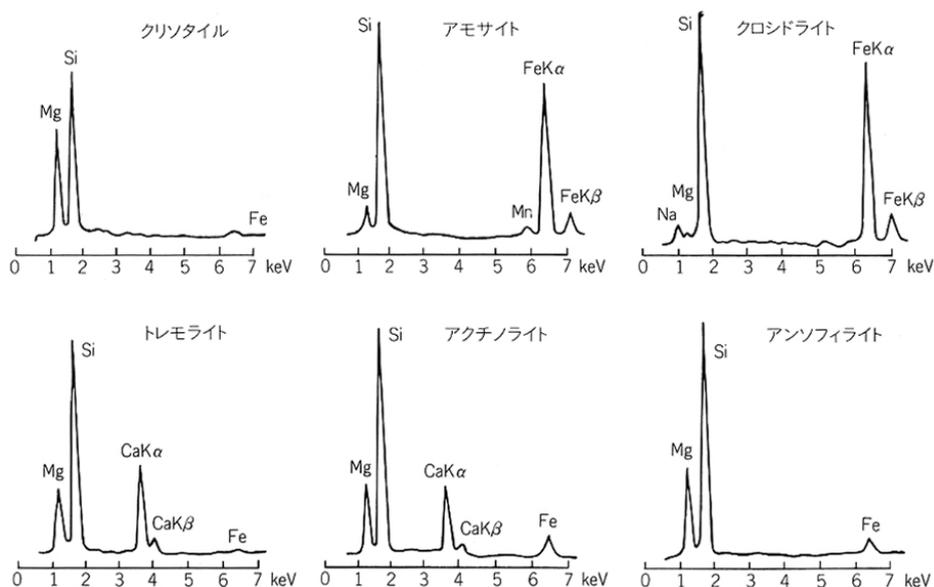


図 7.2 アスベストの EDX スペクトル

PC フィルター上に捕集したクリソタイル、アモサイト、クロシドライトの SEM 像を図 7.3 に示した。クリソタイルは、カールした繊維などの形状からある程度判定できる場合もあるが、アモサイトとクロシドライトは直線的な繊維のみで形態から両者の区別は難しい。

## 7.5. 繊維形態観察と EDX 分析のポイント

ASEM でアスベストの定性分析を行う際の留意すべき点などを次に示す。

- 1) 試料の導電性：導電性が不十分な場合、繊維形態の観察で繊維や尖った粒子等が帯電（チャージアップ）して異常コントラストが出現することがある。試料を作製し直すことが一番であるが、それができない場合は加速電圧を下げ、かつ試料電流値を下げる等の工夫で、帯電量を減らしてコントラストを下げることをする。
- 2) SEM の電子銃：ヘアピン型に成型したタングステンや針状単結晶の LaB<sub>6</sub>（ラブロクとも呼ぶ）を陰極（フィラメント、カソード）に用いた電子銃の場合、電子銃を加熱して電子を放出させる。放出された電子は高電圧（1～30kV）を印加した陽極（アノード）で加速され、電子線束をつくる。電子銃には、この他、電界放射型電子銃（Field Emission (FE) 電子銃）がある。FE 電子銃は、輝度が極めて高い電子線束を生じるので、電子線束を細く絞れて、高分解能 SEM を形成している。EF 電子銃の近傍は極めて高い真空（10<sup>-8</sup>Pa）が必要で、高価な SEM 装置である。なお、分解能は、

輝度と相関しており、電子銃がタングステン、LaB<sub>6</sub>、FE の順に高分解 SEM となっている。

- 3) SEM のレンズ系：集束レンズ（コンデンサーレンズ）は、電子線の電流量を調節するレンズで、このレンズを強くすると焦点距離は短くなり、対物レンズ絞りを通過して対物レンズに到達する電子線量が減少する。対物レンズは、試料に入射する電子線を細く絞り込む最終縮小レンズで、焦点合わせに用いられる。非点補正装置（stigmator）は、電子線束の断面形状を整え歪のない像を得るための補正装置。4 個 1 組の電磁石を 2 組ずらして配置して、2 組の電磁石の電流を加減して断面形状と方向を調整する。走査コイルは、電子線を水平・直角の 2 方向に偏向させて、試料上を走査させるためのもの。走査幅を変えると倍率が変わる。
- 4) SEM の試料ステージ：観察試料を振動やチャージアップ（帯電）から防ぎ安定に保持し、対物レンズとの距離（working distance）・観察位置・方向を選択するための移動（上下・水平方向）・回転・傾斜の各機構を持つ。
- 5) 分析位置：アスベストの EDX 分析には、繊維の分析したい位置に電子線束を止めて一定時間露光するポイント分析が主に行われる。細かいアスベスト繊維上に止めた電子線束が露光中に繊維から外れることが多々ある。その場合、正確な EDX スペクトルが得られないので、注意が必要である。対策としては、使用している SEM 装置の操作に慣れることやポイント分析時のコツを習得することなどが必要である。
- 6) 試料汚染（コンタミネーション）：最近では低真空 SEM 装置も普及しているが、試料室が低真空であるためポイント分析時にコンタミネーションを起こしやすく、EDX スペクトルが不明瞭になることがある。低真空 SEM の EDX 分析には特に注意が必要である。
- 7) 試料破壊（ダメージ）：電子は粒子であるため、高速で電子が照射されると試料にダメージを与える。中でもクリソタイルは比較的電子線照射に弱いので、照射中にクリソタイルが破壊され、元素組成比が変わってしまうことがよくある。必要最小限の弱い電子線照射に抑えて EDX 分析をするなど、不要な電子線束照射をしないように注意する。
- 8) マトリックス物質の影響：アスベストに吸着物質がある時や近傍にマトリックス物質がある時、それらからの特性 X 線が EDX スペクトルに紛れ込むことがある。アスベスト自身の EDX スペクトルなのか、その他の近傍の物質からの特性 X 線が影響しているのか、分析位置を変えて分析し直してチェックすることが必要である。
- 9) 加速電圧：アスベストの EDX 分析は、加速電圧が高い方が明瞭な EDX スペクトルが得られる。SEM-EDX 分析は、15kV より 20kV の方がよい。15kV 以下の低い加速電圧での EDX 分析はできるだけ避ける。

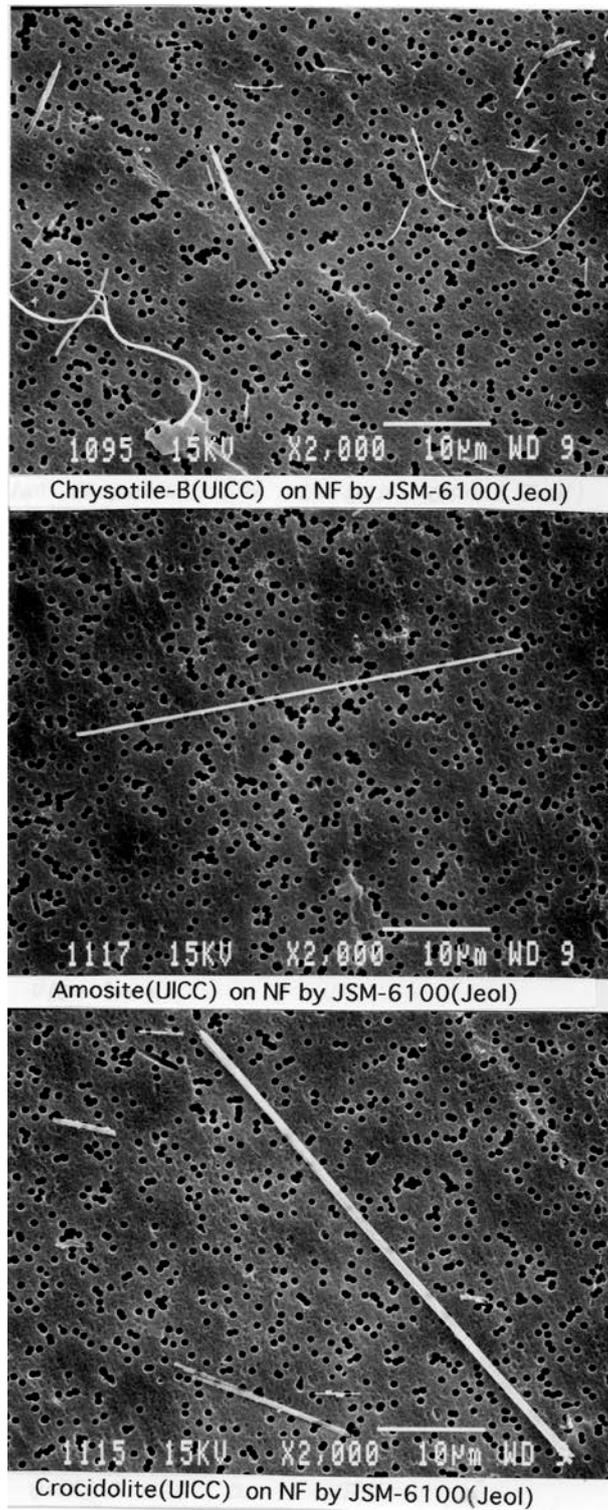


図 7.3 クリソタイル、アモサイト、クロシドライトのSEM画像

第8章. 天然鉱物中の石綿含有率の分析について  
『天然鉱物中の石綿含有率の分析方法の検討結果 報告書』  
(平成18年12月、(社)日本作業環境測定協会)

### 8.1. 背景

労働安全衛生法施行令及び石綿障害予防規則（平成17年7月に施行。それまでは特定化学物質等障害予防規則）においては、これまで1重量%を超えて石綿を含有する製品を規制の対象としており、石綿含有製品と非含有製品とを峻別する方法として1重量%レベルの石綿含有率測定方法が行われてきた。今般、これらの法令が改定され、平成18年9月1日から、規制の対象となる石綿含有製品の石綿の含有率が1重量%から0.1重量%に改められることとなった。

意図的に石綿を0.1重量%を超えて添加したと思われる製品の石綿含有率の分析方法については、平成18年3月にJIS A 1481「建材製品中のアスベスト含有率測定方法」が示されており、一定条件下のもとでは、石綿含有率0.1重量%程度は分析できるものである。しかし、本JIS法においては、天然鉱物の不純物としての石綿分析は適用しないとしている。この理由は、天然鉱物は産地によって各種不純物を含んでいるため、酸等の化学処理も困難な鉱物もあったり、かつ石綿と同様な化学組成、結晶性、屈折率などをもつ鉱物も存在したりする等、石綿として精度よく分析するには、高度な分析技術が必要である。また、国際的にも、天然鉱物中の不純物としての石綿分析については、統一された分析方法は示されていない。

こうした状況で、天然鉱物に石綿が0.1重量%を超えているか否かの判定をする方法の検討を行った。その結果、いくつかの天然鉱物について一定の条件下では、0.1重量%の可否の判定が可能であることがわかったので、その分析方法を以下に示す。

### 8.2. 基本的考え方

工業的に利用されている天然鉱物は様々あるが、この天然鉱物の中に石綿を不純物として含むものもある。さらに、同一名の天然鉱物でも産地によって石綿を不純物として含むものと全く含まないものがある。これらの天然鉱物は各種の石綿と類似の屈折率や粒子形態をもつ多種多様な粒子から構成されており、その中の石綿を偏光顕微鏡や分散染色顕微鏡法で検出して定量的に計数するためには専門的な技術が必要である。一方、分析電子顕微鏡（エネルギー分散型X線検出器を備えた走査型あるいは透過型の電子顕微鏡）では、含有石綿を同定することは可能であるが、現在、バルク試料の微量含有石綿粒子の定量計数方法が確立されていないこと、分析電子顕微鏡そのものが測定機関に普及しておらず分析者の養成も進んでいないことなどから、広く測定機関で用いる判定方法として用いることは難しい。そこで、広く普及しているX線回折分析法と微分熱重量分析法を採用することにした。

### (1) X線回折装置をどうするか

定量手段のX線回折装置はその出力を上げれば、それだけ定量下限値を下げられるので、できるだけ高出力のX線回折装置を使用することが望ましい。しかし、多くの測定機関では普及型X線回折装置を使用している。この普及型X線回折装置を用いた場合、バルク材中の微量結晶相の定量下限値は大略1重量%程度であり、試料の濃縮を行うことにより、大略0.1重量%が可能である。しかし、天然鉱物は、酸による溶解が容易でなく、試料の濃縮が困難なこと、また、繊維状だけでなく板状の粒子も石綿と同様な回折ピークを示すため、石綿のみの0.1重量%の定量は難しい。

しかし、分析機関等の現状からこの普及型X線回折装置を使用して最大限の精度を担保して、労働安全衛生法施行令に定められている条件にできるだけ近づける必要がある。

そのためには、多くの分析機関で使用している普及型X線回折装置を使用することを前提とするが、その装置の設定条件、操作条件を明確にする必要がある。更に、この分析の精度を確保するためには、分析機関の分析技術のレベルアップを図る必要がある。

### (2) 粉末化して産業利用される天然鉱物で石綿含有の可能性のあるもの

現在までに、粉末化して産業利用されている天然鉱物で石綿含有の可能性のあるものとしては、タルク、セピオライト、パーミキュライト、天然ブルーサイト、及び蛇紋岩粉末などがある。これらに含有される可能性のある石綿としては、トレモライト(アクチノライト)とクリソタイルとがある。アモサイトやクロシドライトは、意図して入れない限り、これらの天然鉱物に含有する可能性はないと考えられる。なお、アクチノライトはやや鉄成分の多いトレモライトのことをいい、通常のX線回折分析では区別がつかない。分析電子顕微鏡などではじめて識別できるが、両者を識別しないときは一般にトレモライトと表現されることが多い。

### (3) 0.1重量%を超えているか否かの判別をどのように行うのか

前述(1)で指摘したように、普及型X線回折装置の設定条件、操作条件を明確することにより、回折ピークを検出するだけであれば経験的に1重量%以下の例えば0.5重量%程度の検出は可能である。そこで、0.1重量%を正確に定量することは難しいが、多くの測定機関で同一の測定を行なったとき、一様に回折ピークを検出できる石綿含有率レベルの標準試料を準備する。その標準試料を用いて使用するX線回折装置を適切に調整し、その装置で標準試料を測定したのと同じ測定条件で被検試料を測定して、目的の石綿の回折ピークの有無や回折線強度などを確認することで最終的に鑑別を行なうことを提案する。

具体的には、被検試料の回折線強度が標準試料の回折線強度以下である場合、回折ピークを検出できるか否かの限界の問題や種々の測定誤差、またトレモライト等の場合、そのすべてが石綿ではない（普通、繊維状と非繊維状の粒子のトレモライトとが共存しており、そのうち繊維状のみが石綿である）ことなどを考慮して、被検試料の石綿は0.1重量%を超えていないと判断する。なお、一般にタルクやバーミキュライトなどの天然鉱物においては、弱酸溶液等で処理して含有アスベストのみを濃縮することは難しいので（ただし、ブルーサイトは可能）、濃縮操作による定量下限値の向上は期待できない。

#### （４）分析用標準試料はどうするか

X線回折分析でタルク試料中の石綿回折ピークを検出できるか否かを調査した過去の結果では、多くの測定機関が確認できる含有率レベルとしてトレモライトの場合0.5重量%、クリソタイルの場合0.8重量%であった（ベビーパウダーに用いられるタルク中のアスベスト試験法：厚生省暫定法）。それより低濃度になると回折ピークを検出できる分析機関とできないところとに大きくばらつく。また、バーミキュライトはタルクとほぼ同じX線吸収係数をもつので、回折ピークの検出レベルはバーミキュライトにおいてもタルクと同様な状況と判断できる。

そこで、タルク試料とバーミキュライト試料の中のトレモライトとクリソタイルの判定には、以前のベビーパウダー中の石綿分析の方法と同じく、① 純粋タルク又は純粋バーミキュライトに0.5重量%のトレモライトを含有させた標準試料、および② 純粋タルク又は純粋バーミキュライトに0.8重量%のクリソタイルを含有させた標準試料、をそれぞれ用いて行う。

セピオライトについては、その中に混入しているトレモライトの8重量%が繊維状を呈しており、92重量%のトレモライトは繊維状ではないという研究論文があることから、その点を考慮して、純粋セピオライトに2重量%のトレモライトを含有させた標準試料を準備し、それを用いて被検試料中のトレモライト石綿を0.1重量%以上か否かを管理するものである。

ブルーサイトは、弱酸（例えばギ酸やクエン酸、希塩酸）で容易に溶解するので、クエン酸処理でブルーサイトを消去し、その残渣についてX線回折分析と微分熱重量分析（DTG分析）を行い、石綿の含有判定を行う。ブルーサイトには蛇紋石としてリザルダイトが混合することが多い。X線回折分析ではリザルダイトの含有は分かるが、その中にクリソタイルが含有しているか否かの判定が難しいので、DTG分析も合わせて行って、リザルダイトとクリソタイルの定性分析と含有率の判定を行う。したがって、ブルーサイトの標準試料は準備せず、測定方法のみを示す。

### 8.3. 結論

一般にタルクやバーミキュライトなどの天然鉱物においては、酸処理などによる前処理が困難な鉱物から構成される場合が多いので、JIS A 1481 に示されているように、弱酸溶液等で、分析目的の石綿以外のものを処理して濃縮することは難しい。さらに、これらの天然鉱物に含まれる不純物としての石綿を X 線回折装置を使用して定量分析する場合、石綿でないにもかかわらず、あたかも石綿として分析されるおそれもある。そこで、これらのことを勘案し、分析用標準試料として、

①純粋タルクまたは純粋バーミキュライトに 0.5 重量%のトレモライトを含有させたもの、

②純粋タルクまたは純粋バーミキュライトに 0.8 重量%のクリソタイルを含有させたもの、

③純粋セピオライトに、2 重量%のトレモライトを含有させたもの

を用い、石綿が 0.1 重量%を超えているか否かの判定をすることとした。

また、天然ブルーサイトについては、標準試料を用いず、X 線回折分析と微分熱重量分析 (DTG 分析) を行ない、石綿が 0.1 重量%を超えているか否かの判定をすることとした。

なお、ここで示す分析方法については、分析機関において広く普及している X 線回折分析法と微分熱重量分析法を用い、天然鉱物に石綿が 0.1 重量%を超えて含有しているか否かの判定をするものであるが、他の妥当な分析方法等により、石綿をその重量の 0.1% を超えて含有してないことが適切に判断できる場合には、その結果を用いても差し支えないと考える。

## 8.4. 天然鉱物中の石綿含有率の分析方法

### 8.4.1. 適用範囲

工業的に利用されている天然鉱物の中には、石綿を不純物として含有するおそれのあるものがあるが、JIS A 1481「建材製品中のアスベスト含有率測定方法」では、石綿を不純物として含有するおそれのある天然鉱物等は適用範囲から除かれている。

本分析方法は、これらの天然鉱物のうち粉状のタルク、セピオライト、パーミキュライト（焼成品を含む。）および天然ブルーサイト（軽焼マグネシウム及び重焼マグネシウムを含む。）について、石綿をその重量の0.1%を超えて含有しているか否かの判定を行う場合において適用するものである。

なお、これら天然鉱物に含有するおそれのある石綿の種類としては、トレモライトおよびクリソタイルがある。

#### 【解説】

1. JIS A 1481において、石綿を不純物として含有するおそれのある天然鉱物及びこれらを原料した製品を適用範囲から除いた理由は、天然鉱物中の不純物には、石綿に加え、弱酸処理で溶けないものが多く含まれ、かつ石綿でないにもかかわらず石綿と同様な回折線強度を示すものが多くあるため、濃縮して精度よく0.1質量%を定量することが困難であることによる。
2. ここに示された天然鉱物以外にも、石綿を不純物として含有する可能性のある天然鉱物も存在するが、十分な知見が得られるまでの当分の間、これらの天然鉱物のみを対象としたこと。
3. パーミキュライト等については、石綿鉱物を含有する場合、焼成が十分でないときなどは、必ずしも分解温度に達していない石綿鉱物の含有の可能性があることから、その焼成品も対象としたこと。なお、焼成前に分析を行い、石綿をその重量の0.1%を超えて含有しないと判断されたものは、必ずしも焼成後に分析を行なう必要はないこと。
4. 粉状の天然鉱物としたのは、繊維状を呈していない塊状の岩石は石綿等に該当しないが、これを微細に粉砕することにより繊維状を呈するクリソタイル等が発生し、その含有率が微細に粉砕された岩石の重量の0.1%を超えた場合は、石綿等に該当するためである。
5. 天然鉱物を粉砕した場合であっても、繊維状を呈するクリソタイル等がその重量の0.1%を超えて含有していないことを適切な分析等による方法により確認できれば、石綿等には該当しない（適用範囲にはならない）。

#### 8.4.2. 試料の採取・調製方法

試料の採取に当たっては、本分析方法が適用される天然鉱物が粉状で輸入される場合はその単位ごとに、また、塊状で輸入され、国内で塊状を粉砕して使用する場合はその塊状を粉砕する単位ごとに、同一ロットから1サンプル当たり10g程度で、3サンプル以上採取する。

採取した試料はそれぞれ目開き75 $\mu$ m以下の篩下に調製し、各試料ごとに分析する。

##### 【解説】

1. 適用範囲における天然鉱物が塊状の状態での輸入され、塊状の状態での使用の場合は、たとえクリソタイル等がその成分として0.1重量%を超えて含有していたとしても、労働安全衛生法（以下「法」という。）第55条（製造等の禁止）の適用対象にならないが、塊状の状態の物を国内で粉砕して粉状の状態にするときに、又は粉状の状態での輸入するときに、繊維状を呈するクリソタイル等が0.1重量%を超えて含有している物については、法第55条に基づき、輸入、製造等が禁止となる。

そこで、法第55条の対象となる天然鉱物か否かを判断するためには、試料の採取が必要となる。

(1) 粉状で輸入される場合 輸入段階において、試料を採取する。

この試料採取については、同一鉱山からの産出物であることが前提となって定められているので、鉱山が異なる場合は、そのごとに試料を採取する必要がある。

なお、試料採取は、原則として船単位等でランダムに抽出して行う必要があるが、同一鉱山から産出するもの、かつ、その成分の変動の可能性が少ないと判断されるものについては、それらを考慮し、適切な頻度で行えば、必ずしも船単位等で行う必要はないと考える。

(2) 塊状で輸入される場合 輸入段階において、試料を採取する必要はない。ただし、これを粉砕して粉状にすることが想定される場合は、粉砕後に0.1重量%を超えることが明らかになれば、粉砕した物の使用等はできなくなるため、上記(1)と同様の取扱いとすることが望ましい。

(3) 塊状の物を粉砕して、粉状にする場合 試料の採取単位を、粉砕する事業所に搬入された塊状の物を粉砕する単位ごとにした理由は、搬入された塊状の物が上記(1)に示された鉱山が異なることも想定しているためである。よって、鉱山が同一であれば、事業所に搬入された塊状の物が同一ロットとなる。

なお、上記(2)の但し書きによる試料の採取を行い、分析を行った結果、0.1重量%以下であると判定されているものについては、試料採取の必要はない。

2. 試料の採取量、試料の粒度は、通常、遊離けい酸含有率の分析で行うX線回折分析における定性/定量分析の考え方に沿って設定した。

### 8.4.3. 天然鉱物中の石綿含有率の分析方法

#### 8.4.3.1. タルク中の石綿含有率の分析方法

本法は、タルク中の石綿を X 線回折法を利用してその含有率を判定するものである。本法の対象とする石綿は、トレモライト及びクリソタイルである。普及型 X 線回折分析による検出限界は、概ねトレモライト 0.5 重量%、クリソタイル 0.8 重量%である。検出限界は、装置や試料の状態（マトリックス物質の X 線吸収係数の大小、均質性、粒径、粒子配向等）、分析技術等によって異なるが、これ以下のレベルでは再現性が乏しい。方法は、まず検出限界付近の標準試料を用いて標準試料中のトレモライトとクリソタイルの回折線を確実に検出できるように装置の較正を行い、かつ測定条件を選定する。

次に、被検試料の当該回折線強度を標準試料と同一測定条件で求め、被検試料の示す回折線の強度を標準試料の石綿の回折線の強度と比較して、それ以下であることを確認する。

#### (1) X 線回折装置

普及型 X 線回折装置を使用するが、以下の点に留意する必要がある。タルク中の石綿の検出については、微量の石綿を対象とすることから、X 線回折装置の選択と機器の精密な調整が重要である。

X 線回折装置の選択には、指定された測定条件又はそれ以上の条件が選べるもので安定した X 線強度が保持でき、標準試料中の石綿の回折線を十分に明瞭なピークとして記録できるものを選ぶことが必要である。機器の調整、特にゴニオメーターの調整が不十分な場合は、回折線の誤認や回折線強度の減少が生じ、正確な判定が困難となる。その影響は回折角が低角度ほど大きいので、本試験で回折角 ( $2\theta$ )  $10.4^\circ$  のトレモライトや  $12.1^\circ$  のクリソタイルの回折線の強度測定には十分な注意が必要である。

#### (2) 石綿含有タルク標準試料

トレモライト 25.0mg をタルク 4.975g によく混和させた粉末試料をトレモライト含有タルク標準試料とする。クリソタイル 40.0mg をタルク 4.960g によく混和させた粉末試料をクリソタイル含有標準試料とする。

#### (3) 分析操作

ア X 線回折装置の測定条件 測定範囲 ( $2\theta$ ) :

トレモライト  $10.0-11.0^\circ$

クリソタイル  $11.0-13.0^\circ$  または  $23.0-26.0^\circ$  管電圧、および

電流 : 40kV、30mA またはそれ以上で測定する。

対陰極 : Cu

単色化 : グラファイトモノクロメーターまたは Ni フィルター

検出器：シンチレーションカウンター、プロポーションナルカウンター、  
ガイガーカウンター、半導体検出器等

スリット系：受光スリット 0.3mm または 0.2mm

発散スリット 1°

散乱スリット 1°

ゴニオメーター走査速度：毎分 1/8° またはそれ以下

時定数：適時定数を用いる。

チャートのフルスケール：回折線の強度測定はバックグラウンドを差し引いた正味のピーク面積を求める。記録チャートには回折線がピークとして確認できるような適切なフルスケールを選ぶこと。

- イ 測定法 X線回折装置の測定条件を適切なものに設定する。トレモライト含有タルク標準試料とクリソタイル含有タルク標準試料をそれぞれ試料保持板に固く詰め、X線回折装置のゴニオメーターに装着する。トレモライト含有タルク標準試料を回折角（ $2\theta$ ）10.0–11.0°（回折ピーク位置 10.4° 付近）、クリソタイル含有タルク標準試料を回折角（ $2\theta$ ）11.0–13.0°（回折ピーク位置 12.1° 付近）又は 23.0–26.0°（回折ピーク位置 24.3° 付近）の範囲で測定し、回折線強度（面積）を記録する。これらの標準試料を試料保持板に詰め直して、3回繰返し測定して、再現性のある回折線の強度（面積）が明らかに認められることを確認したうえで、それらの平均強度（面積）を記録する。

次に、被検試料の測定を同様に行う。試料を詰め直して3回繰返し測定する。このとき、トレモライトは10.4°の回折線、クリソタイルは12.1°または24.3°の回折線が認められるか否かを確認する。回折線が認められた場合は3回の平均強度（面積）が各々標準試料の当該回折線強度（面積）以下か否かを確認する。

- ウ 判定方法 上記イの測定の結果、回折線が認められない場合または標準試料の当該回折線強度以下である場合は0.1重量%を超えていないと判定される。

#### （4）分析上の留意点

タルクに共存しやすい鉱物として、緑泥石（クロライト）、方解石（カルサイト）、苦灰岩（ドロマイト）、マグネサイト、石英（クォーツ）等がある。石綿含有の判定には、まず試料タルクの定性分析を行い、石綿以外の共存物質の回折線が重なっていないか十分に調べておくことが重要である。トレモライトの10.4°の回折線には上記の鉱物の回折線は重ならないが、クリソタイルの12.1°と24.3°の回折線の付近には緑泥石の回折線が出現（各々12.5°と25.0°付近に出現）することがあることから、これらの回折線の重なりを十分注意する必要がある。

X線回折分析によりトレモライトを検出した場合、それが石綿かどうか決定するには、

さらに分析電子顕微鏡を用いて粒子形状や化学組成を確認することが必要である。しかし、現在、分析電子顕微鏡が普及していないことや分析電子顕微鏡による定量計数法が確立していないことなどから、本法ではX線回折分析によりトレモライトに相当する回折線の検出をもって石綿としている。

#### 【参考文献】

- 1) ベビーパウダーの品質確保について、繊維状物質測定マニュアル付録；(社)日本作業環境測定協会
- 2) 神山宣彦、森永謙二(1987) ベビーパウダー中のアスベスト、医学の歩み Vol. 147、No.1、47-48.

#### 8.4.3.2. セピオライト中の石綿含有率の分析方法

本法は、セピオライト中の石綿含有率をX線回折法により判定するものである。本法の対象とする石綿は、トレモライトである。本法は、まず標準試料を用いて標準試料中のトレモライトの回折線を確実に検出できるように装置の較正を行ない、かつ測定条件を選定する。次に、被検試料の当該回折線強度を標準試料と同一測定条件で求め、被検試料の示す回折線の強度を標準試料のアスベストの回折線の強度と比較して、それ以下であることを確認する。

##### (1) X線回折分析装置

普及型X線回折装置を使用するが、以下の点に留意する必要がある。セピオライト中のトレモライトの検出については、微量のトレモライトを対象とすることから、X線回折装置の選択と機器の精密な調整が重要である。

X線回折装置の選択には、指定された測定条件又はそれ以上の条件が選べるもので安定したX線強度が保持でき、標準試料中のトレモライトの回折線を十分に明瞭なピークとして記録できるものを選ぶことが必要である。機器の調整、特にゴニオメーターの調整が不十分な場合は、回折線の誤認や回折線強度の減少が生じ、正確な判定が困難となる。その影響は回折角が低角度ほど大きいので、本試験で回折角(2θ)10.4°のトレモライトの回折線の強度測定には十分な注意が必要である。

##### (2) トレモライト含有セピオライト標準試料

トレモライト100.0mgをセピオライト4.900gによく混和させた粉末試料をトレモライト含有セピオライト標準試料とする。

##### (3) 分析操作

ア X線回折装置の測定条件 測定範囲(2θ)：

トレモライト 10.0–11.0°

管電圧および電流：40kV、30mA またはそれ以上で測定する。

対陰極：Cu

単色化：グラファイトモノクロメーターまたは Ni フィルター

検出器：シンチレーションカウンター、プロポーショナルカウンター、  
ガイガーカウンター、半導体検出器等

スリット系：受光スリット 0.3mm または 0.2mm

発散スリット 1°

散乱スリット 1°

ゴニオメーター走査速度：毎分 1/8° またはそれ以下

時定数：最適時定数を用いる。

チャートのフルスケール：回折線の強度測定はバックグラウンドを差し引いた正味のピーク面積を求める。記録チャートには回折線がピークとして確認できるような適切なフルスケールを選ぶこと。

- イ 測定法 X線回折装置の測定条件を適切なものに設定する。トレモライト含有セピオライト標準試料を試料保持板に固く詰め、X線回折装置のゴニオメーターに装着する。この標準試料を回折角 ( $2\theta$ ) 10.0–11.0° (回折ピーク位置 10.4° 付近) の範囲で測定し、回折線強度 (面積) を記録する。

この標準試料を試料保持板に詰めたものは、詰め直すと試料の配向効果などで強度の変化が起きるので、別々の試料保持板に詰めたもの 3 個を用意し、それらを測定して、再現性のある回折線の強度 (面積) が明らかに認められることを確認したうえで、それらの平均強度 (面積) を記録する。

次に、被検試料の測定を同様に行う。この際、別々の試料保持板に詰めた測定試料 3 個を用意する、または被検粉末試料から 3 回試料を採取し、試料保持板に詰め直すことにより、3 回測定する。このとき、トレモライトの 10.4° の回折線が認められるか否かを確認し、回折線が認められた場合は 3 回の平均強度 (面積) が標準試料の当該回折線強度 (面積) 以下か否かを確認する。

- ウ 判定方法 上記イの測定の結果、回折線が認められない場合あるいは標準試料の当該回折線強度以下である場合は 0.1 重量%を超えていないと判定される。

#### (4) 分析上の留意点

セピオライトに共存しやすい鉱物として、方解石 (カルサイト)、苦灰岩 (ドロマイト)、マグネサイト、石英 (クォーツ) 等がある。トレモライト含有の判定には、まず試料の定性分析を行い、トレモライト以外の共存物質の回折線が重なっていないか十分に調べておくことが重要である。一般に、トレモライトの 10.4° の回折線には上記の

鉱物の回折線は重ならないが、定性分析は重要である。

X線回折分析によりトレモライトを検出した場合、それが石綿かどうか決定するには、さらに分析電子顕微鏡を用いて粒子形状や化学組成を確認することが必要である。しかし現在、分析電子顕微鏡が普及していないことや分析電子顕微鏡による定量計数法が確立していないことなどから、本法では次のようにしてトレモライトを判定している。セピオライト中のトレモライトの粒子形状を調べて、繊維状と非繊維状の粒子割合とそのサイズから繊維状粒子の重量%を求めた研究論文がある。それによると、トレモライト粒子の中で繊維状を呈しているのは全トレモライト粒子の約8重量%であるとしている。本法では、検出されたトレモライトの約8重量%が繊維状トレモライトであるということと、低濃度領域の誤差の大きさを考慮して、セピオライト中に2重量%相当のトレモライトを含有する標準試料のトレモライト回折線強度より被検試料のトレモライト回折線強度が低い場合、被検試料中のトレモライト石綿は0.1重量%を超えていないと判定するものである。

#### 【参考文献】

- 1) 茅原信暁他：長繊維セピオライト中の繊維状トレモライトの定量方法、Vol43、No.4 粘土科学、2004年
- 2) 増子貴他：長繊維セピオライト中のトレモライトのX線回折法による定量、Vol43、No.4 粘土科学、2004年

#### 8.4.3.3. バーミキュライト中の石綿含有率の分析方法

本法は、X線回折法を利用してバーミキュライト中の石綿の含有率を判定するものである。バーミキュライトは、その産地によりトレモライトやクリソタイルの石綿を含有することがある。バーミキュライトの約12.4°の回折線がクリソタイルの12.1°の回折線と重なり合う。また、バーミキュライトはその構造層間に水和したマグネシウム層をもつが、一般にバーミキュライトとされる鉱産物の多くは、構造層間にカリウムを比較的多く持ついわゆるハイドロバイオタイトを含むことが多い。そのハイドロバイオタイトの約10.5°の回折線がトレモライトの10.4°の回折線と重なり合うことがある。また、酸処理法や低温灰化法などの方法では、バーミキュライトやハイドロバイオタイトは分解しにくく、濃縮・定量は容易でない。こうした理由から、原鉱を単に粉末X線回折測定した場合は、石綿の含有を誤認したり、あるいは過剰量に評価したりしやすい。

そのため、本法は簡易な試料前処理を施した試料についてX線回折分析を行ない、その結果から石綿含有を判定するものである。普及型X線回折分析による検出限界は、概ねトレモライト0.5重量%、クリソタイル0.8重量%である。検出限界は、装置や試料の状態（マトリックス物質のX線吸収係数の大小、均質性、粒径、粒子配向等）、分析技術等によって異なるが、これ以下のレベルでは再現性が乏しい。方法は、まず検出

限界付近の石綿を含有する標準試料に所定の前処理を施し、その前処理を施した標準試料中のトレモライトとクリソタイルの回折線を確実に検出できるように装置の較正を行い、かつ最適な測定条件を選定する。次に、被検試料にも同じ前処理を施し、その試料の当該回折線強度を標準試料と同一測定条件で求め、被検試料の示す回折線の強度を標準試料の石綿の回折線の強度とを比較して、それ以下であることを確認する。

#### (1) X線回折分析装置

バーミキュライト中の石綿の検出については、微量の石綿を対象とすることから、X線回折装置の選択と機器の精密な調整が重要である。

X線回折装置の選択には、指定された測定条件かそれ以上の条件が選べるもので安定したX線強度が保持でき、標準試料中の石綿の回折線を十分に明瞭なピークとして記録できるものを選ぶことが必要である。機器の調整、特にゴニオメーターの調整が不十分な場合は、回折線の誤認や回折線強度の減少が生じ、正確な判定が困難となる。その影響は回折角が低角度ほど大きいので、本試験で $10.4^{\circ}$ のトレモライトや $12.1^{\circ}$ のクリソタイルの回折線の強度測定には十分な注意が必要である。

#### (2) 石綿含有バーミキュライト標準試料

トレモライト 25.0mg をバーミキュライト 4.975g によく混和させた粉末試料をトレモライト含有バーミキュライト標準試料とする。クリソタイル 40.0mg をバーミキュライト 4.960g によく混和させた粉末試料をクリソタイル含有バーミキュライト標準試料とする。

#### (3) 分析操作

ア 試料の前処理 以下の①カリウム溶液処理または②加熱処理のいずれの処理を施す。

##### ①カリウム溶液処理

トレモライト含有バーミキュライト標準試料とクリソタイル含有バーミキュライト標準試料各々1.0g を1モルの塩化カリウム水溶液 100mL 中によく分散させ、 $70^{\circ}\text{C}$  から  $80^{\circ}\text{C}$  の温度で1時間以上放置して層間イオンを十分にカリウムイオンに置換する。処理物は、遠心分離機で遠沈させ、上清みを棄却する。その沈殿物に蒸留水を加えて攪拌し、再度遠沈させる。この操作を3回繰り返し沈殿物を良く洗浄する。洗浄後の沈殿物を、 $100^{\circ}\text{C}$  の乾燥機中またはシリカゲルデシケーター中で十分に乾燥させる。被検試料も上記と同様なカリウム溶液による前処理を施す。

##### ②加熱処理

トレモライト含有バーミキュライト標準試料とクリソタイル含有バーミキュライ

ト標準試料各々1.0gを、加熱炉中にて  $350 \pm 10^\circ\text{C}$  で1時間以上加熱処理する。加熱処理物はデシケーター中にて放冷し、室温になったら直ぐにX線回折測定に供する。

被検試料も上記と同様な加熱処理を施す。

※加熱処理の場合、バーミキュライトに含まれるハイドロバイオタイトについて復水の関係で、a) バーミキュライトとクリソタイルおよびトレモライトのピークが分離できないことがある、b) 加熱処理から、X線回折測定終了まで連続して乾燥状態を保つ、c) 試料高温（試料を所定温度に保持したまま測定できる）機能付のX線回折分析装置を用いるなどの注意と手法を要する分析方法である。

イ X線回折装置の測定条件 測定範囲 ( $2\theta$ ) :

トレモライト  $10.0 - 11.0^\circ$

クリソタイル  $11.0 - 13.0^\circ$  または  $23.0 - 26.0^\circ$

管電圧及び電流 : 40kV、30mA またはそれ以上で測定する。

対陰極 : Cu

単色化 : グラファイトモノクロメーターまたは Ni フィルター

検出器 : シンチレーションカウンター、プロポーションナルカウンター

ガイガーカウンター、半導体検出器等

スリット系 : 受光スリット 0.3mm または 0.2mm

発散スリット  $1^\circ$

散乱スリット  $1^\circ$

ゴニオメーター走査速度 : 毎分  $1/8^\circ$  又はそれ以下

時定数 : 最適時定数を用いる。

チャートのフルスケール : 回折線の強度測定はバックグラウンドを差し引いた正味のピーク面積を求める。記録チャートには回折線がピークとして確認できるような適切なフルスケールを選ぶこと。

ウ 測定法 X線回折装置の測定条件を適切なものに設定する。前処理を施したトレモライト含有バーミキュライト標準試料とクリソタイル含有バーミキュライト標準試料をそれぞれ試料保持板に固く詰め、X線回折装置のゴニオメーターに装着する。トレモライト含有バーミキュライト標準試料を回折角 ( $2\theta$ )  $10.0 - 11.0^\circ$  (回折ピーク位置  $10.4^\circ$  付近)、クリソタイル含有バーミキュライト標準試料を回折角 ( $2\theta$ )  $11.0 - 13.0^\circ$  (回折ピーク位置  $12.1^\circ$  付近) または  $23.0 - 26.0^\circ$  (回折ピーク位置  $24.3^\circ$  付近) の範囲を測定する。それらの回折線強度 (面積) を記録する。これらの標準試料を試料保持板に詰め直して、3回繰返し測定して、再現性のある回折線の強度 (面積) が明らかに認められることを確

認したうえで、それらの平均強度（面積）を記録する。

次にカリウム溶液処理または 350℃加熱処理を施した被検試料の測定を同様に行なう。試料を詰め直して3回繰り返し測定する。このとき、トレモライトは、10.4°の回折線、クリソタイルは12.1°または24.3°の回折線が認められるか否かを確認する。回折線が認められた場合は3回の平均強度（面積）が各々標準試料の当該回折線強度（面積）以下か否かを確認する。

エ 判定方法 上記ウの測定の結果、回折線が認められない場合あるいは標準試料の当該回折線強度以下である場合は0.1重量%を超えていないと判定される。

#### （4）分析上の留意点

バーミキュライトに共存しやすい鉱物として、緑泥石（クロライト）、金雲母（フロゴパイト）、黒雲母（バイオタイト）、方解石（カルサイト）、苦灰岩（ドロマイト）、マグネサイト、石英（クオーツ）等がある。石綿含有の判定には、まず被検試料（バーミキュライト）の定性分析を行い、石綿以外の共存物質の存在を十分に調べておくことが重要である。その上で、カリウム処理あるいは加熱処理を施した試料のバーミキュライトの回折線がトレモライトの10.4°の回折線とクリソタイルの12.1°と24.3°の回折線に重ならないか十分に検討する。緑泥石が含有されている場合は、その回折線が12.5°と25.0°付近に出現することから、クリソタイルの回折線との重なりを十分注意する必要がある。

X線回折分析によりトレモライトを検出した場合、それが石綿かどうか決定するには、さらに分析電子顕微鏡を用いて粒子形状や化学組成を確認することが必要である。しかし、現在、分析電子顕微鏡が普及していないことや分析電子顕微鏡による定量計数法が確立していないことなどから、本法ではX線回折分析によりトレモライトに相当する回折線の検出をもって石綿としている。

#### 【参考文献】

山崎淳司他：作業環境 Vol.28 No.3 2007年

#### 8.4.3.4. 天然ブルーサイト中の石綿含有率の分析方法

天然ブルーサイト中には、クリソタイルが含まれていることが指摘されており、その含有の有無を判断するための方法が求められている。

天然ブルーサイトは、不純分として緑泥石（クロライト）、マグネサイト、ドロマイト、蛇紋石（サーペンティン）等を含有するため、X線回折法での含有率の定量は困難である。また、微分熱重量分析法（DTG法）においてもクリソタイルと減量温度が近接する共存鉱物（リザルダイト、クロライト、マグネサイト、ドロマイト等）の影響によ

リクソタイトルの定量を困難にしている。そこで、ブルーサイトに関しては、酸処理を行うことでブルーサイトを溶解し、溶解残さ中に不純物として存在するクソ タイルを X 線回折法及び微分熱重量法 (DTG 法) を用い、その存在の有無を確認することで、天然ブルーサイト中のクソタイトルの含有の有無の判断をする。

#### (1) 分析用試料の作製方法

X 線回折法及び DTG 法に用いるための試料は次の様な手順で作製する。

- ア ブルーサイトを乳鉢等を用いて粉碎する。
- イ 粉末化したブルーサイト試料約 5g を 20%クエン酸 200mL の入っているビーカーに加え、約 1 時間攪拌してブルーサイト試料を溶解させる。
- ウ 溶解終了後、メンブランフィルター (ポアサイズ 1  $\mu$ m) にて溶解残さを回収する。その後、溶解残さ試料を 105°C で 2 時間乾燥後、溶解残さ分析用試料とする。

#### (2) 分析方法

- ア X 線回折装置の測定条件を適切な条件に設定する。溶解残さ分析用試料を試料保持板に詰め、X 線回折装置のゴニオメーターに装着した後、定性分析を行い、クソタイトルの存在を示す回折角 ( $2\theta$ ) 12.1° または 24.3° の回折線の有無を確認する。
- イ 次に、熱分析装置の測定条件を適切な条件に設定する。溶解残さ分析用試料約 20mg を微分熱重量分析装置を用いて定性分析を行い、DTG 曲線にクソタイトルの存在を示すピークの有無を確認する。
- ウ X 線回折装置と微分熱重量分析装置の測定条件

##### ① X 線回折装置による測定条件の例

測定範囲 ( $2\theta$ ) : クソタイトル 11.0–13.0° または 23.0–26.0°

管電圧及び電流 : 40kV、30mA またはそれ以上で測定する。

対陰極 : Cu

単色化 : グラファイトモノクロメーターまたは Ni フィルター

検出器 : シンチレーションカウンター、プロポーショナルカウンター、  
ガイガーカウンター、半導体検出器等

スリット系 : 受光スリット 0.3mm または 0.2mm

発散スリット 1°

散乱スリット 1°

ゴニオメーター走査速度 : 毎分 1/8° またはそれ以下

時定数 : 最適時定数を用いる。

##### ② 微分熱重量分析装置の測定条件

試料量 : 約 20mg

温度：室温～1000℃

昇温：20℃/min

試料周りの雰囲気：静止空気

基準物質： $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> を 20mg

測定項目：DTG（微分熱重量）

### （3）判定方法

- ア X線回折法による定性分析の結果、クリソタイルのピークが確認できなく、かつ、DTG法においてもクリソタイルのピークが確認できない場合は、ブルーサイト試料中には0.1重量%を超えて石綿を含有していないと判定される。
- イ X線回折法及びDTG法のいずれかの方法並びに両方法においてにクリソタイルの存在を示すピークが認められた場合、0.1重量%を超えて石綿を含有していると判定される。

#### 【解説】

1. 被検試料をクエン酸にて前処理した後、所定のX線定性分析条件下でX線回折装置による定性分析を行ない、クリソタイルの存在を示す回折線が確認できない場合は、さらに、所定の条件でDTGに定性分析を行うものであること。
2. なお、X線回折法による定性分析の結果、12.1° または 24.3° のピークが確認された場合において、DTG法でクリソタイルのピークが確認できず、リザルダイトあるいはアンチゴライトのピークが確認された場合は、X線回折法におけるリザルダイトあるいはアンチゴライト、もしくは存在の確認されたその他の挟雑物のピークと重複しないクリソタイル特有のピークが確認できなければ、0.1重量%を超えて石綿を含有していないと判定されること。

## 第9章. 分析結果の信頼性を確保するための分析機関としての望ましい組織体制

分析結果の信頼性を確保するための分析機関としての望ましい組織体制について定められたものとしては、国際標準化機構（ISO）と国際電気標準会議（IEC）が共同で制定した国際規格である ISO/IEC17025 がある。ISO/IEC17025 は、試験所・校正機関に適用される国際規格であり、試験所や校正機関の試験・校正結果の品質保証を行うためのルールが定められており、世界中の認定機関が試験所・校正機関の認定基準として利用している。これらを参考にしたものとして、国内では、「水道水質検査優良試験所規範（2009）（社団法人日本水道協会）において、水質試験結果の信頼性を確保するための組織体制等が示されている。また ISO/IEC17025 以外では「環境計量証明事業登録手引き」や「登録検査機関における水質検査の業務管理要領の策定について（厚生労働省健康局水道課長通達（平成24年9月21日）等）等で参考となる指標が示されていることから、それらを参考に望ましい管理体制を次のとおり検討した。

表 9.1 に ISO/IEC17025 の要求事項を示した。ISO/IEC17025 では表 9.1 に示す 25 項目について審査を行うことになるが、ここでは、この中から、石綿含有建材の分析結果の信頼性を確保するために必要と思われる項目について要求事項を示した。

なお、この章は、分析機関の信頼性保証のための認証基準等を作成する目的で作成したのではなく、信頼性保証のための考え方のみを示すものである。このため、具体的な取組に関しては、分析機関それぞれにおいて、その状況に応じて取り組んでいただきたい。また、現状では、この章で述べる事項をすべて満たさなければ分析結果の信頼性が確保される分析機関ではないと言い切れるものではないが、アスベスト分析結果の信頼性向上のために、対応可能な部分から順次導入することが望ましいと考える。

また、分析機関の信頼性保証に関しては、本章に基づく自主的な取組にとどまらず、海外の既存の分析認証制度（米国の NVLAP 等）や国内の複数の認証機関で行われている上述の ISO/IEC17025 の認証制度の利用等、第三者の認定を受けることが考えられる。

表 9.1 ISO/IEC17025 の要求事項の例

<p>1. 管理上の要求事項</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>(1) 組織</li> <li>(2) マネジメントシステム</li> <li>(3) 文書管理</li> <li>(4) 依頼、見積仕様書及び契約書の確認</li> <li>(5) 試験所及び校正の下請負契約</li> <li>(6) サービス及び供給品の購買</li> <li>(7) 顧客へのサービス</li> <li>(8) 苦情</li> <li>(9) 不適合の試験・校正業務の管理</li> <li>(10) 改善</li> <li>(11) 是正処置</li> <li>(12) 予防処置</li> <li>(13) 記録の管理</li> <li>(14) 内部監査</li> <li>(15) マネジメントレビュー</li> </ul>	<p>2. 技術的要求事項</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>(1) 一般</li> <li>(2) 要員</li> <li>(3) 施設及び環境条件</li> <li>(4) 試験・校正方法の妥当性の確認</li> <li>(5) 設備</li> <li>(6) 測定のトレサビリティ</li> <li>(7) サンプリング</li> <li>(8) 試験・校正品目の取扱い</li> <li>(9) 試験・校正結果の品質の保証</li> <li>(10) 結果の報告</li> </ul>
---	--

## 9.1. 管理上の要求事項

### 9.1.1. 組織体制

建材製品中のアスベストの分析を実施するにあたり、その作業工程が手順書として明文化されている必要があると考える（便宜上このような手順を明文化したものをこの章では「標準作業手順書」とする。）。また、組織として分析結果の信頼性を確保する体制整備が必要である。

具体的には、次の点が挙げられる。

ア「石綿則第3条第2項の石綿含有建材等の分析依頼があった時にどのような手順、体制で分析を行うか」

イ「この分析が実施可能な分析者が複数いる場合、どのような手順で分析者を選定するか」

ウ「検体が分析機関に到着後から、分析が終了するまでどのような作業手順で行うか」

このとおり、試料採取、分析サンプルの管理、分析操作手順、分析施設・環境の管理、分析機器管理、分析データ・分析結果の管理、分析データの機密保持、分析データの修正等に係る手順など、分析に関わるすべての手順における社内の取り決めが標準作業手順書として文書化され、関係者において社内教育等を通じて、共有・徹底される必要がある。なお、仮に、これら標準作業手順書にあたるものが全く作成されていない機関であれば、早急に全ての手順書を整えることは困難であるため、まずは、本マニュアルの

第1章から第6章に記載されている事項を当面の社内の標準作業手順書として定め、次にそれ以外の社内の分析機器管理等の標準作業手順書から作成をはじめ、徐々に整備していく方法もある。

また組織として、次の者を選任することが望ましい。

- (1) それぞれの作業について責任者及び担当者
- (2) 分析業務の運営を統括的に管理する運営管理者
- (3) 分析結果の精度を確保するため、分析結果の妥当性を判断し確認する精度管理者
- (4) 後述の文書・試料管理者や分析機器の維持管理をするための機器管理責任者

なお、これらの者は独立に選任する必要は無く、重複することもあり得る。

その他、データの信頼性を保証するための分析部門に対して、独立した監査・信頼性保証部門又は信頼性保証責任者を定めることが望ましいが、組織上これらを定めることができない場合においても、分析者以外の管理者等がデータの信頼性について定期的な監査・点検することが望ましい。

(ここで示した各種の管理者の名称はこの章の理解のために便宜上定めた名称であり、その他の名称でもかまわない。)

### 9.1.2. 分析結果の精度管理

分析結果の精度管理においては、分析が社内で行き決めた手順の通り行われていることが前提となるため、前述のとおり管理者の役割分担や分析手順が標準作業手順書として文書化されていることが必要であると考え。具体的には、例えば「分析者がJIS A 1481-1に規定する試験方法で分析を実施すること」等が標準作業手順書に明記される必要がある。

併せて、標準作業手順書通り分析が行われるよう標準作業手順書に記載したJIS A 1481「建材製品中のアスベスト含有率測定方法」等の分析方法を定める関係マニュアルを備え付ける他、当該分析方法の参考とする書籍等を備え付け、常に分析者が閲覧可能な状態にしておく等、これらの関係資料を分析者(複数在籍している場合は全ての分析者に対して)に周知しておく必要がある。

その上で、分析結果に関して精度管理を行う精度管理者を選任し(もしくはこれが困難な場合は分析の責任者。以下「精度管理者等」という。)を選任し、例えばどこの部分のデータを確認することによって分析結果の妥当性を判断するかなど明確な判断基準を標準作業手順書に定め(またはルール化し)、それに基づきそれぞれの分析者の分析結果の精度を精度管理者が点検していく必要がある。併せて、精度管理者は分析結果の精度を踏まえ、後述の分析者の能力向上のための教育訓練のプログラム作成等に関与・助言し、分析機関としての分析精度の向上を図る必要がある。

例1 JISで示されている判定方法(フロー図)に従って、石綿の定性分析を実施し

ているか。

- 例2 定量分析結果として、3回データを記載することとなっているが、3回のデータの変動係数が10%以内であるか。
- 例3 石綿の定量分析で、基底標準吸収補正法の係数が3回のデータ全てが1以上であるか。
- 例4 JISに示されている分析条件またはこれと同等以上の分析条件で分析を実施しているか。

### 9.1.3. 文書・分析試料の管理

ここでいう文書とは前述の標準作業手順書に基づき当該分析に係る分析機関の内部で作成されるすべての文書及びデータ（例えば、分析データ整理表、分析機器の測定結果のプリントアウト、分析機器の管理台帳など）および外部に発行した文書（例えば、報告書）をいい、その文書の作成から管理・保管、廃棄に関する手順を標準作業手順書で定め、それら文書が標準作業手順書に従い適切に管理される必要がある。

具体的には、結果報告書であれば「石綿則第3条第2項の石綿含有建材等の分析結果の定型の様式（一般に示されている様式又は自社の独自の様式）の定め」（様式のサンプルも掲載）、「分析結果報告書（控え）の保存場所及び保存期間」「保存場所の機密管理（鍵等の管理、貸し出し等の手続きなど）」「結果報告書の記載や修正の内部手続き」「保存文書の廃棄の手順」「様式改定の社内手続き」などを標準作業手順書で定め、それらに従って管理する。

## 9.2. 技術的要求事項

建材製品中の石綿の分析結果の信頼性を確保する上で、最も重要な点は、「分析者の技量」、「分析機器等」の装備及びそれらの管理である。依頼された建材試料の分析結果により建築物等の解体等作業の方法も費用も大きく異なるものとなる。また、万一、「アスベスト含有」でありながら、「アスベスト含有せず」と判定することがあれば、その結果をもとに、比較的簡易な防護、飛散防止対策により解体が行われることになり、解体作業者はもとより、解体現場の近隣で生活している住民をアスベストにばく露させてしまう可能性があり、分析結果における含有の有無の判定は極めて重要である。

### 9.2.1. 分析者の技量

組織として分析技量を維持・担保するために必要と思われる点を次にあげる。

- (1) 石綿分析に関する分析者の国家資格、認証資格等の取得の促進

国家資格や認証資格があるものに関しては、これを取得する。

- (2) 「分析者の年間の分析実施試料数」

アスベストを含む建築材料の組成は多岐に及ぶため、アスベスト建材の前処理には、

分析者の技量が要求される。このため、年間の分析実施数が「10 試料」と「100 試料」の分析者では、経験値の差が大きく、試料数の把握は、分析技術者の技量を推し量る指標の一つになる。

### (3) 顕微鏡の調整

建材製品中のアスベストの分析方法の中で、技量の差が大きく影響する要因として、顕微鏡の調整がある。顕微鏡による計数分析は、分析する前に分析者自身の目に合わせて顕微鏡を調整することが必須である。このため、顕微鏡の調整ができるか否かをテストスライドで確認することが重要である。

### (4) 組織内の分析者の分析精度の一定レベルの保持とこれを維持する体制

運営管理者や試験の責任者は、分析者の技量を把握した上、前述の精度管理者等の意見等も踏まえ、組織としての分析精度を維持するために、分析技量が十分でない者の分析結果について熟練者が確認する体制を整備する等特別な措置を検討することも必要と考えられる。

また、運営管理者等は、組織としての分析精度を維持するため、人事異動等の分析者の入れ替わり等も考慮して、前述の分析者の分析技量や精度管理者等の意見等も踏まえ、分析者の能力向上のため、個々の分析者の中長期的な教育訓練のプログラムを作成する。このプログラムの中では、分析者の技術力を向上、もしくは維持するための社内教育や訓練の実施、内部精度管理による技量確認や技能向上の取組みも重要であり、さらに外部機関が実施している講習会等への参加等、実施事項とその実施時期が含まれる。

### (5) 外部精度管理の活用

分析者の技量を維持・担保するために必要なこととして、分析者の経験値の差を補うことを含め、内部あるいは外部機関が行う精度管理や情報収集のための講習会に参加することにより、現状把握のみならず、さらなる向上を目指すための目標を設定すること等が考えられるが、特に、分析機関の規模が小さい等のため、分析者が一人のみであり、内部精度管理を行ったとしても当該分析者の技量を把握するための比較対象となる分析者がいない場合や分析者の人数が少ない場合が有ろうと思われ、このような状況において分析者の技量の維持・担保を図るためには、何らかの客観的な指標が必要となる。その際は、外部機関が行う分析技量の評価制度や研修制度等を活用することが一つの方法となる。これらには、公益社団法人日本作業環境測定協会が実施する石綿分析技術評価事業や一般社団法人日本環境測定分析協会が実施するアスベスト分析技能試験等の技能評価制度がある。

## 9.2.2. 設 備

### 9.2.2.1. 施設および環境条件

施設および環境条件としては、アスベストの分析業務を適正な分析場所を実施する必

要がある。他の分析業務と相互に影響を受けないように効果的に分離された条件で分析が実施される必要がある。さらに分析者の石綿ばく露を防止するため、局所排気装置等法令に基づく措置を適切に講じなければならない。

また、呼吸用保護具や手袋を着用させる必要があるほか、法令に基づく特殊健康診断を受診させることが必要である。

なお、これらの対応も踏まえ、分析方法等の標準作業手順書の策定に当たっては、分析者が可能な限り石綿等にばく露しない視点をもって策定することが必要である。

#### 9.2.2.2. アスベスト標準試料等試薬の所有状況

標準作業手順書で定めた分析方法に必要な試薬等が備えられており、また適切に管理されていることが必要である。

#### 9.2.2.3. 分析に必要な設備の所有状況

分析設備については、建材製品中のアスベストの分析に必要なものとして JIS に記載されている器具や機器、分析機器を保有している必要がある。また、分析機器は、必要な性能要件や分析条件を満たしていることを確認する。

具体的には、例えば、JIS A 1481-2 による分析に使用する分析機器に関しては「附属書 A の条件を満たすものまたは同等以上の検出器を有する X 線回折分析装置、位相差・分散顕微鏡については、附属書 B の仕様に基づいた顕微鏡」等が必要となる。また、JIS A 1481-2 と JIS A 1481-3 には記載されていないが、読取り限度 0.01 mg の電子天秤を保有している必要があると考えられる。

#### 9.2.2.4. 管理

保有する分析機器等で、分析結果の精度に影響を及ぼすと考えられる機器については自主管理またはメーカー等による定期的なメンテナンスを実施するよう標準作業手順書に明記し、その励行が必要である。また、管理が適切に実施されるようそれぞれの機器について管理者を選任する必要がある。

具体的には、「天秤」、「X 線回折分析装置」、「双眼実体顕微鏡」、「偏光顕微鏡」、「位相差顕微鏡」、「電子顕微鏡」等がある。

また、これら機器の管理台帳を作成し、購入日、メンテナンス状況や消耗品等の交換、修理等の記録を行う。

##### 1) 天秤

トレサビリティ証明の取得、標準分銅の所有及びその定期的な管理体制。天秤の電源は常時通電しておくことで安定した秤量値が得られる。標準分銅を秤量する際には気温と湿度を記録しておくことや秤量する試料の温度も室温と馴染ませることが重要で

ある。

## 2) X線回折分析装置

X線回折分析装置に関しては、分析結果に最も影響を及ぼす要因としてX線の管球の劣化による回折強度の低下が考えられる。管球の劣化によりアスベストピークがあるにもかかわらず、「無し」と判断してしまうことが考えられる。このため、代表的なX線回折分析装置のメーカーによる確認方法を以下に示した。なお、管球の劣化を判断する方法は、使用者側で判断できる方法とメーカー側が実施する方法がある。

### 具体例1：

標準物質による強度変化の確認（例えば、NIST640d (Si 粉末)、NIST1976 ( $Al_2O_3$ ) Ni フィルタまたはモノクロメータを外して、タングステン波長による（管球フィラメントからのコンタミ）回折線の有無の確認。更にタングステン波長による回折線が確認された場合には、その強度の上昇をチェックする方法により確認する。

その他に定期的にメンテナンスする項目として「冷却水送水ポンプのフィルタや水の交換」、「X線管球フィルタの清掃」、「ゴニオメータのグリスアップ」がある。

### 具体例2：

管球の交換時期を具体的に決めていないので、メーカー側が所有者のX線回折分析装置を用いて以下の測定を実施し交換時期を判断している。具体的な方法として、試料台にLIFの単結晶をセットし、40kV-10mA程度でFe、W、Cr、Niのピークを観測し、ピークが見つかれば、交換時期が近いと判断している。

XRDで定量分析する場合、X線管球の劣化以外に検出器の劣化も考慮する必要がある。特にアスベスト分析を行う場合、分析を開始する前に特定の試料（接着剤で固めたSi粉末等）を用いて、同一の条件で測定を実施し、ピーク強度とピーク角度を記録して同じ状態であることを確認した上で測定を実施することが望ましい。

### 具体例3：

ダイレクトビームによりチェックする方法がある。試料をセットせず、X線ビームを減衰フィルタに通して直接シンチレーションカウンターに入射する方法である。劣化するとピークの形の対称性が悪くなったり、ピークが裾をひく割合が増えたり、ピーク強度が落ちたりする。その他の方法として、ピーク強度チェック用標準試料を用いて、特定の回折ピークの強度を計測する方法がある。

アスベストを分析する使用者にはメーカーからアルミナ焼結板を提供しているため、封入管線源の場合、「当初の強度の約20%減」を交換時期の目安としている。使用し

ているX線強度・頻度によるが、2～3年が一つの目安である。

その他、検量線の精度が維持されていることの確認のために、検量線を3～6ヶ月に一度チェックする必要がある。

その他として、冷却水送水装置の送水量が不足していたり、管球内や送水装置のフィルタの目詰まり等で管球への送水量が減少したりしてくると、管球の出力が低下することがある。春、秋、冬に比べて夏場に出力が低下したり、午後の暑い時間帯に出力が特異的に低下したりする時は何らかの理由で冷却能力が不足している可能性が推測される。年間を通して標準物質で回折強度の管理をする必要がある。

なお、各分析機関がこれらと同様な方法で管球の劣化や装置の不具合を確認するための手法を確立していれば、その方法で管球の劣化や装置の不具合を確認する必要がある。

3) 顕微鏡関係での日常メンテナンス項目は、ステージ、焦準ハンドル等の各操作部分にガタツキがなくスムーズであること、光軸調整等のほか、観察者の眼の状態に合わせる視度調整や眼幅調整も含む正しい調整が可能で、レンズ面にキズ、汚れがないことの確認である。「接眼レンズの眼側レンズ面」、「対物レンズの先端部レンズ面」、「コンデンサの上面レンズ面」、「コンデンサ下部の窓レンズ上面」、「アナライザなど」の取り外しできるフィルタ面の清拭はユーザーが可能である。

また、レンズにカビやキズがついた場合、レンズの修理（レンズの分解と部品交換）が必要になる。

### 9.3. その他

吹付け材や材料等の受託した試料を分析終了後、どのように処理するかは、廃棄物の管理上、重要な項目である。例えば、分析終了後1年間の保存の後、特別管理産業廃棄物（廃石綿等）や石綿含有産業廃棄物として定期的に廃棄する等の措置を文書化し、責任者を選任のうえ、適切に廃棄される必要がある。