

リフラクトリー・セラミックファイバー（RCF）の
測定手法検討結果

平成24年3月9日

測定手法検討分科会

リフラクトリー・セラミックファイバー（RCF）の測定手法検討結果

平成 22 年度の測定手法検討分科会の検討結果から分散染色法による分析手法ではなく、総繊維数濃度を計数する方法として分析方法を検討する方針となったため、「作業環境測定ガイドブック 1 (鉱物性粉じん・石綿)」、「人造鉱物繊維 (MMMF) 繊維数濃度測定マニュアル」、「アスベストモニタリングマニュアル」、「工事現場等における人造鉱物繊維ばく露環境測定マニュアル」による分析方法を参考に測定手法を検討した。

1. 捕集方法

(1) フィルター

フィルターはメンブランフィルター(薄い膜のろ層)を使用する。繊維状物質の計測には、平均孔径が $0.8\mu\text{m}$ で直径 25 mm (採じん面の直径 20~23 mm) の白い円形のセルローズエステル・メンブランフィルターを用いる。

(2) フィルターのメーカーによっては、同じメンブランフィルターであっても透明度にばらつきがあったりする。またフィルターの帯電効果により、フィルター製造時にフィルター切断粉が付着し、それが繊維と類似しているため、測定値に誤差を与えるので、フィルターの品質管理が必要となるので、フィルターの選定にあたっては、留意する必要がある。

また、メーカーによってはフィルターのバックグラウンドを保証しているものもある。

(3) 繊維状物質を計数するのに用いるフィルターには印刷された格子(グリッド)が入っているものがあるが、細い繊維が格子の線と重なると見にくいなどの欠点もあるので避ける必要がある。

1.1 フィルターホルダー

フィルターホルダーは、カウル付のオープンフェース型ホルダーを用いる。写真 1 にカウル付ホルダーの写真を示す。



写真 1 カウル付ホルダーの例 (25mm φ のろ紙装着用)

1.2 吸引流量と測定時間

空気中に浮遊している繊維状物質をフィルター面速が4.0～5.0 cm/s となるように、流量を設定する。直径25 mm（採じん面の直径20～23 mm）のフィルターを使用した場合は、1L/min程度の流量で測定する。1枚のろ紙における測定時間は、装着者が作業する場所の粉じん量を考慮して決定する。

なお、現場によっては空気中に繊維状物質以外に粒子状物質が飛散していることも考えられるため、メンブレンフィルターを用いて採じんする際は、この繊維状物質以外の粒子もフィルター上に採取される可能性がある。

もし、採じん量が多すぎると、粒子が重なりあって位相差顕微鏡による繊維状物質の計数が困難となる。計数のルールに従った場合、少なく計数してしまうことが考えられる。この場合は、測定を実施する前に粉じん量のおおよその確認は相対濃度計を用いるとよい。

なお、著しく粉じん量や繊維状物質が多いと判断した場合は、1枚のろ紙にサンプリングするのではなく、サンプリング時間を等間隔に分割して複数のろ紙に捕集することとする。しかしさらにこのような措置を講じたとしても作業者に装着したろ紙を交換することが難しい場合は、吸引流量を調整する等の工夫が必要になる。

2. 標本の作製

アセトン蒸気発生装置を使用してアセトン蒸気を発生させ、採じん面を下にして、スライドガラスの上に載せ、アセトン蒸気に当て、フィルターを透明化処理する。

その後、透明化処理したサンプルは低温灰化処理を行う。この作業を行うことによって有機質繊維を除去することができ、セラミックファイバーを含む無機質繊維（他の人造鉱物繊維も含む）として、計数分析することが可能になる。写真2に低温灰化処理装置の例を示す。



写真2 低温灰化処理装置の例

なお、推奨する灰化処理条件を示す。

出力電力：150－200W

酸素流量は出力値の 1/3 程度の流量 (ml/min)

(具体例：出力電力が 150W の場合、酸素流量は 50 (ml/min) 程度とする。)

処理時間は 4 時間以上

灰化処理後、フィルターのほぼ中央にトリアセチンを 2～3 滴、注射器などを用いて滴下し、その上にカバーガラスを載せて固定する。

3. 計数対象粒子

長さ $5\mu\text{m}$ 以上、長さ と 幅 (直径) の比が 3:1 以上で幅が $3\mu\text{m}$ 未満の繊維状粒子を「セラミックファイバー」とみなして、計数の対象とする。

顕微鏡の視野内に描かれたアイピースグレーティクルの大円内 (直径 0.3mm) に存在する繊維の数を計数する。視野の計数が終了したら、ステージを縦横ランダムに移動させ、次々と別の視野を計数するようにして、繊維数が 200 本以上あるいは検鏡した視野数が 50 視野になるまで行う。

1 視野中に繊維が多く、アイピースグレーティクルの大円内の計数が困難な場合には、アイピースグレーティクルの小円内 (直径 0.1mm) に存在する繊維を計数する。この場合は繊維数 200 本以上あるいは検鏡した視野の数が 100 視野になるまで行う。

(1) 繊維数の判断についての約束 (具体例：図 3 参照)

- ① 単繊維の場合：前述で定義した繊維を 1 本と数える。
- ② 単繊維でカーブしている場合：繊維の直線部分を目安にして、カーブに沿って全体の長さを推定し判定する。
- ③ 枝分かれした繊維の場合：1 つの繊維から枝分かれした繊維は、枝分かれした部分を含む全体を 1 本と数える。
- ④ からまっている場合
 - i 数本の繊維が交差している場合は、交差しているそれぞれの繊維を 1 本と数える。
 - ii 繊維がからまって正確な数を読みとることができない場合は数えない。
- ⑤ 粒子が付着している繊維の場合は、粒子の幅が $3\mu\text{m}$ を超えるものは計数しない。

(2) 計数視野領域境界に交差している繊維の取り扱い

- ① 計数視野領域境界に、繊維の両端が入っている場合は 1 本と数える。
- ② 計数視野領域境界に、繊維の片方の端しか入っていない場合は 1/2 本と計数する。

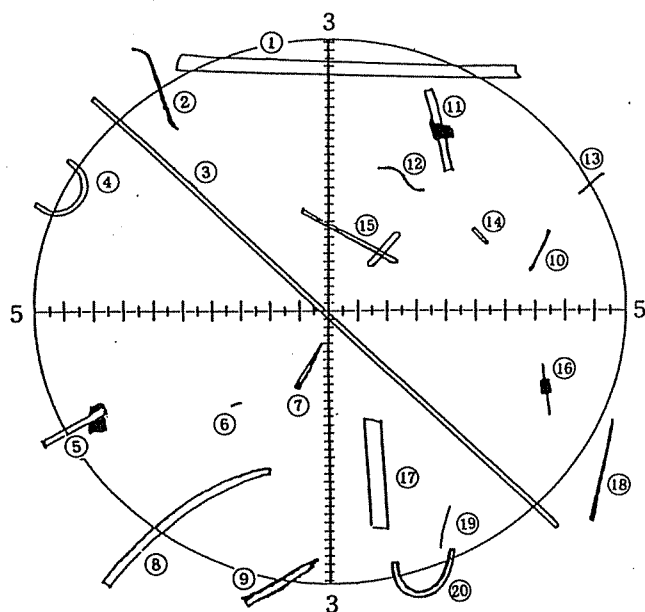


図3 繊維数の判断の具体例

繊維No.	計数繊維数(本)
①	0
②	1/2
③	0
④	0
⑤	0
⑥	0
⑦	1
⑧	1/2
⑨	1/2
⑩	1
⑪	0
⑫	1
⑬	1/2
⑭	1
⑮	2
⑯	0
⑰	0
⑱	0
⑲	1
⑳	1

(5) ブランク値の求め方

ブランク用として、用意したフィルターを採じんしたフィルターと同様の手順で標本を作製し、標本の場合と同数の視野について計数を行い、ブランクの値(N_b)を求める。

4. セラミックファイバー繊維数濃度の算出

セラミックファイバー繊維数濃度 C_F (f/cm^3) は下式により算出する。

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

C_F : セラミックファイバー繊維数濃度 (f/cm^3)

A: 採じんした面積 (メンブランフィルターの有効ろ過面積 (mm^2))

N: 計数繊維の総数 (f)

N_b : ブランクの値 (f)

a: 顕微鏡で計数した1視野の面積 (mm^2)

n: 計数視野数

Q: 吸引流量 (L)

5. 定量下限

信頼限界 95% を上限とした定量下限 S (f/cm^3) は、下式により算出する。

$$S = \frac{2.645 \times A}{a \times n \times Q}$$

n: 計数視野数は (50 視野)

6. 検討担当機関

社団法人 日本作業環境測定協会

7. 参考資料

- 1) 作業環境測定ガイドブック 1 (鉱物性粉じん・石綿関係)
(平成 22 年 6 月 8 日 第 3 版第 2 刷) (社) 日本作業環境測定協会
- 2) 人造鉱物繊維 (MMMF) 繊維数濃度測定マニュアル (平成 4 年 8 月)
硝子繊維協会、セラミックファイバー工業会、ロックウール工業会
- 3) 工事現場等における人造鉱物繊維ばく露環境濃度測定マニュアル
(平成 7 年 4 月) 硝子繊維協会、ロックウール工業会

4) アスベストモニタリングマニュアル(第4版)(平成22年6月)

環境省水・大気環境局大気環境課

5) 分散染色法による環境空気中のアスベスト測定に係るフィルターの前処理
方法についての検討(伊藤千賀子(社)日本作業環境測定協会他)
(平成18年度第46回日本労働衛生工学会・第27回作業環境測定研究
発表会演題)

(別紙) リフラクトリーセラミックファイバー標準測定分析法 (PCM法)

構造式:	分子量:	CAS No.: 142844-00-6
許容濃度等: ACGIH RCFC (米国 RCF 製造協会) 0.5 f/cm ³ (推奨基準) HSE 1 f/cm ³	0.2 f/cm ³	物性等: 物理的状态: ウール状、繊維 比重: 2~3 g/mL、引火点: 非引火性 化学成分: Al ₂ O ₃ : 30~60%、SiO ₂ : 40~60% RnO _m : 0~20%
別名:		
サンプリング		分析
<p>サンプラー: ろ過捕集装置 セルロースエステル混合メブランフィルターφ25mm (ホアサイズ 0.8μm 等がある)</p> <p>サンプリング流量: 面速が 4.0~5.0cm/s になるように流量を設定する。 1L/min 程度 (φ25mm)</p> <p>採気量: (最大 800L)</p> <p>保存性: 安定 (ろ紙のままで保存)</p> <p>ブランク: 1 回の測定につき未使用のセルロースエステル混合メブランフィルターφ25mm (メブランリングしたものと同じホアサイズのもの) を 1 枚使用する。(バックグラウンド保証されているろ紙もある。)</p>		<p>分析方法: 計数法 (位相差顕微鏡法)</p> <p>前処理: アセトン蒸気による透明化処理—低温灰化処理—トリアセチン法により固定</p> <p>計数規則: 長さ 5μm 以上、長さと同幅 (直径) の比が 3:1 以上で幅が 3μm 未満の繊維を計数する。</p> <p>機器: ①位相差顕微鏡 ②位相差顕微鏡の対物レンズの開口数 0.65 以上のもの ③アイピースグレイティクル ④HSE/NPL テストスライド</p> <p>キャリブレーション: HSE/NPL テストスライド (グループ No.5 以上を確保すること。)</p>
精度		
<p>定量下限: 信頼限界 95% を上限とした 定量下限値 S (f/cm³)</p> $S = \frac{2.645 \times A}{a \times n \times Q}$ <p>A: 採じんだ面積 (メブランフィルターの有効ろ過面積 (mm²)) a: 顕微鏡で計数した 1 視野の面積 (mm²) n: 計数視野数は 50 視野 Q: 吸引空気量 (L)</p>		
<p>適用: この方法は、リフラクトリーセラミックファイバー繊維のみを適用するものではなく、総繊維数濃度として繊維状粒子を測定するため、他の人造鉱物繊維や石綿の測定方法としても適用可能である。リフラクトリーセラミックファイバー繊維を特定する場合は、分散染色法や電子顕微鏡法を併用すると良い。</p>		
<p>妨害: 視野内に非繊維状の粒子が多く含まれている場合や、現場で繊維の飛散状況を考慮せず、分割サンプリングを実施しなかった場合、繊維が折重なることにより、マイナス誤差になる。計数規則に従って計数するため、リフラクトリーセラミックファイバー以外の繊維が飛散している場合は、その繊維も計数することになり、プラス誤差になる。</p>		
参考文献: NIOSH Manual of Analytical Methods 7400		