

アスベスト分析マニュアル

【1.04 版】

平成 28 年 3 月

厚生労働省

厚生労働省委託事業「平成 27 年度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」

平成 27 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 | 東洋大学大学院 経済学研究科 公益社団法人 日本作業環境測定協会 |
| 委 員 | 小沢 絢子 | 株式会社 EFAラボラトリーズ |
| 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 | 甲田 茂樹 | 独立行政法人 労働安全衛生総合研究所 研究企画調整部 |
| 委 員 | 佐々木元茂 | 公益社団法人 日本作業環境測定協会 |
| 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 | 名古屋俊士 | 早稲田大学 理工学術院 創造理工学部 環境資源工学科 |
| 委 員 | 森永 謙二 | 独立行政法人 環境再生保全機構 石綿健康被害救済部 |
| 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 |
| オブザーバー | 中村 憲司 | 独立行政法人 労働安全衛生総合研究所 環境計測管理研究グループ |
| オブザーバー | 吉澤 由香 | 経済産業省 産業技術環境局 国際標準課 |
| オブザーバー | 大野 勝之 | 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 | 富賀見英城 | 厚生労働省 労働基準局 安全衛生部 化学物質対策課 |
|--------|-------|---------------------------|

事務局 株式会社環境管理センター

はじめに

平成 25 年度に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」の下で設置された検討委員会によって「アスベスト分析マニュアル」（1.00 版）が策定された。平成 26 年度の同省委託事業「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」で設置された検討会で、それを改訂し「アスベスト分析マニュアル」（1.03 版）として発行した。本「アスベスト分析マニュアル」（1.04 版）は、平成 27 年度の同省委託事業「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」の下で設置された検討会で、更に 1.03 版を改訂したものである。

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および環境への漏洩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。「アスベスト分析マニュアル」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、JIS A 1481 を用いる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。

JIS A 1481 は 2014 年（平成 26 年）に 3 部構成に改訂され、更に 2016 年（平成 28 年）には 4 部構成に改訂された。本「アスベスト分析マニュアル」（1.04 版）は 2016 年の改訂に対応して 1.03 版の改訂を行ったものである。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 IS022262-1：2012 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。さらに、今回の 1.04 版は 2016 年の JIS A 1481 の改訂でできた第 4 部について解説している。第 4 部は、IS022262-2：2014 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。JIS A 1481：2016 は、第 1 部と第 2 部が定性分析で第 3 部と第 4 部が定量分析であるため、本「アスベスト分析マニュアル」（1.04 版）では、分析者あるいは分析依頼者がそれぞれの分析方法の特徴をよく理解した上で適切な選択と運用が行えるように、如何に選択したらよいかをフロー図等を示して解説し、各方法においてはどのような点に留意すべきかなどを詳述した。

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、用語について、第1章においては法律上の表現と合わせて「石綿」とし、第2章以降（ただし第7章は除く）においては、本「アスベスト分析マニュアル」がJIS A 1481の講習テキストの位置付けで活用されることを想定し、JISの表現と合わせて「アスベスト」で統一することとした。

目次

| | |
|-------------------------------------|----|
| 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. 一次調査 | 3 |
| 1.1.1. 吹付け材 | 3 |
| 1.1.2. 耐火被覆板、断熱材 | 8 |
| 1.1.3. 保温材 | 9 |
| 1.1.4. 成形板その他 | 10 |
| 1.2. 二次調査の方法 | 11 |
| 1.2.1. 試料採取前の基礎的留意事項 | 12 |
| 1.2.1.1. 建築物 | 12 |
| 1.2.1.2. 工作物 | 14 |
| 1.2.1.3. 船舶等 | 15 |
| 1.3. 試料採取における留意事項 | 15 |
| 1.3.1. 試料採取にあたっての共通留意事項 | 15 |
| 1.3.2. 石綿を含む可能性のあるものの種別による試料採取の留意事項 | 16 |
| 1.3.2.1. 吹付け材 | 16 |
| 1.3.2.2. 耐火被覆材 | 19 |
| 1.3.2.3. 断熱材 | 19 |
| 1.3.2.4. 保温材 | 19 |
| 1.3.2.5. 成形板 | 20 |
| 1.3.3. 試料採取時の記録について | 21 |
| 第2章. JIS A 1481 規格群の分析に係る留意事項 | 22 |
| 2.1. 我が国で規定されてきた石綿含有率の分析方法 | 22 |
| 2.2. JIS A 1481 規格群の概要 | 22 |
| 第3章. JIS A 1481-1 の分析に係る留意点 | 24 |
| 3.1. 分析の概要 | 24 |
| 3.2. 分析の手順 | 26 |
| 3.2.1. 試料調製 | 26 |
| 3.2.2. 肉眼および実体顕微鏡による予備観察 | 27 |
| 3.2.3. 前処理 | 27 |
| 3.2.4. 実体顕微鏡観察 | 28 |
| 3.2.5. 偏光顕微鏡用標本の作製 | 28 |
| 3.2.6. 偏光顕微鏡による同定 | 29 |
| 3.3. 分析に影響を与える要素 | 35 |

| | | |
|----------|---|----|
| 3.3.1. | 加熱を受けたアスベスト | 35 |
| 3.3.2. | 溶脱クリソタイル | 35 |
| 3.3.3. | 間違いやすい繊維 | 36 |
| 3.4. | 不検出確定の手順 | 36 |
| 第4章. | JIS A 1481-2 の分析に係る留意点 | 41 |
| 4.1. | JIS A 1481-2 による建材製品中のアスベストの定性分析方法の概要 | 41 |
| 4.1.1. | JIS A 1481-2 の定性分析用試料の調製 | 42 |
| 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 | 42 |
| 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 | 42 |
| 4.1.2. | X 線回折分析方法による定性分析方法 | 43 |
| 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 | 44 |
| 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 α) | 52 |
| 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 | 60 |
| 4.1.3.1. | 標本の作製 | 60 |
| 4.1.3.2. | 位相差・分散顕微鏡による定性分析方法 | 63 |
| 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 | 64 |
| 4.1.4.1. | 塩化カリウム処理試料の調製 | 64 |
| 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 | 64 |
| 4.1.5. | アスベスト含有の有無の判定方法 | 68 |
| 第5章. | JIS A 1481-3 の分析に係る留意点 | 70 |
| 5.1. | JIS A 1481-3 による建材製品中の石綿の定量分析方法の概要 | 70 |
| 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 | 70 |
| 5.2.1. | 定量用二次分析試料の作製方法 | 70 |
| 5.2.2. | 定量用三次分析試料の作製方法 | 71 |
| 5.2.3. | けい酸カルシウム保温材の前処理方法 | 72 |
| 5.3. | 基底標準吸収補正法による X 線回折定量分析方法 | 73 |
| 5.3.1. | 検量線の作成 | 73 |
| 5.3.2. | 定量分析手順 | 75 |
| 5.3.3. | アスベスト含有率の算出 | 76 |
| 5.3.4. | 検量線の検出下限及び定量下限 | 77 |
| 第6章. | JIS A 1481-4 の分析に係る留意点 | 79 |
| 6.1. | 分析の概要 | 79 |
| 6.2. | 分析の手順 | 79 |
| 6.2.1. | 重量濃縮 | 80 |
| 6.2.2. | 残渣中のアスベストの定量手順 | 82 |
| 第7章. | 天然鉱物中の石綿含有率の分析について | 84 |

| | |
|---------------------------------------|-----|
| 7.1. 背景 | 84 |
| 7.2. 基本的考え方 | 84 |
| 7.3. 結論 | 87 |
| 7.4. 天然鉱物中の石綿含有率の分析方法 | 88 |
| 7.4.1. 適用範囲 | 88 |
| 7.4.2. 試料の採取・調製方法 | 89 |
| 7.4.3. 天然鉱物中の石綿含有率の分析方法 | 90 |
| 7.4.3.1. タルク中の石綿含有率の分析方法 | 90 |
| 7.4.3.2. セピオライト中の石綿含有率の分析方法 | 92 |
| 7.4.3.3. パーミキュライト中の石綿含有率の分析方法 | 94 |
| 7.4.3.4. 天然ブルーサイト中の石綿含有率の分析方法 | 97 |
| 第8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 | 100 |
| 8.1. 管理上の要求事項 | 101 |
| 8.1.1. 組織体制 | 101 |
| 8.1.2. 分析結果の精度管理 | 102 |
| 8.1.3. 文書・分析試料の管理 | 103 |
| 8.2. 技術的要求事項 | 103 |
| 8.2.1. 分析者の能力 | 103 |
| 8.2.2. 設備 | 104 |
| 8.2.2.1. 施設および環境条件 | 104 |
| 8.2.2.2. アスベスト標準試料等試薬の所有状況 | 105 |
| 8.2.2.3. 分析に関する設備の所有状況 | 105 |
| 8.2.2.4. 管理 | 105 |
| 8.3. その他 | 107 |

参考資料

標準試料データ

標準試料データ（既存データ）

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
通達関連

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

石綿障害予防規則（以下「石綿則」という。）第3条第1項に、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、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。

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ずる必要がある。ここで、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、石綿をその重量の0.1%を超えて含有する製剤その他の物とは、石綿をその重量の0.1%を超えて含有する物のことをいい、塊状の岩石は含まない。

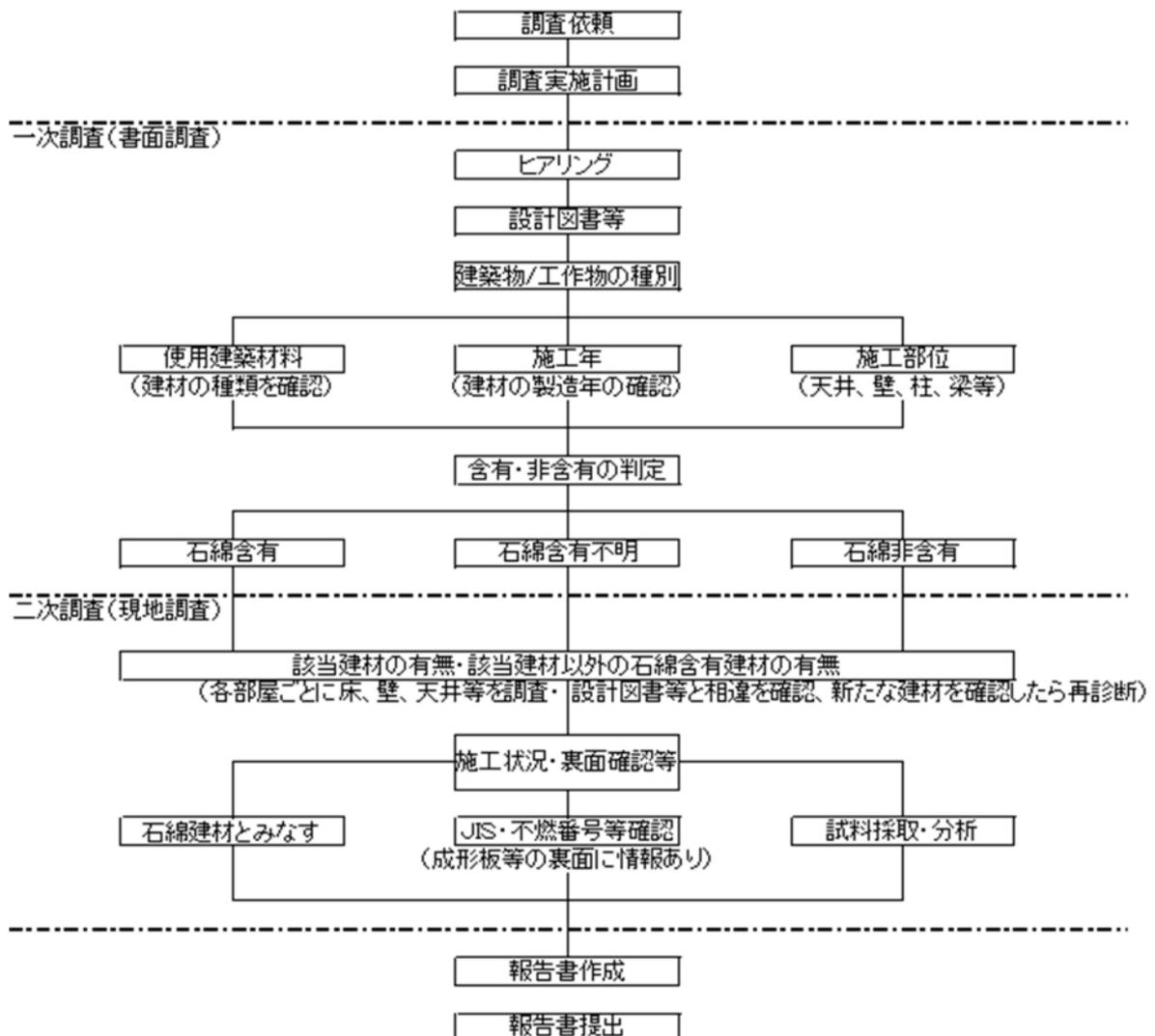
ただし、塊状の岩石であっても、例えば蛇紋岩系左官用モルタル混和材のように、これを微細に粉砕することにより繊維状を呈するクリソタイル等が発生し、その含有率が微細に粉砕された岩石の重量の0.1%を超えた場合は、製造等の禁止の対象となる。（平成18年8月11日付け基発第0811002号）

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。

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 ②石綿含有吹付けロックウール(乾式) ③湿式石綿吹付け材(石綿含有吹付けロックウール(湿式)) ④石綿含有吹付けパーミキュライト 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 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 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 ②けいそう土保温材 ③パーライト保温材 ④石綿含有けい酸カルシウム保温材 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 ②けい酸カルシウム板第一種 ③住宅屋根化粧スレート ④押出成形セメント板 ⑤窯業系サイディング ⑥パルプセメント板 ⑦スラグせっこう板 ⑧フロー材 ⑨ロックウール吸音天井板 ⑩石膏板(ボード) ⑪石綿円筒 ⑫ビニル床タイル 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200m²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> |

表 1.1 に分類されている石綿含有建材の事前調査には、設計図書等による一次調査と現場調査による二次調査、分析調査があり、次の手順で事前調査を行う。なお、事前調査の実施者は、①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、②日本アスベスト調査診断協会に登録された専門家、③国土交通省「建築物石綿含有建材調査者講習登録規程」に基づく「建築物石綿含有建材調査者」(今後、逐次養成)が行うことが望ましい。



1.1. 一次調査

一次調査は、前述の「事前調査の基本」に示す手順で行うが、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一次調査方法を以下に示す。なお、各作業レベルの一次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。

1.1.1. 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））、石綿含有吹付けバーミキュライト、石綿含

有吹付けパーライトがある。石綿含有の有無の設計図書等による判定は、下記に示す施工時期、施工部位、商品名をもとに総合的に判断する。判断できない場合は、二次調査を行なうこと。

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 1.1 に示すが、図 1.1 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 1.2～表 1.6 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。*1) | *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ない。 石綿が含有されている可能性がある。*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 1.1 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 1.1~1.10 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、事前調査等にあたっては、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 1.2 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 1.3 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蔵省指定取り消し) |
| 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蔵省指定取り消し) | 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蔵省指定取り消し) | 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 1.4 湿式石綿含有吹付け材商品名（建設省個別認定）

| | |
|----------------------|---------------|
| 1) トムウェット | 5) ATM-120 |
| 2) バルカーウェット | 6) サンウェット |
| 3) プロベストウェット | 7) スプレーウェット |
| 4) (アサノ) スプレーコートウェット | 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) スプレーコートウェットは、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 1.5 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) ゾ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りますので注意を要する。

表 1.6 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りますので注意を要する。

1.1.2. 耐火被覆板、断熱材

耐火被覆板、断熱材の石綿有無の一次調査の方法は以下のとおり。

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 1.7 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。表 1.7 以外の商品名が記載されている場合は、二次調査を行うこと。

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 1.7 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。

なお、これら以外については、二次調査を行うこと。

表 1.7 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 |

| 一般名 | 商品名 | 製造期間 |
|-------------|-------------|-------|
| 耐火被覆塗り材 | ひる石プラスター | — |
| 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 |

1.1.3. 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。保温材の石綿有無の一次調査の方法を以下に示す。

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 1.8～表 1.9 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。これら以外は二次調査を行うこと。

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 1.8 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 | クリソタル、アモサイト | ～1983 年 | 1～25 |
| 不定形保温材（水練り保温材） ^{注1)} | クリソタル、アモサイト、トレモライト ^{注2)} | ～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 1.9 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 | シリカカバート#650 シリカ | S27 | S53 | 4~5% | S54以降、無石棉化にて製造 | 茶 |
| | シリカカバート#1000 シリカ | S40 | S53 | 6% | S54以降、無石棉化にて製造 | 白 |
| | ダイライト(カバート) | S51/11 | S54/2 | 7~10% | S54/2~S55/2在庫出荷 | 茶 |
| | インビライト(カバート) | S52/6 | S54 | 7% | S54~S55/2在庫出荷 | 茶 |
| | エクスライト(カバート) | S40/4 | S54/2 | 10% | S54/2~S55/2在庫出荷 | 茶、白 |
| | ベストライト(カバート) | S35/5 | S54 | 4.6% | S54~S55/2在庫出荷 | 茶 |
| | ベストライト(カバート) | 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 |
| スーパーテンプカバート | S38 | S53 | 5~10% | S54無石棉化、現在も製造・販売継続 | 茶 | |
| 石綿保温材 | スポンジカバート スポンジカバート | S47 | S53 | 不明 | 設備機器、設備配管用保温材 | 茶、白 |
| | カバートサイト | 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 |

1.1.4. 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が、その目安として、表 1.10（吹付け材、耐火被覆材、断熱材は除く）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。

表 1.10 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 |
| | 石綿含有ワックール吸音天井板 | ~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 |

| 施工部位 | 主な石綿含有建材 | 製造期間 | 代替品開始年 |
|-------------|--------------|------------------------------|--------|
| 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。

1.2. 二次調査の方法

設計図書等どおりに、現場施工が行われている場合は、一次調査の結果に基づき、「石綿の有無が不明」の部位のみ二次調査として現場調査（分析のための試料採取も含む）を行えばよいが、現場施工は設計図書等に記載しているとおりに行われているとは限らない。

そこで、二次調査においては、設計図書等の記載のとおり、ある部位において、吹付け材が施工されているのか、それともボードを使用しているのか等の確認もする必要がある。

二次調査の調査結果、分析のための試料採取が必要となる場合があるが、これに関する試料採取の留意点については、次項に述べる。

以下では、建築物や工作物等の構造物を解体/改修するとき、その構造物に石綿を含んでいるか否かの判定するための試料採取の留意点について述べる。

1.2.1. 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、石綿による暴露を未然に防止することである。

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、バーミキュライト、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、これから述べる知見によらず、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、試料を採取する前に、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肝要で、そのための参考として以下に述べる。

1.2.1.1. 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1.2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1.3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>

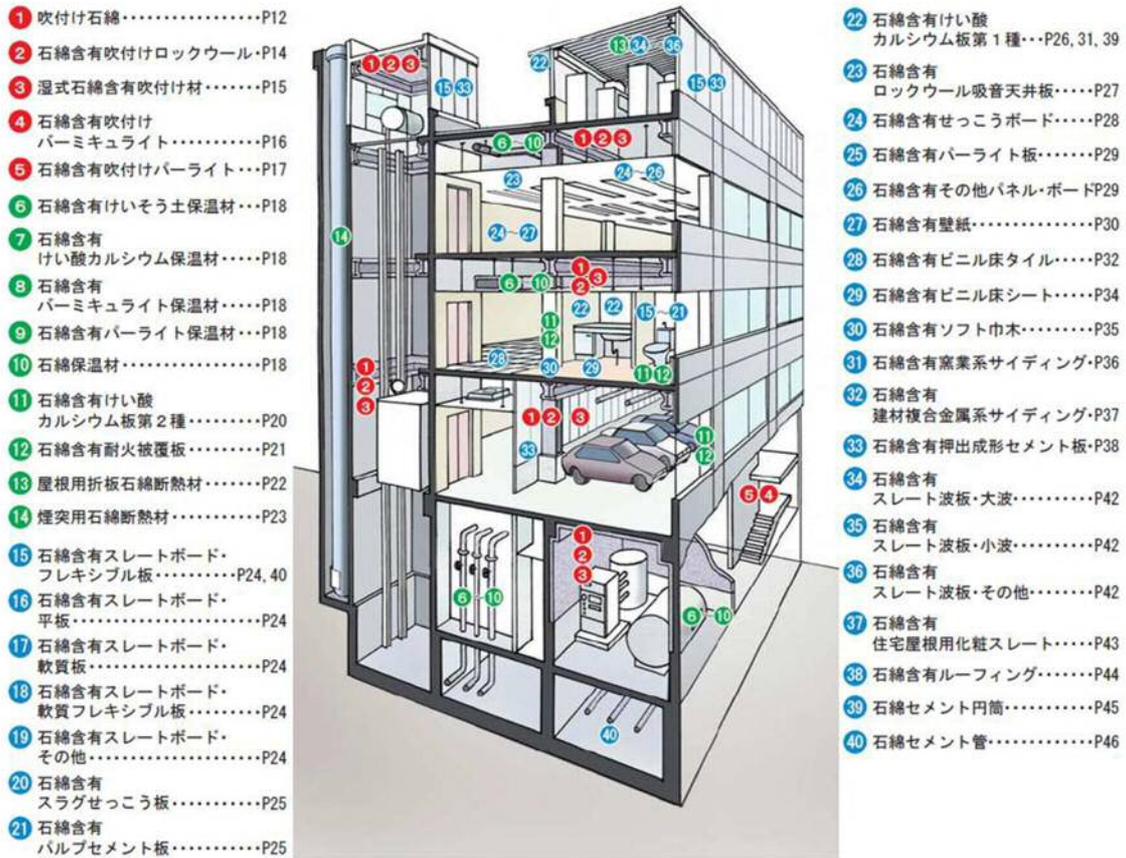


図 1.2 鉄筋コンクリート造ビル、鉄骨造ビルに関する石綿を含む可能性のある部位例

<戸建て住宅>

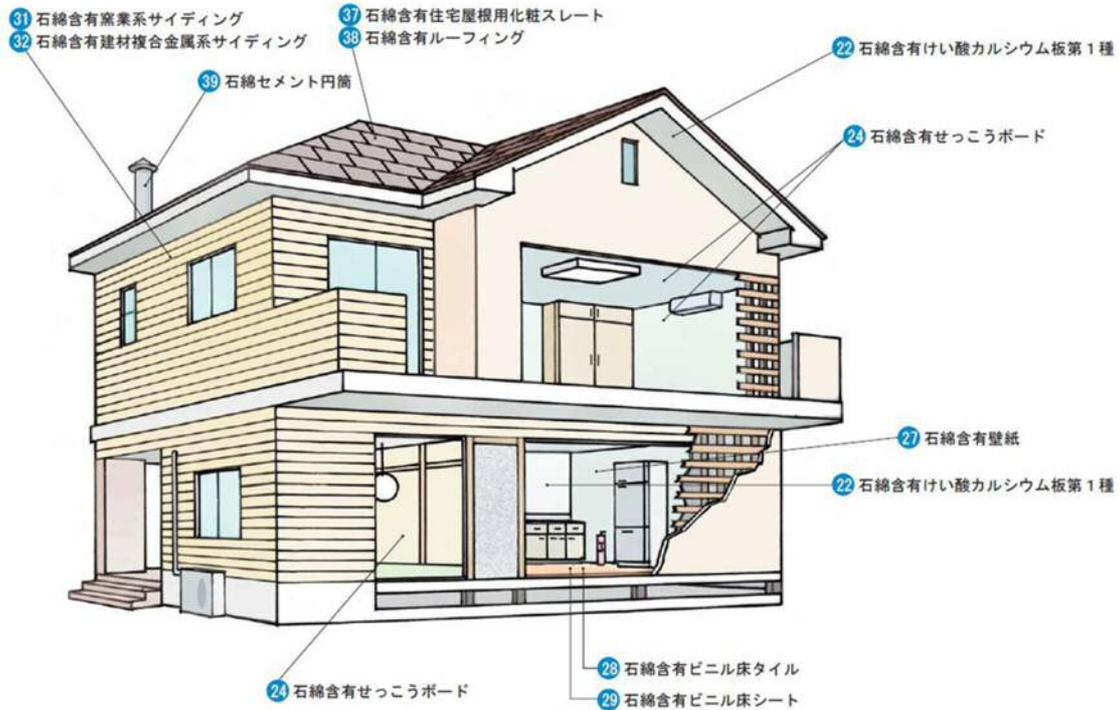


図 1.3 戸建住宅に関する石綿を含む可能性のある部位例

1.2.1.2. 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 1.4 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り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。

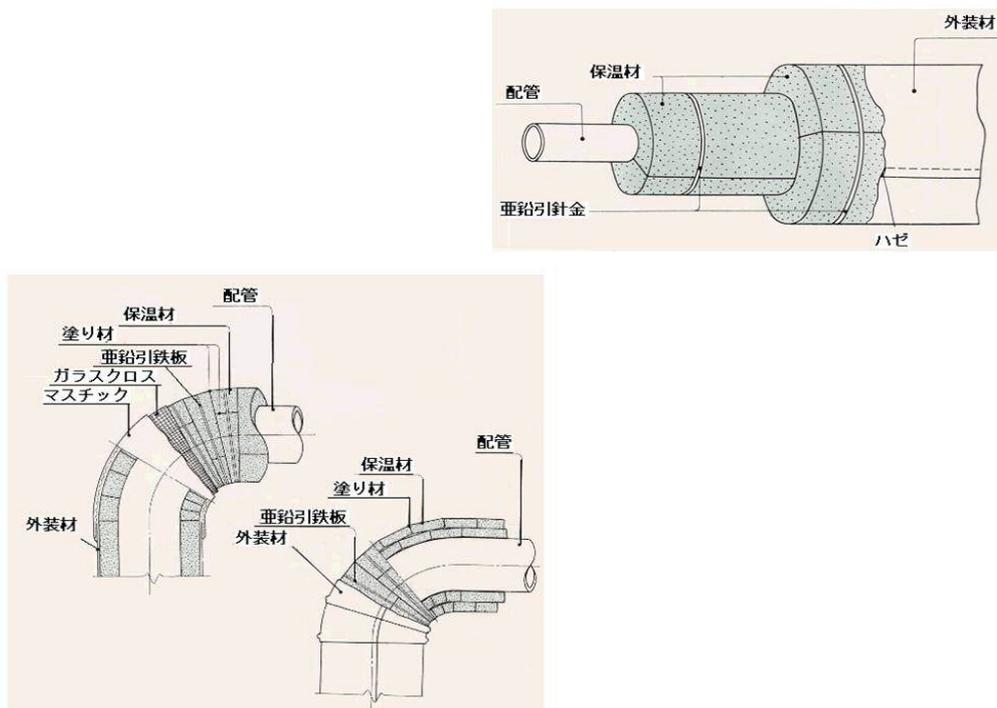


図 1.4 保温材の施工例

1.2.1.3. 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。

1.3. 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。

1.3.1. 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。

1.3.2. 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。

1.3.2.1. 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りますので、これらの点にも留意する必要があります。

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りますことにも留意する。

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100cm²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3000m²未満の場合、試料は、図1.5または図1.6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10cm³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3000m²以上の場合、600m²ごとに1箇所当たり10cm³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（3000m²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10cm³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3000m²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。

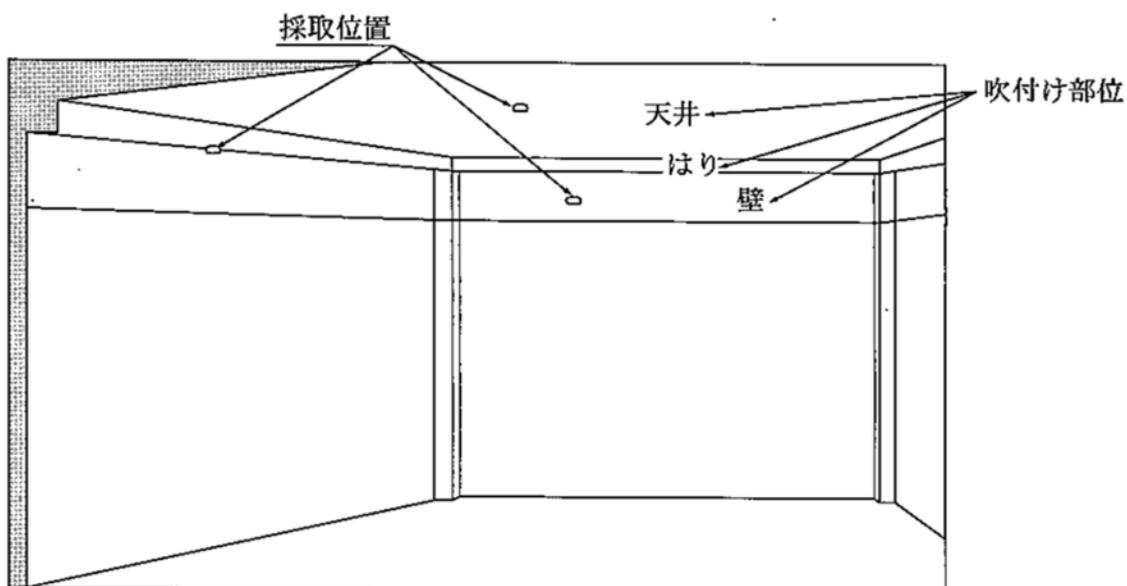


図 1.5 天井、壁における採取位置の例

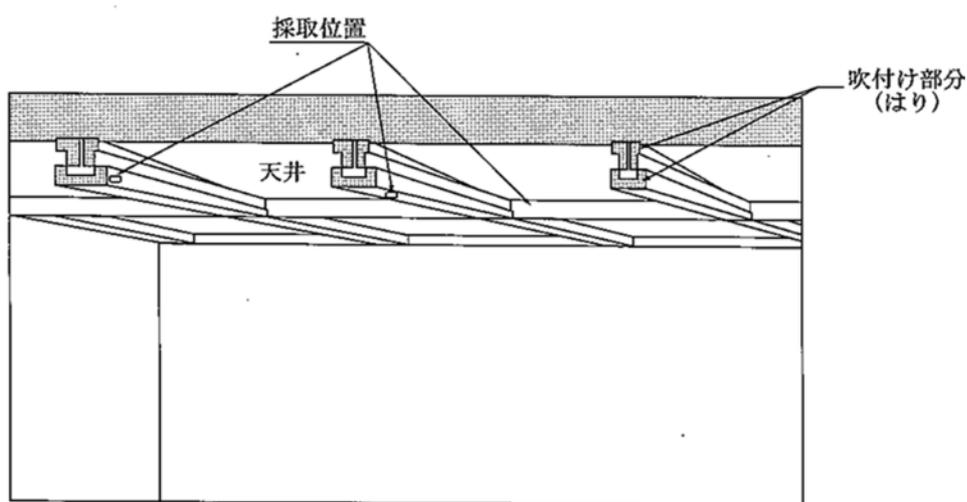


図 1.6 耐火被覆された鉄骨における採取位置の例

1.3.2.2. 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10cm³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。

1.3.2.3. 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100cm²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10cm³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。

1.3.2.4. 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 10cm³ 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 10cm³ 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、600m³ ごとに、3 箇所以上から、1 箇所当たり 10cm³ 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。

1.3.2.5. 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 100cm²/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。

1.3.3. 試料採取時の記録について

採取した試料は、石綿の有無の分析を行うことになるが、採取した試料の識別と分析を行う際の前処理の情報のために、次の項目を記録する。

- ① 採取年月日、試料No.
- ② 建材名称（判明している場合）
- ③ 建物、配管設備、機器等の名称および用途
- ④ 施工年および建築物への施工などを採用した年
- ⑤ 建物などの採取部位および場所
- ⑥ 試料の概要（形状又は材質、試料の大きさ）
- ⑦ 採取者氏名
- ⑧ その他試料に関する情報（採取方法、わかる範囲で改修の有無等）

第2章. JIS A 1481 規格群の分析に係る注意事項

2.1. 我が国で規定されてきた石綿含有率の分析方法

我が国で現在までに規定されてきた石綿含有率の測定手法には、

- 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「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)
- ③「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)
- ④「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)
- ⑤「建材製品中のアスベスト含有率測定方法」
(JIS A 1481、平成 18 年 3 月 25 日に制定)
- ⑥「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)

があるが、これらのうち、④は平成 17 年 7 月 1 日の石綿障害予防規則の施行にあたり、同法第 3 条第 2 項の分析方法として公表されたもので、日本では、平成 17 年 8 月 11 日に ILO (国際労働機関) が採択した「石綿の使用における安全に関する条約」を批准し、条約締結国となった。その後④内容を基に、平成 18 年に⑤が JIS 規格として制定され、厚生労働省が全国の石綿分析機関の分析技術者を対象に繰り返して講習会(講義及び実習)を実施してきており、今日まで多くの分析機関(会社)が実施している方法である。

平成 18 年 8 月 21 日には②および④が廃止され、石綿障害予防規則第 3 条第 2 項に基づく石綿含有の有無及び含有率の測定法は JIS A 1481 に従って実施することになった。その後、平成 26 年 3 月 28 日に「建材製品中のアスベスト含有率測定方法」として新たに JIS A 1481-1、JIS A 1481-2、JIS A 1481-3 の JIS 規格群が制定され、平成 26 年 3 月 31 日に JIS A 1481 が廃止され、平成 26 年 3 月 31 日基発 0331 第 31 号通達「建材中の石綿含有率の分析方法について」により、石綿障害予防規則第 3 条第 2 項に基づく石綿含有の有無および含有率の測定法として JIS 規格群により実施する事になった。

平成 28 年には JIS A 1481-1、JIS A 1481-2 が改訂され、JIS A 1481-4 が追加された。

2.2. JIS A 1481 規格群の概要

JIS A 1481-1 及び JIS A 1481-4 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。また、JIS A 1481-4 は、JIS A 1481-1 にて、“アスベスト繊維があり、アスベストが含有として判定された場合”だけに適用

する。一方、JIS A 1481-2 及び JIS A 1481-3 は、ILO 条約に基づいて、石綿除去作業者等の安全衛生を考慮して、建材製品中のアスベスト分析だけを対象としており、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及びそれを原料としてできた製品の分析は対象としていない。したがって、JIS A 1481-1 にてアスベストが不純物として含有している場合、JIS A 1481-3 の対象ではない。JIS A 1481-1 及び JIS A 1481-2 は、“アスベストの含有の有無の判定基準”が異なっている。JIS A 1481-1 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、JIS A 1481-2 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、共通の判定でないが、試料の採取方法を考慮すると、“アスベストあり”の判断について、検出限界などを踏まえ、同等としている。

JIS A 1481 規格群による分析の流れは図 2.1 に示した通りである。

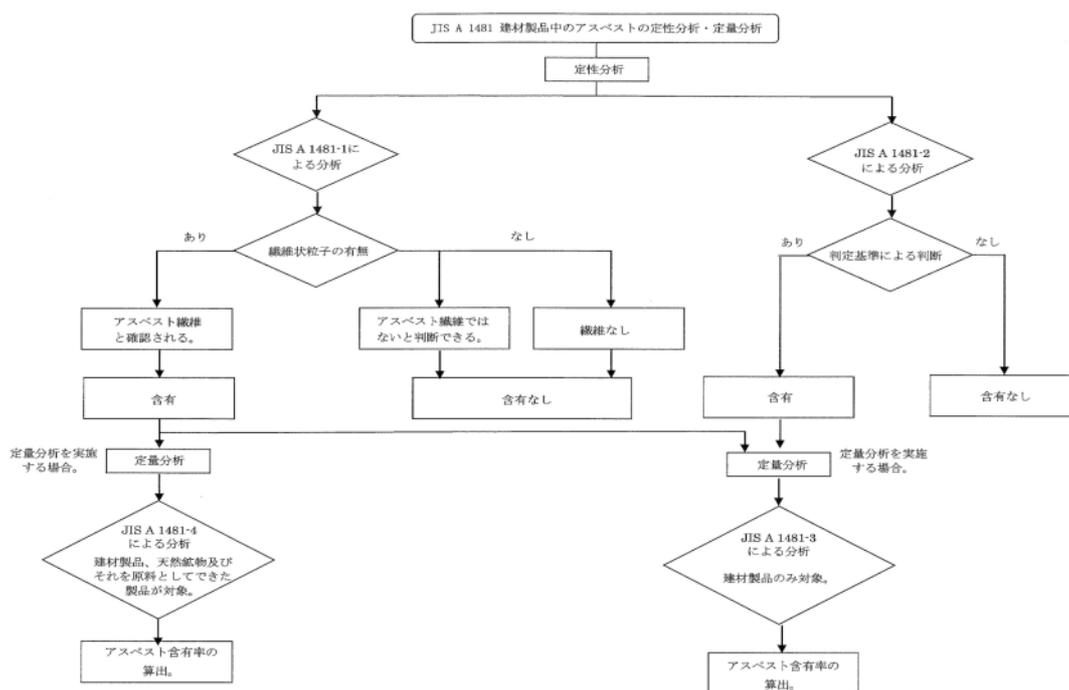


図 2.1 JIS A 1481 規格群による分析の流れ

第3章. JIS A 1481-1 の分析に係る留意点

3.1. 分析の概要

JIS A 1481-1 によるアスベスト含有率測定は図 3.1 の流れに従って実施する。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。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）。

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。前処理が必要な場合は適切な前処理を行う。次に、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。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。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。

※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。

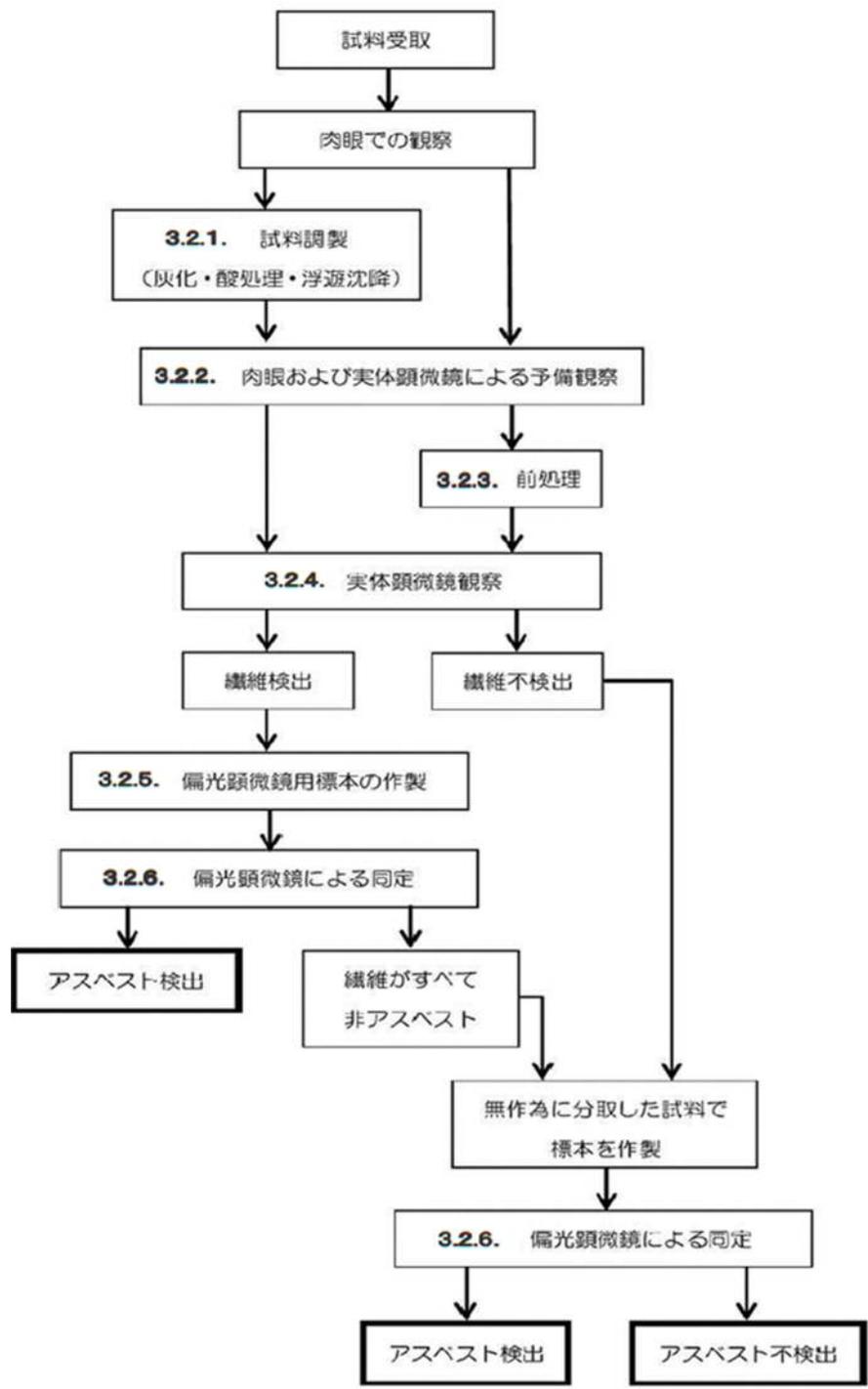


図 3.1 JIS A 1481-1 での分析の流れ

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を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ラ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。

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。

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。この酸処理でクリソタイルの屈折率がわずかに低下することに留意すること。他のアスベストの光学的性質には影響しない。酸処理の際は、メノウ乳鉢に試料を入れ、蒸留水で試料を軽く湿らせてから塩酸を注ぐようにする。試料が飛び散る恐れがあるので試料に直接塩酸を注がないよう注意する。乳棒で軽くすりつぶしながら塩酸を加えていき、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濾過する。吸引濾過が終わった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。

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ことができる。酸処理に続いて行う場合は、酸処理後の濾過をせずに直接以下の手順で浮遊沈降法を行う。

- ① 約 300mL の無じん水を入れた 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。
- ④ 150mL 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 無じん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。

こうした試料調製は常に行わなければならないわけではないが、きわめて含有量が低いと予想される場合やアスベストの分布が不均一である可能性が高い場合に有効である。灰化、酸処理、浮遊沈降を組み合わせて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

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。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。次に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。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。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。

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。クリソタイルは濃塩酸にわずかに溶けるので角閃石系アスベストが疑われる場合に使用する。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。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、濾過してから数回水で洗い流すようにする。

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°Cでの灰化を行う。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。浸液に浸した状態で 150°C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。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。実体顕微鏡観察では、繊維束や繊維を探し、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のように、見た目では繊維の種類を仮に同定する。この観察は倍率 10 倍で行い、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。

この作業を行うには、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。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。

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しておくようにする。一部の層にのみ比較的低濃度のア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。

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。

3.2.5. 偏光顕微鏡用標本の作製

清浄なスライドガラス上に適切な浸液を滴下し、実体顕微鏡観察で検出された代表的な繊維をその中に浸して清浄なカバーガラスを静かにかぶせ、偏光顕微鏡用の標本を作製する。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。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ア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 枚以上の標本を作製し、偏光顕微鏡で分析する。

標本を作製する時、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）。

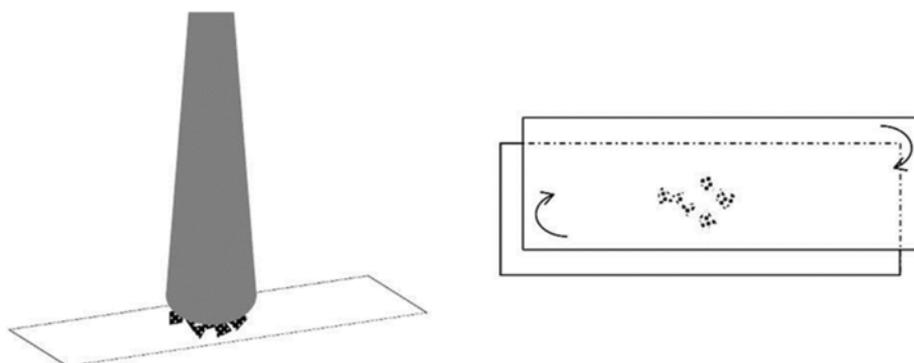


図 3.2 塊のつぶし方の例

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 |
| 伸長性 | : 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。

- 5 μm 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。
- 繊維の伸長方向に沿って、0.5 μm 未満の太さの非常に細い単繊維に分けられる（太さ 0.5 μm の単独の繊維は偏光顕微鏡で見ることが困難であるが、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 μm の繊維が多数集まっている様子が観察できる）。
- 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

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 1：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 2：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3：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。ステージ下にある開口絞りを絞ったほうが見やすい。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。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

複数の屈折率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の振動方向と 45° になっていると干渉色が観察される。アスベストの場合、干渉色は繊維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。

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。クリソタイルの場合は複屈折が低いので細かい繊維は灰色に、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、細かい繊維では白色、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。

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。

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。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、区別を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に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) 伸長性

伸長性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性が正であるとし、逆の場合を負であるとする。クロスポーラで鋭敏色検板をポラライザ、アナライザの振動方向に対して45°になるように挿入したときの繊維の色から、伸長性を決定することができる。この時、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。

伸長性の正負で、それぞれの色は以下ようになる。

| | |
|----------|-------------|
| 伸長性が正の繊維 | 北東—南西方向で青緑色 |
| | 北西—南東方向で橙黄色 |
| 伸長性が負の繊維 | 北東—南西方向で橙黄色 |
| | 北西—南東方向で青緑色 |

クロシドライトは唯一伸長性が負となるアスベストであるが、300°C以上の加熱を受けると伸長性の正負が逆転する場合がある。

留意点：検板には屈折率の大小の方向(X' およびZ' または α および γ)が表示されているので、X' または α が北西—南東方向、Z' または γ 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、付着物などがついていないきれいな繊維を既知の屈折率を持つ浸液に浸し、ポラライザの振動方向に対して平行及び垂直にして分散色を見るこ

とにより確認できる。分散色を見る際には、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し、分散染色用対物レンズに切り替える。

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 >> 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 << 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。

繊維の向きを変えると、屈折率の違いに応じて違う分散色が観察される。クリソタイル、アモサイト、クロシドライトの同定にはそれぞれ 1.550、1.680、1.700 の浸液を用いる。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。ポ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性が負であること、多色性から同定を行うことが可能である。

トレモライト、アクチノライト、アンソフィライトは、1.605 と 1.630 の浸液を使って同定することができる。繊維のうち一部が斜消光を示していればトレモライトまたはアクチノライトが疑われる。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。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。

こうした種類の繊維が存在する場合には屈折率 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。

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。パーミキ

ユ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、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った場合は、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。

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 (⊥) | 分散色 () |
|----------------|--------|---------|----------|
| 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。

【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。

3.3. 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℃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。

- ・伸長性の正負の反転（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性が変化しない。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、稀に伸長性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性は負で、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場合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性が変化する。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、伸長性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

| | |
|----------------|-----------------------|
| スレートボード、スレート波板 | ナイフで削る、ピンセットでほぐす |
| けい酸カルシウム板第一種 | |
| 窯業系サイディング | |
| ビニル床タイル | ナイフで削る、ピンセットや乳棒で押しつぶす |
| 岩綿(ロックウール)吸音板 | ピンセットや乳棒で押しつぶす |

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ので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 μ 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。試料が実体顕微鏡観察で色や質感から均一であると判断されれば、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、偏光顕微鏡で均一性を確かめる。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。不均一の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。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3.3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

が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。

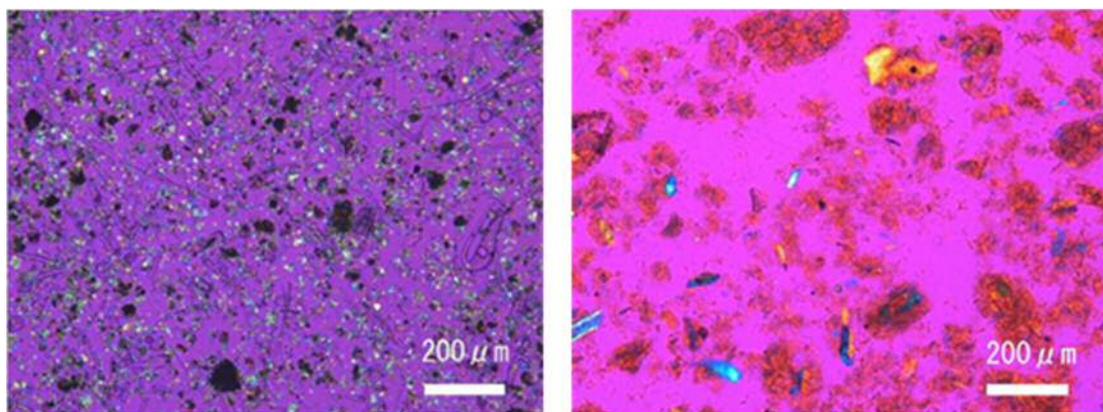


図 3.3 適切なプレパラートの例 (倍率 100 倍)

留意点：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、2mol/L 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 3.4)。

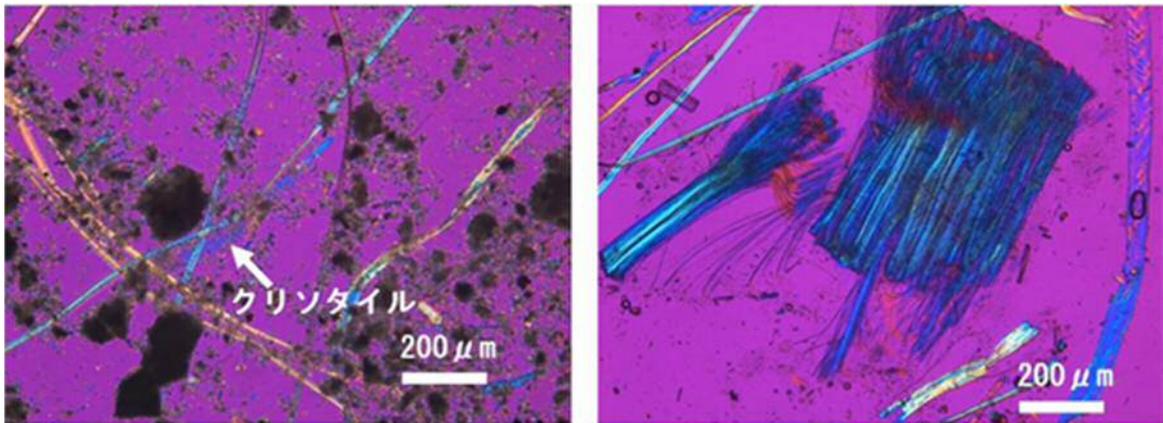


図 3.4 耐火二層管試料の酸処理前（左）と酸処理後（右）の偏光顕微鏡写真（倍率 100 倍）

留意点：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 3.5）。

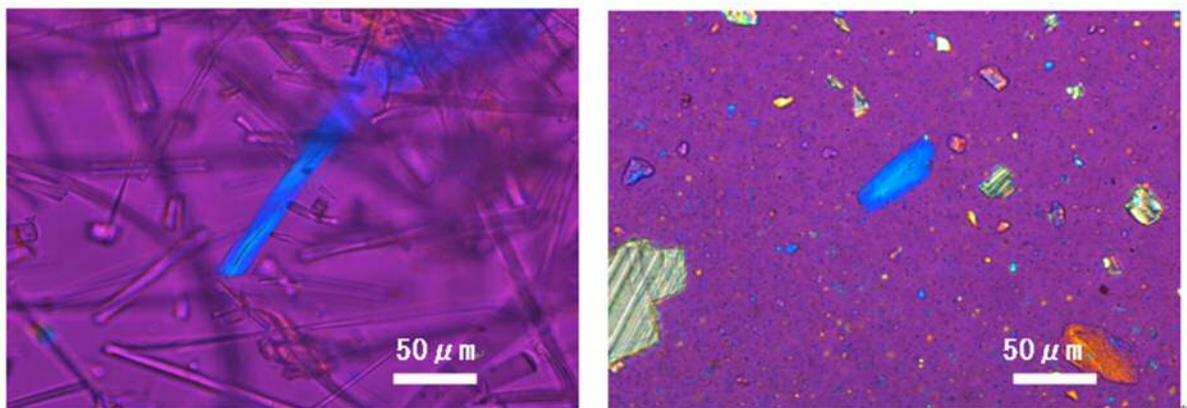


図 3.5 ロックウール吸音天井板（岩綿吸音板）試料（左）とビニル床タイル（右）中のクリソタイルの偏光顕微鏡写真（倍率 400 倍）

留意点：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：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。

【参考】

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 $0.1\mu\text{g}$ 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、 $2\mu\text{m}\phi$ のクリソタイル繊維で長さ $10\mu\text{m}$ の重量は約 $0.9 \times 10^{-4} \mu\text{g}$ ($1 \times 1 \times 3.14 \times 10 \times 3$ (密度) $\times 10^{-12}$) g となる。また角閃石では約 $1.2 \times 10^{-4} \mu\text{g}$ ($2 \times 2 \times 10 \times 3 \times 10^{-12}$ g) 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、1mg 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 mg を観察する。

第4章. JIS A 1481-2 の分析に係る留意点

4.1. JIS A 1481-2 による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。

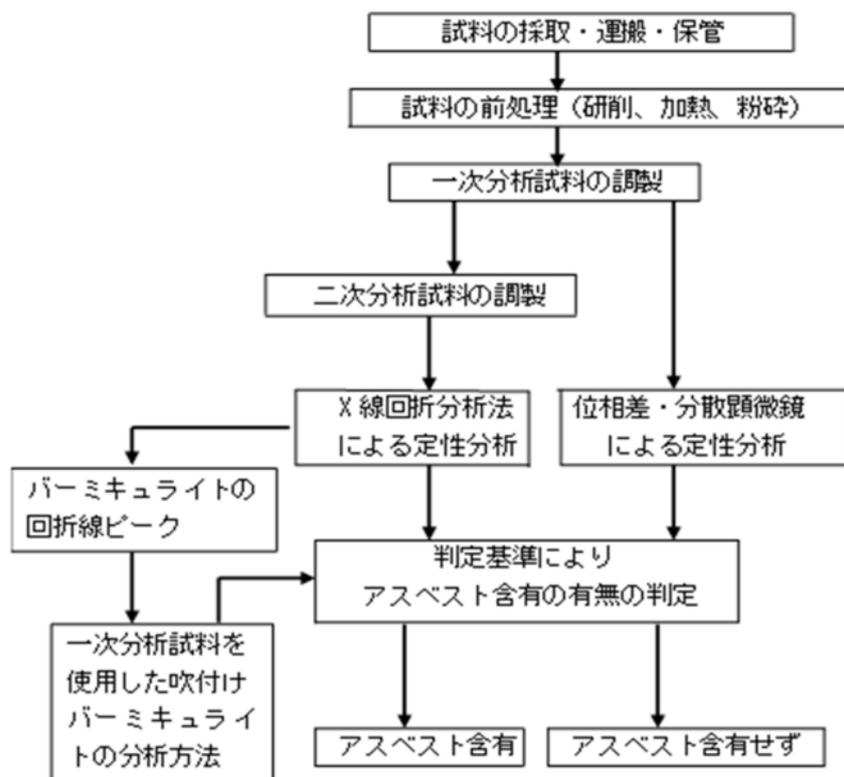


図 4.1 建材製品中の石綿含有の判定のための定性分析手順

4.1.1. JIS A 1481-2 の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 μm 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 μm 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。

(2) 有機成分試料の場合

3ヶ所から採取した試料の必要量を同量ずつとり、磁性るつぼに入れ、450°C \pm 10°C に設定した電気炉に入れ、1時間以上加熱後清浄な状態で放冷して有機成分を灰化した後、試料を粉砕器に入れ、(1)に従って粉砕・調整し、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し、減量率：r を算出する。

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

留意点：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%の硝酸を20ml、無じん水を40mlの割合で加えて、超音波洗浄器で1分間分散した後、30°C±1°C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。

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。

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 _β 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 (2θ) (°) | 5~70° |

- 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 : 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 3 : 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 4 : 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 5 : 煙突用の断熱材は、重油等の燃焼により発生した SO_x 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。

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 (2θ) 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 (Å) 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。

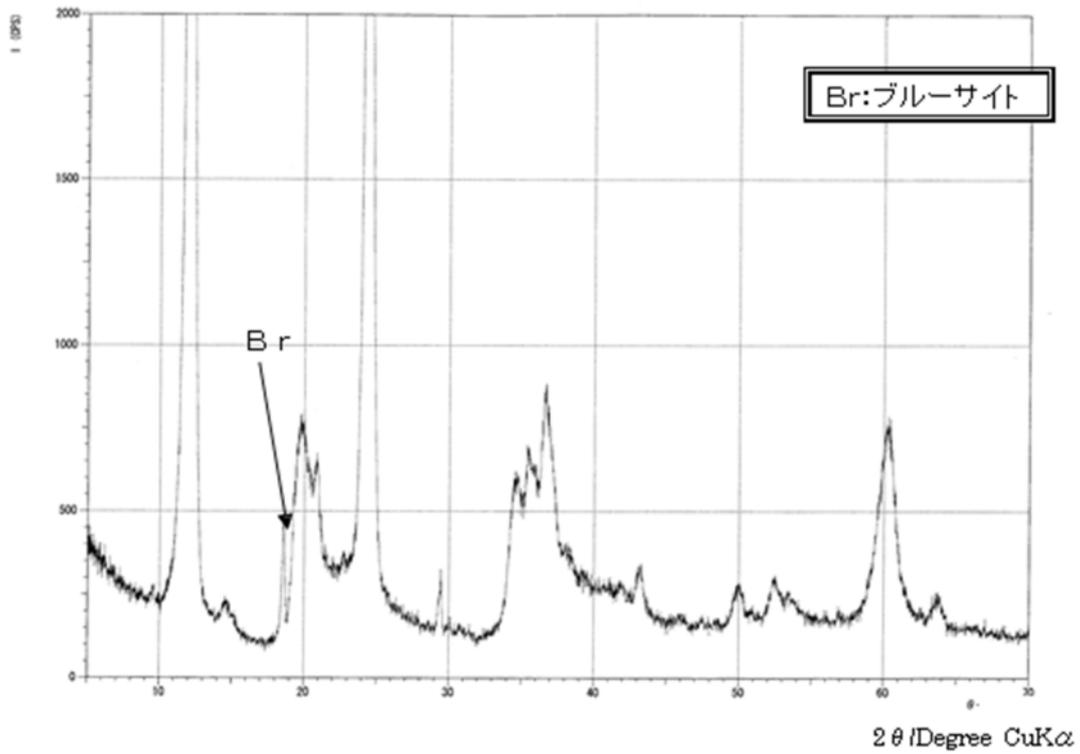


図 4.2 クリソタイル JAW131 の X 線回折パターン

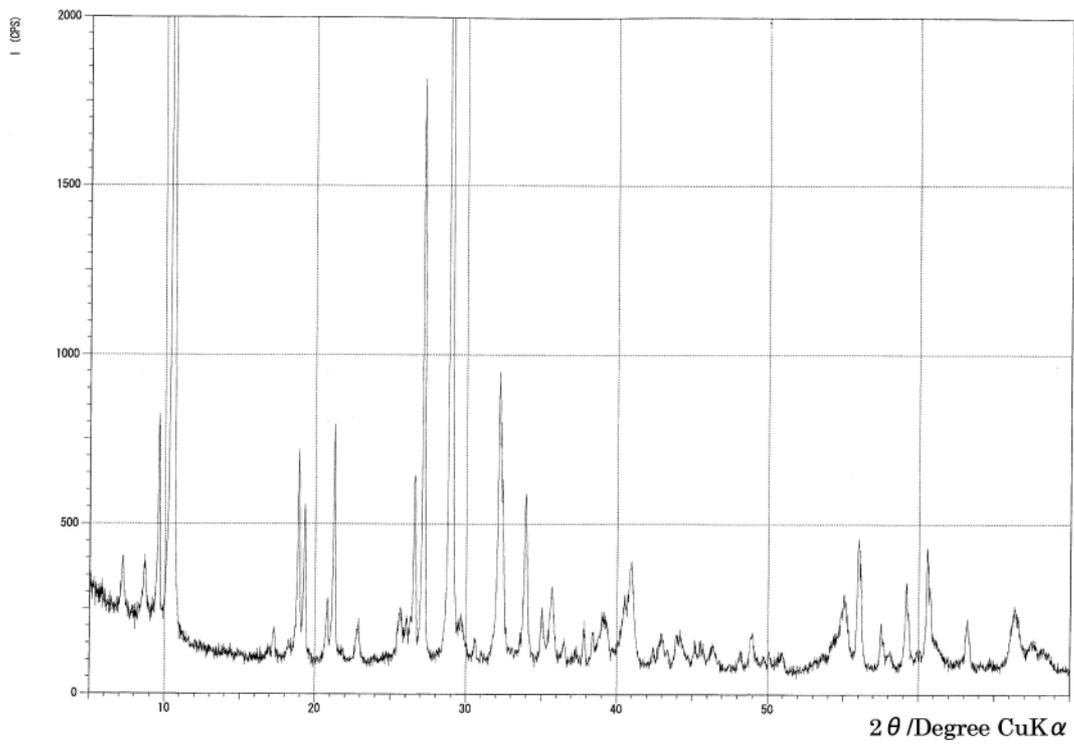


図 4.3. アモサイト JAW231 の X 線回折パターン

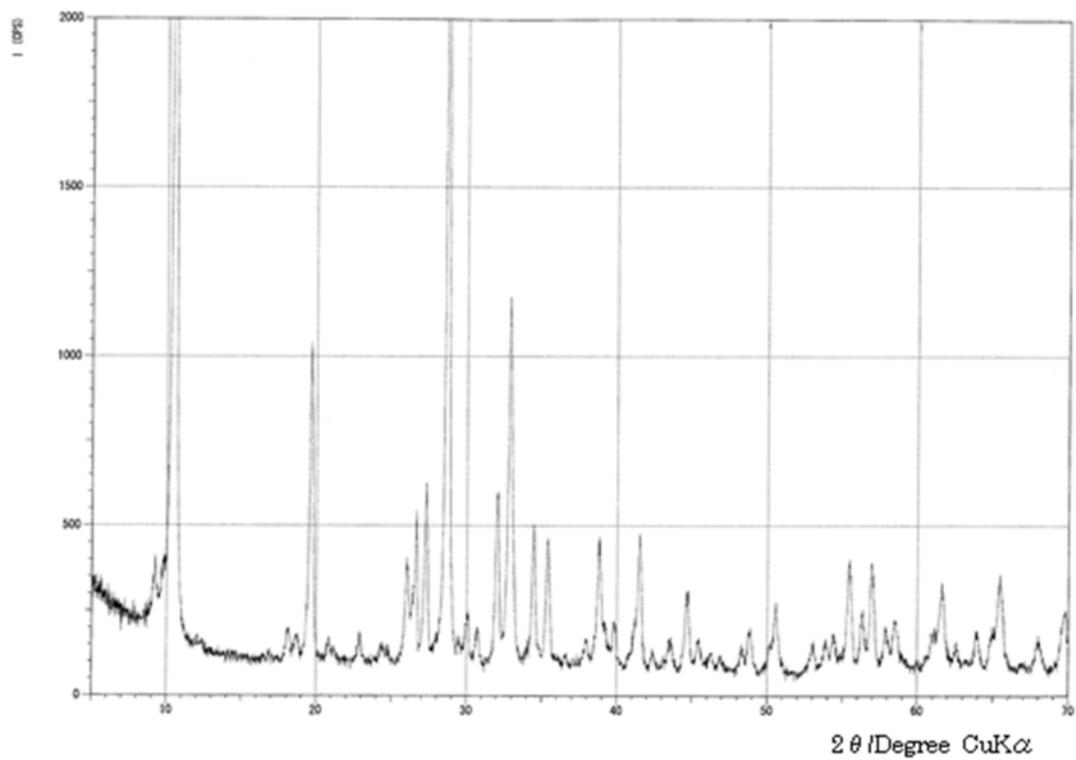


図 4.4 クロシドライト JAW331 の X 線回折パターン

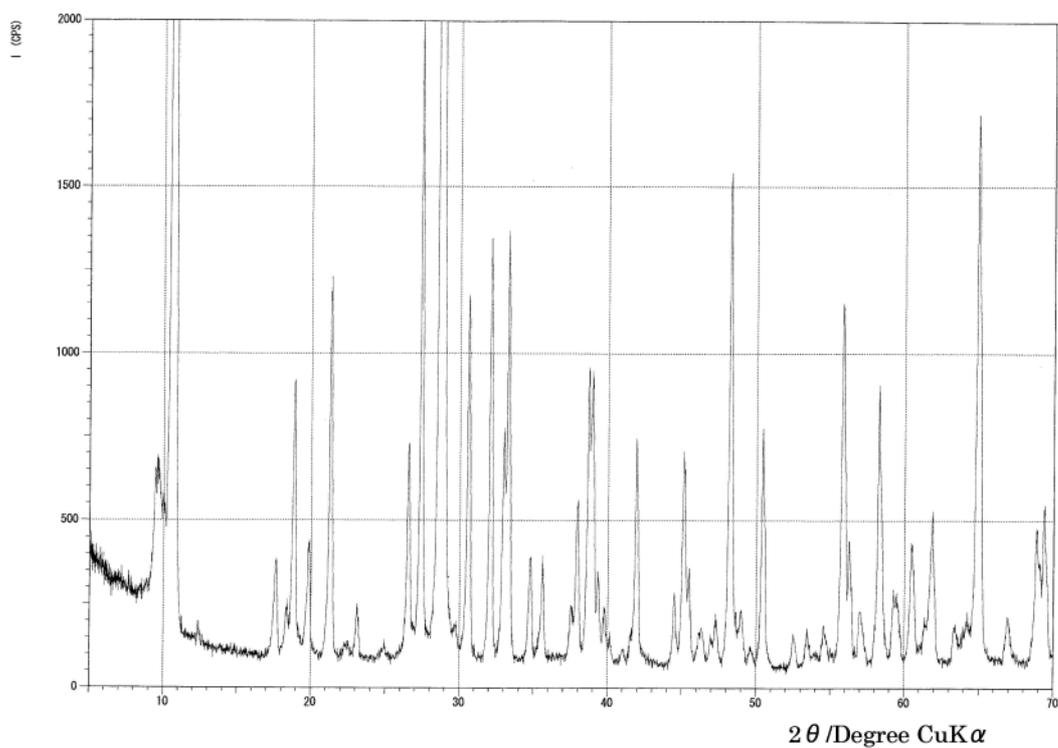


図 4.5 トレモライト/アクチノライト JAW531 の X 線回折パターン

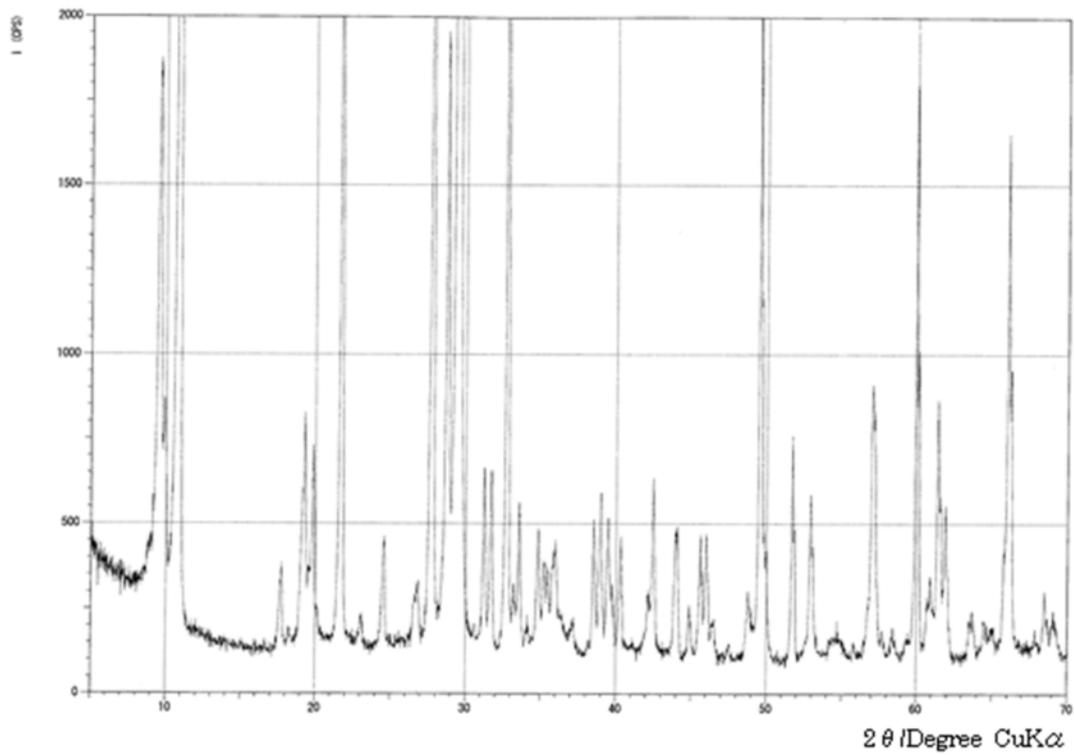


図 4.6 アンソフィライト JAW431 の X 線回折パターン

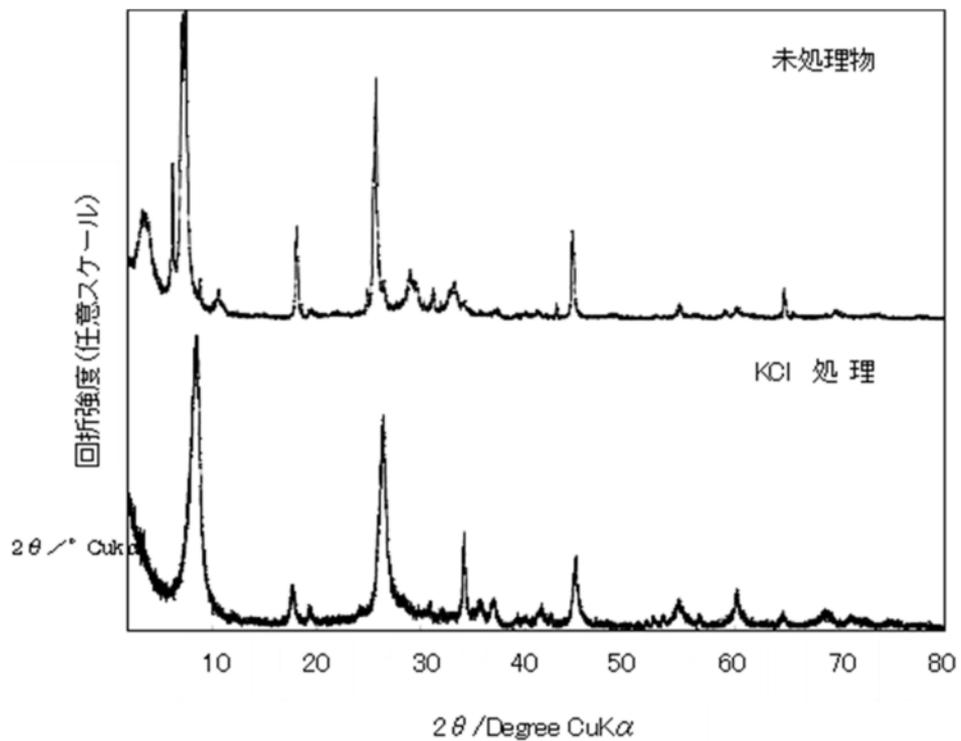
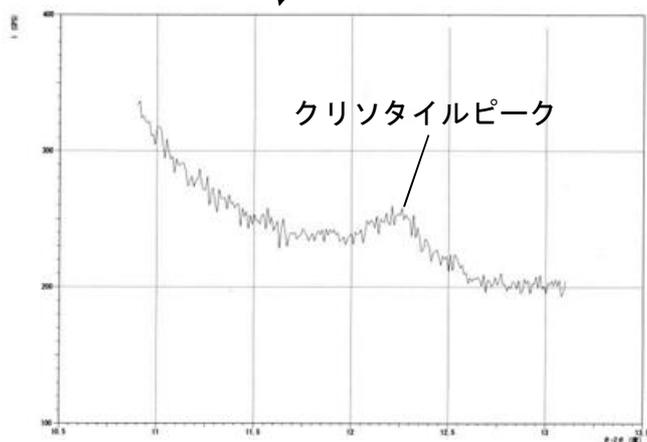
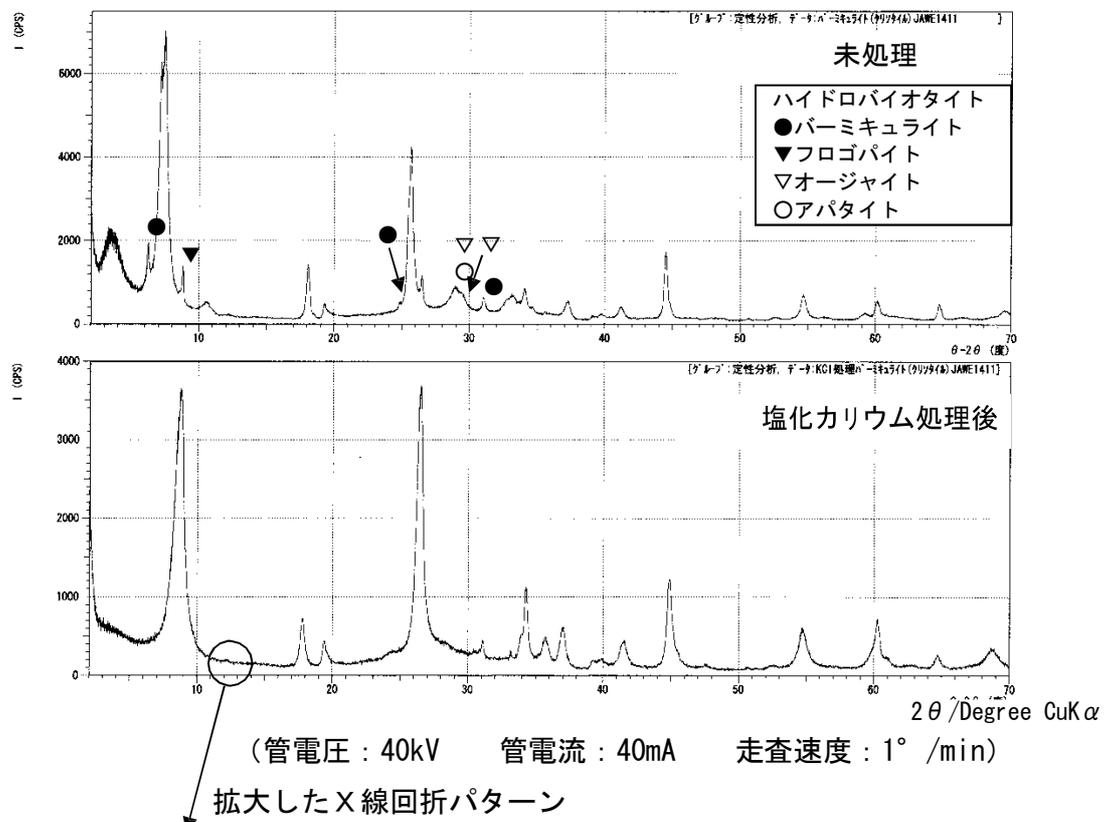


図 4.7 バーミキュライト未処理及び KCl 処理物の X 線回折パターン



(管電圧: 40kV 管電流: 40mA 走査速度: 1/8° /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

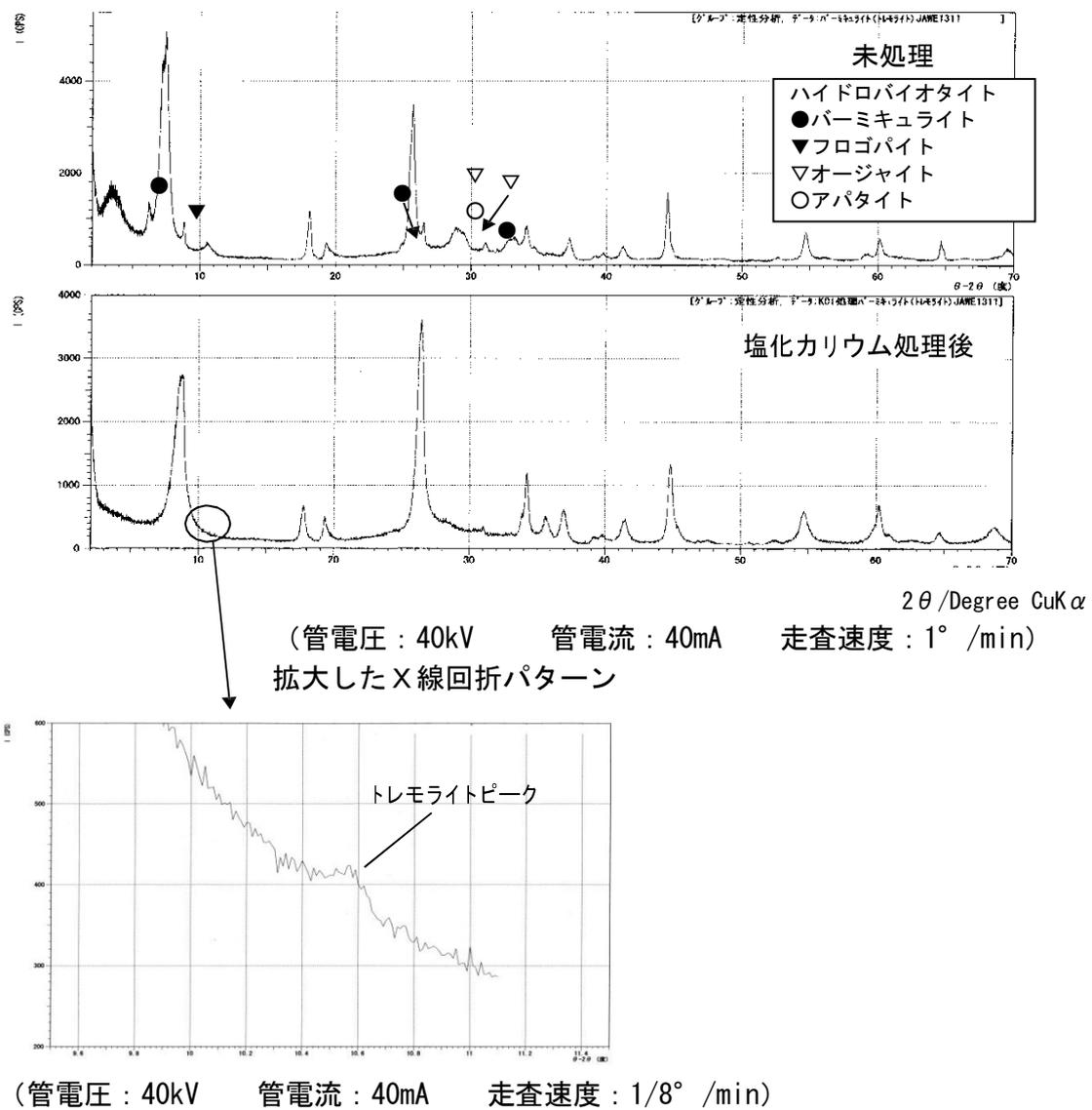


図 4.9. パーミキュライト標準試料 (トレモライト 0.5%含有) のX線回折パターン

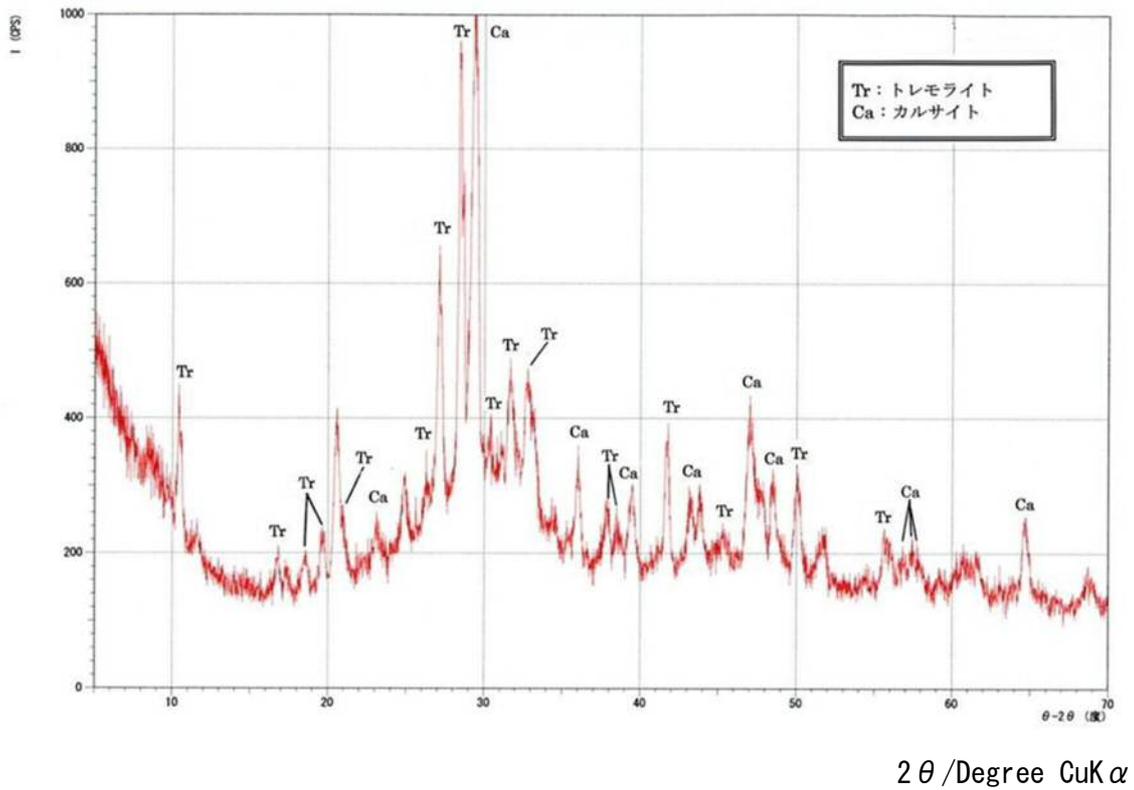


図 4.10 吹付け材の一次分析試料の定性分析例

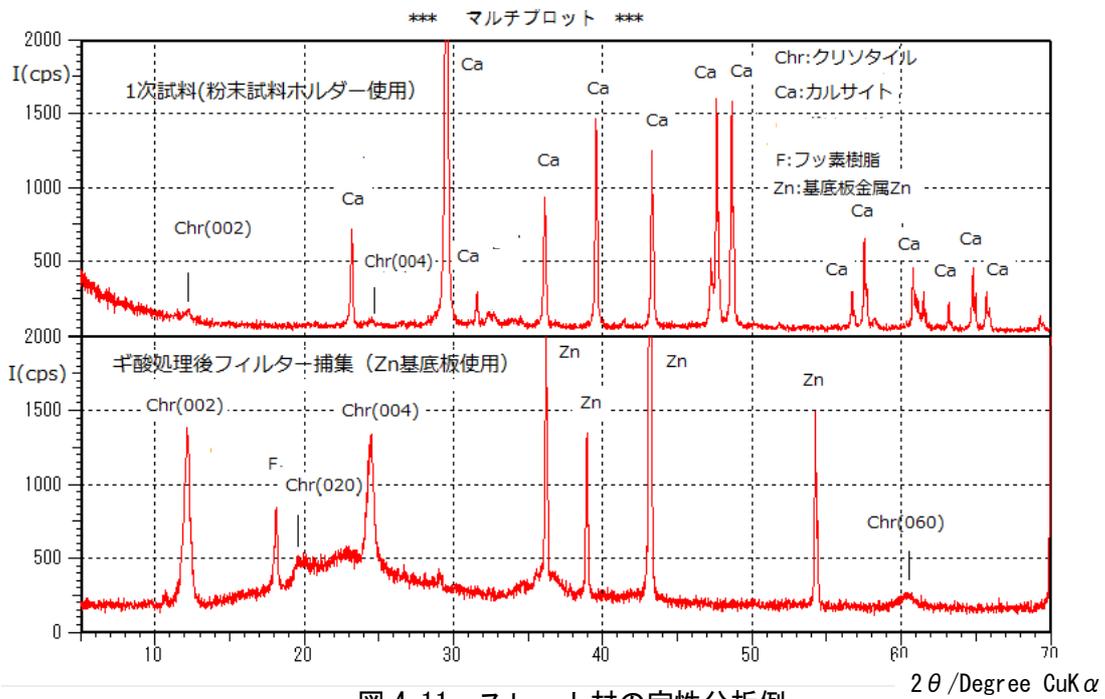


図 4.11 スレート材の定性分析例

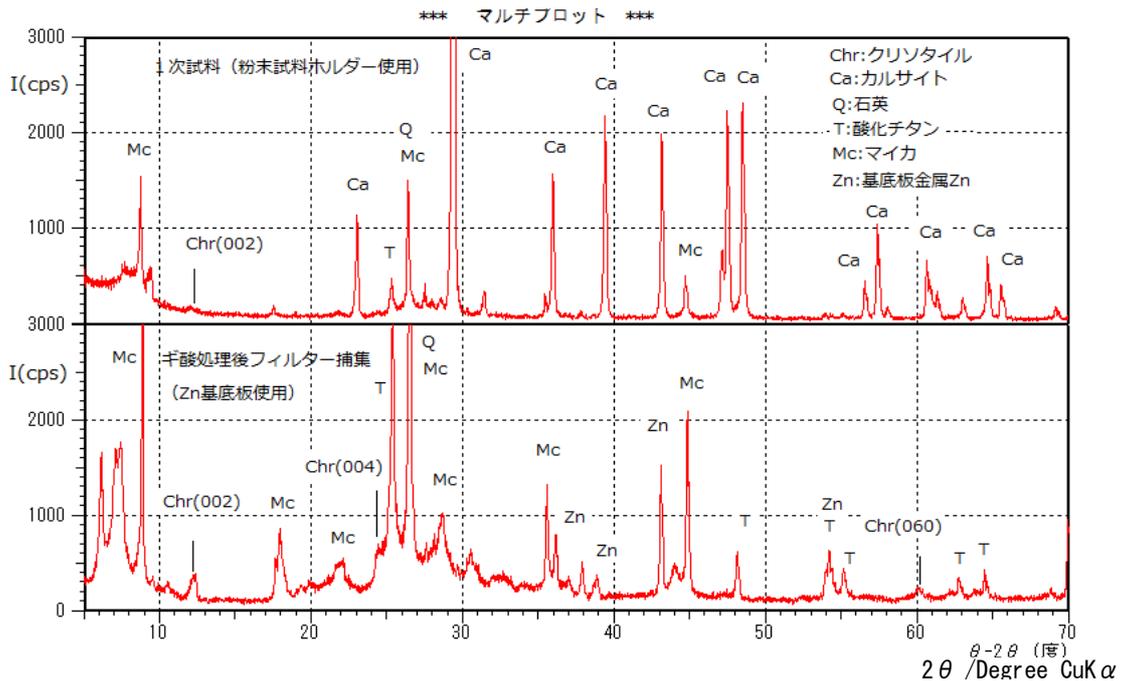


図 4.12 配電盤吹付け材の定性分析例

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（トレモライト含有ロックウール吹付け材）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 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 に残さ（渣）率の高い [残さ（渣）率 : 0.22, 配電盤吹付け材] 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。マイカ（図中 Mc : 金雲母）は一部溶解するが、石英、酸化チタン（ TiO_2 アナターゼ型）などはほとんど溶解しない傾向が認められる。この結果から、耐酸性の強い酸化物は溶解しないことが確認できる。

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 Un : 未同定ピーク

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 α)
 ※総ての石綿データは Cu-K α 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 θ (°) | d(Å) | I/I ₀ |
|----------------|-------|------------------|
| 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 ₀ |
|--------|--------|------------------|
| 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 ₀ |
|--------|--------|------------------|
| 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 ₀ |
|--------|-------|------------------|
| 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 ₀ |
|--------|-------|------------------|
| 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 ₀ |
|--------|-------|------------------|
| 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 ₀ |
|--------|-------|------------------|
| 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 ₀ |
|--------|-------|------------------|
| 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 ₀ |
|--------|--------|------------------|
| 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

| $2\theta (^{\circ})$ | $d(\text{\AA})$ | I/I_0 |
|----------------------|-----------------|---------|
| 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 |

| $2\theta (^{\circ})$ | $d(\text{\AA})$ | I/I_0 |
|----------------------|-----------------|---------|
| 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

| 2θ (°) | 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

| 2θ (°) | 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 ₀ |
|--------|-------|------------------|
| 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 ₀ |
|--------|--------|------------------|
| 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 :

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 と無じん水 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 μ l 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。

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：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。

(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 4.15 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、その中で分散色を示す粒子が認められた浸液を選択することが望ましい。

写真 4.1 標本作製用円形ガイドの例

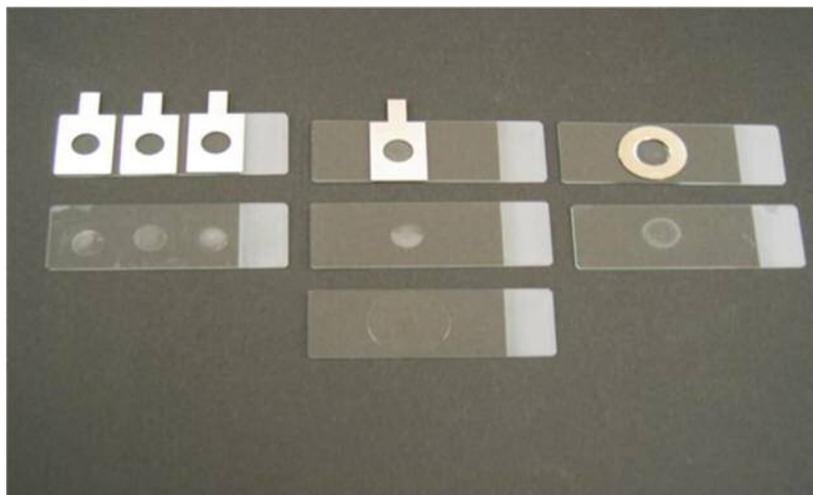


表 4.15 アスベストの分散色

| 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 ^{b)} | 赤紫～青 | 橙 | 青 |
| アモサイト | 1.680 ^{b)} | 桃 | 橙 | 青 |
| | 1.700 | 青 | 濃青～紫 | 淡青 |
| クロシドライト | 1.680 | だいたい(橙) ～赤褐 | 濃橙 | 淡橙 |
| | 1.690 ^{b)} | 桃 | 桃 | 桃 |
| | 1.700 | 青 | 淡青 | 濃青 |
| トレモライト | 1.605 | ゴールデン イエロー | ゴールデン イエロー | 紫 |
| | 1.620 ^{b)} | 赤紫 | 橙 | 青 |
| | 1.640 | 青 | 青 | 淡青 |
| アクチノライト | 1.626 又は 1.628 ^{b)} | 赤紫～桃 | 橙～赤紫 | 青 |
| | 1.630 | 桃～薄青 | 橙～赤紫 | 青 |
| アンソフィライト | 1.605 | ゴールデン イエロー | 淡ゴールデン イエロー | 橙 |
| | 1.618 ^{b)} | 橙～赤紫 | 橙 | 赤紫～青 |
| | 1.640 | 青 | 濃青 | 淡青 |

注 a) 25°Cにおける屈折率を示す。
 b) それぞれの石綿の鋭敏色を示す屈折率である。
 c) 顕微鏡に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：表 4.15 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。

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 μ 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 μ m の円の境界に掛かる粒子の取り扱い、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を作製し直すこと。

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を作製し直すこと。

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 3.15 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 3.15 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 標本を作製し、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 粒子中に分散色を示したアスベスト繊維が 15 本確認されたとする。このとき計数した粒子の総数 3000 粒子に占めるアスベスト繊維数の割合は $(15 \div 3000) \times 100 = 0.5\%$ であるから、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 $25 \times 0.5 = 12.5\%$ 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 μm 以下の篩下に調整する。

目開き 75 μm 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 $^{\circ}\text{C}$ 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 $^{\circ}\text{C}$ 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 4.16 に示した定性分析条件で走査範囲 (2θ) 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パ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4.17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：アスベスト含有パ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4.16 吹付けパーミキュライトの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_{β} 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（ 2θ ）（°） | 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 4.17 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 _β 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) | 連続スキヤニング (° /min) | 1/8~1/16 |
| | ステップスキヤニング | 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) (°) | | 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。

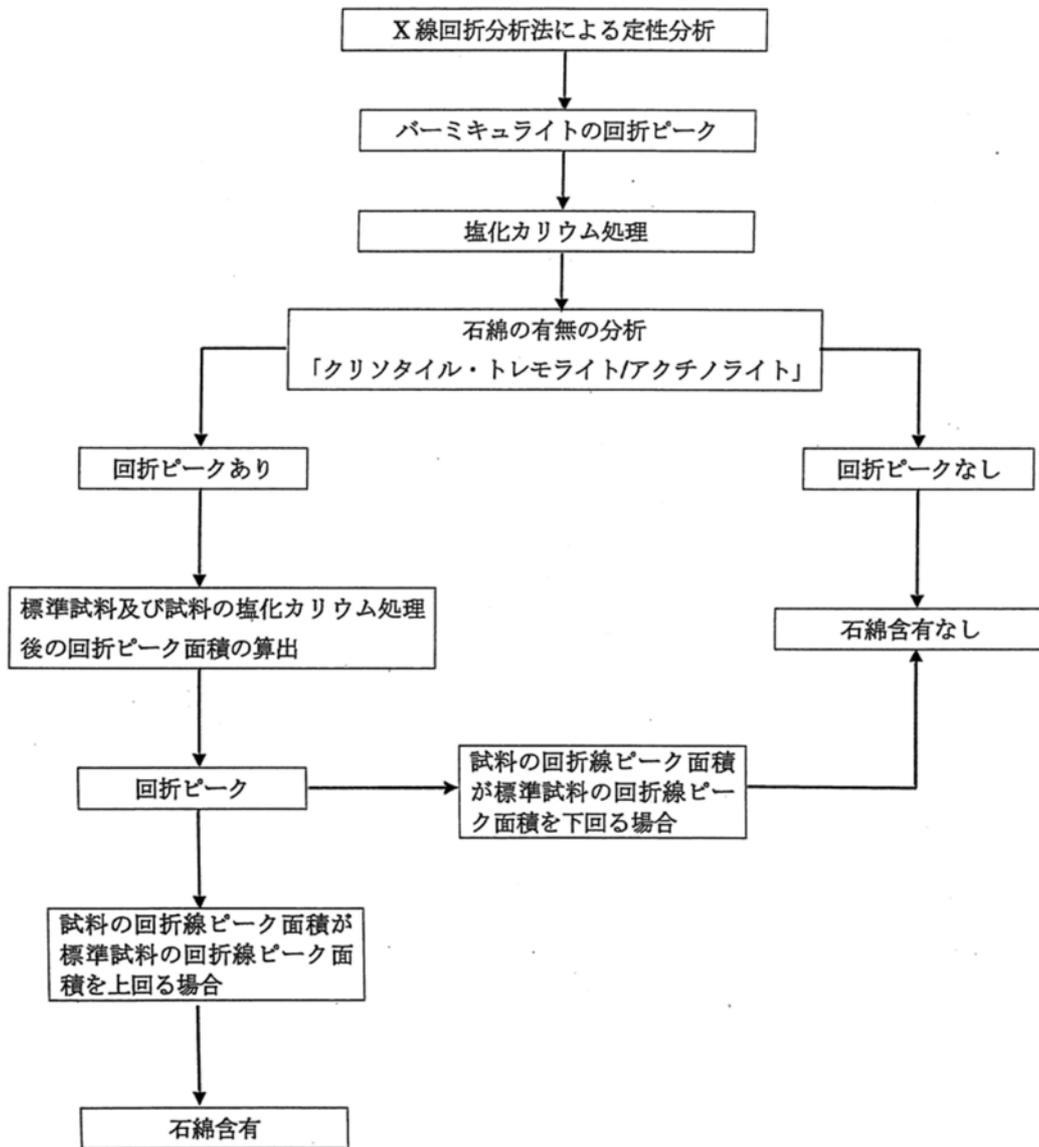


図 4.13 吹付けパーミキュライトの分析手順

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 粒子未満の場合は、「アスベスト含有無し」の試料と判定する。
- (5) 吹付けバーミキュライト中のアスベスト含有の有無の判定は、塩化カリウム処理した一次分析試料にアスベストと考えられる回折ピーク（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。

第5章. JIS A 1481-3 の分析に係る留意点

5.1. JIS A 1481-3 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、JIS A 1481-1 および JIS A 1481-2 において『アスベスト含有』と判定された試料について、X線回折分析方法によって、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。

JIS A 1481-1 および JIS A 1481-2 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、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およびそれを原料としてできた製品については、適用されない。

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、厚生労働省ホームページ参照）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 25 mm のふっ素樹脂バイнда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。

一次分析試料を 100mg (M_1 ：一次分析試料の秤量値) 精秤して、コニカルビーカーに入れ、20%のぎ酸を 20ml、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。

30±1°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。

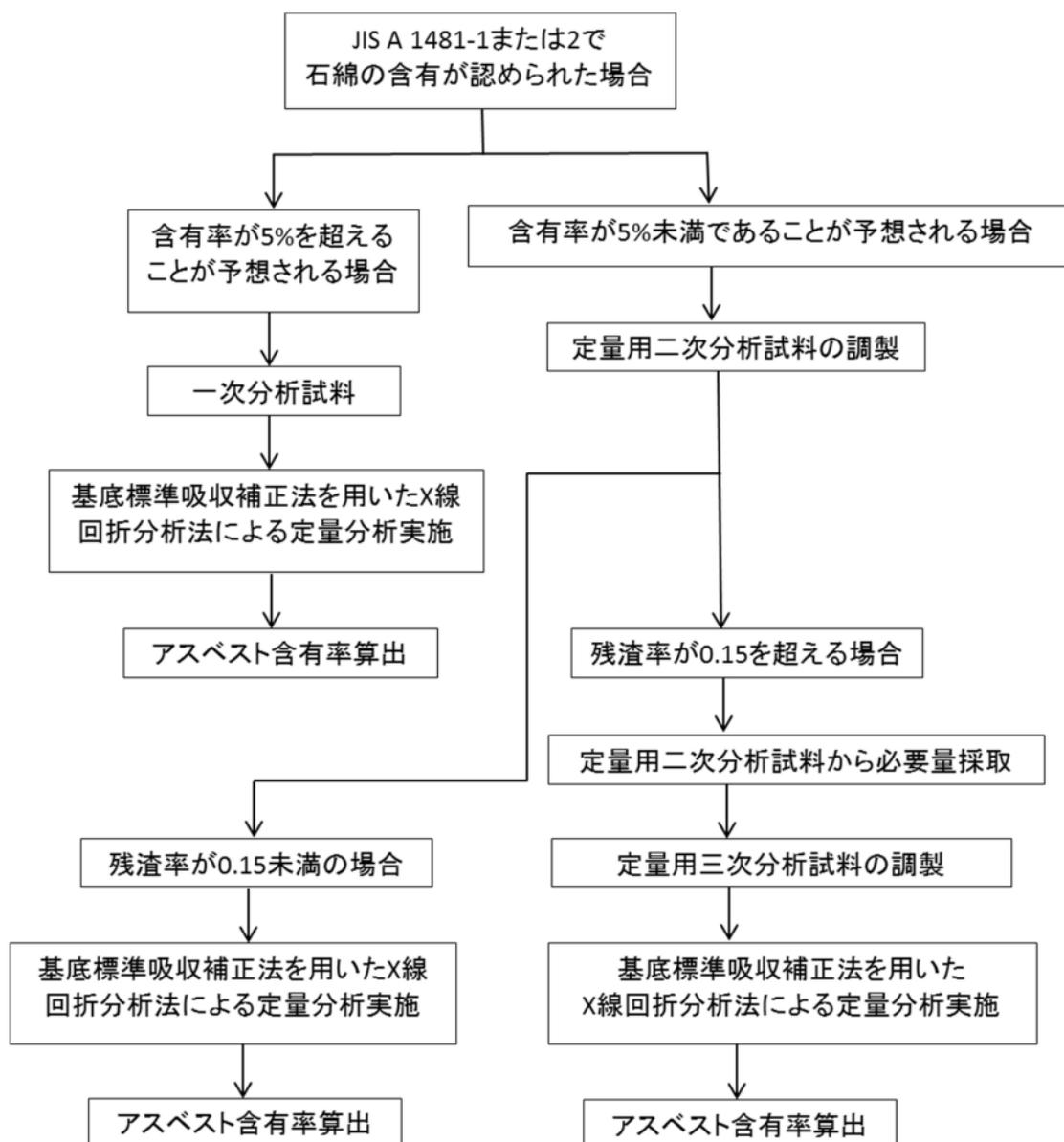


図 5.1 建材製品中のアスベスト含有率定量分析手順

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 : 一次分析試料を 4.1.1.1(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 2 : 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 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、無じん水を40mlを加えて、12分間放置する。
- ⑦ その後、無じん水で洗浄しながら、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をもつ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

JIS A 1481-3 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、アスベスト含有率の予想によって、検量線 I 法または検量線 II 法のいずれかにより作成する。

検量線 I 法および検量線 II 法は共に相関係数 (R) が 0.99 以上 (又は決定係数 (R²) が 0.98 以上) とする。

検量線 I 法はアスベスト含有率が 1% を超えて含有する場合に、検量線 II 法は 1% 未満の場合に使用することが望ましい。

(1) 検量線 I 法

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 0.1mg、0.5mg、1.0mg、3.0mg、5.0mg を目安に精秤し、秤量別に五個のコニカルビーカーに入れ、それぞれ 20% のぎ酸を 0.02ml、0.1ml、0.2ml、0.6ml、1.0ml、無じん水を 0.04ml、0.2ml、0.4ml、1.2ml、2.0ml 加えて超音波洗浄器で 1 分間分散する。

その後、30°C±1°C に設定した恒温槽内に入れ、12 分間連続して振蕩する。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、フィルタ上に捕集された試料の質量を求め、検量線 I 法用試料とする。

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 に示す分析条件で計測し、基底標準吸収補正法によって検量線を作成する。

(2) 検量線 II 法

検量線の作成に使用する、直径 25mm の白色メンブランフィルタ (ポアサイズ 0.45) 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 10mg を精秤して、500ml のビーカーに入れ、イソプロピルアルコール 100~150ml 中でよく攪拌した後、超音波洗浄器を用いて十分に分散させる。

調製したアスベスト標準試料溶液を 1000ml のメスフラスコに移してイソプロピルアルコールを追加して 1000ml に定容し、母液とする。（母液 1ml あたり 0.01mg に相当する。）

次に、母液から 5ml、10ml、30ml、50ml および 100ml の懸濁液を、それぞれ 3 点ピペットで分取してコニカルビーカーに入れ、各溶液にそれぞれ 0.01ml、0.02ml、0.06ml、0.1ml および 0.2ml のぎ酸を加えて、1 分間よく攪拌させる。

その後、 $30\pm 1^{\circ}\text{C}$ に設定した恒温槽内に入れ、12 分間連続して振蕩する。白色メンブラン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ない、無じん水にて数回洗浄し、検量線Ⅱ法用試料とする。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検量線を作成する。

留意点 1 : 母液の調整にあたっては、アスベスト標準試料の秤量精度を担保するために 10 mg としているが、使用する標準溶液の量を考慮して母液 1ml あたり 0.01mg に相当する 2.5mg を精秤し、100ml のビーカーに入れ、イソプロピルアルコール 50ml 中でよく攪拌した後、超音波洗浄器を用いて十分に分散させる。調製したアスベスト標準試料溶液を 250ml のメスフラスコに移してイソプロピルアルコールを追加して 250ml に定容し、母液としてもよい。

留意点 2 : 分取時には母液の入った全量フラスコの全量をコニカルビーカーに移した後、十分に振とうし、手早くピペットで吸引する。

留意点 3 : 長い時間静置した母液は分散アスベストが沈降している可能性があるため、使用前によく振とうするなどして、目視で均一に分散していることを確認するように注意する。

留意点 4 : 10ml 未満の少量の溶液には、10 ml 以上になるようにイソプロピルアルコールを追加する。

留意点 5 : ふっ素樹脂バイндаグラスファイバーフィルタを使用する場合はアモサイトがふっ素樹脂バイндаグラスファイバーフィルタを透過する可能性があるため、予めフィルタの質量を秤量しておき、吸引ろ過後、乾燥済みのフィルタの質量を秤量して、フィルタ上に捕集された試料の質量を求めておくこと。

留意点 6 : 白色メンブランフィルタを使用した場合は低角度側でバックグラウンドが高

くなるので、注意すること。

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_x 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、見かけ上低くなることが原因であり、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 _β 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_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_2} : 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_1 : 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 (σ) 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 (%)

σ : 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. JIS A 1481-4 の分析に係る留意点

6.1. 分析の概要

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がある。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 |

石綿則第3条第2項に規定する分析による事前調査においては、吹付け材については、石綿をその重量の 0.1%を超えて含有するか否かの判断のみならず、石綿の含有率についても分析することが望ましいとされている（平成 26 年 3 月 31 日付け技術上の指針公示第 21 号）ので留意すること。

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、残渣中のアスベス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。

(1) 灰化による有機物の除去

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に進むことができる。

灰化処理ではマッフル炉で 450°C の加熱を 4 時間行う。まず磁性るつぼまたは石英るつぼに耐熱マーカーで試料番号などを書き入れて秤量する。試料をるつぼに入れてから再度秤量し、試料の量を求める。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。加熱後はるつぼが室温まで冷却するのを待ってから秤量を行う。有機物が完全に灰化されていない場合は再度るつぼをマッフル炉に入れて加熱する。

(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。酸処理を行うとクリソタイルの屈折率が低下することに留意する。

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。

(3) 酸に溶ける成分を含む試料

灰化された試料を 200mL の三角フラスコに移し、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てマグネチックスターラーで 15 分間攪拌する。酸は過剰になるように留意する。

孔径 0.4 μm、47mm 径のポリカーボネートフィルタを秤量し、試料名を記載したペトリ皿に入れておく。47mm 径の吸引濾過装置を組み立て、秤量しておいたフィルタを装着する。25mm 径の吸引濾過装置を組み立て、偏光顕微鏡でポイントカウントする場合は孔径 0.45 μm の MEC フィルタ、走査型または透過型電子顕微鏡分析を行う場合は孔径 5 μm の MEC フィルタの上に 0.4 μm のポリカーボネートフィルタを載せたものを装着する。

(4) 浮遊沈降の手順

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。

(5) 浮遊物の除去

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。

(6) 沈殿物の除去

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、同じことを繰り返す。

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。

1000mL ビーカーに蒸留水を加え、700mL にする。

(7) ポイントカウント用フィルタの準備

攪拌とピペットでの空気の吹込みにより、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、用意しておいたポイントカウント用のフィルタに濾過する。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。

(8) 懸濁物の濾過

懸濁液の残りは孔径 0.4 または 0.8 μm の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。

(9) 分離物の秤量

沈殿物やろ過した浮遊物、懸濁物の秤量を行う前に、実体顕微鏡観察を行う。大きなアスベスト繊維束があった場合は、ピンセットでつまんであらかじめ秤量してある容器（小さなアルミホイル片で作ったものでよい）に移す。また、懸濁物中に大きな粒子がある場合もピンセットで沈殿物の容器に移す。

沈殿物をあらかじめ秤量してある 50mm 径のプラスチック製ペトリ皿に移し、秤量する。浮遊物（あった場合）と懸濁物、分離されたアスベスト繊維束をそれぞれ秤量する。

(10) 床タイルの重量濃縮手順

47mm 径の孔径 $0.4\ \mu\text{m}$ のポリカーボネートフィルタを秤量し、サンプル名を入れたペトリ皿に入れておく。47mm 径の吸引濾過装置を組み立てて、秤量したポリカーボネートフィルタを装着する。

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。2mL 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し、発生が止まったらすぐに 10mL の蒸留水で希釈する。濃塩酸に 20 分以上放置しないようにする。

懸濁液は吸引濾過装置でろ過し、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。フィルタを室温まで冷ましてから秤量する。

6.2.2. 残渣中のアスベストの定量手順

(1) ポイントカウント用試料の準備

MEC フィルタを使用する場合は、乾燥させたフィルタを DMF で透明化し、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をピンセットで取って浸液を滴下してポイントカウント用のプレパラートを作製してもよいが、その場合は計数対象となるアスベストと一致しない屈折率の浸液を選ぶようにする(例えば、クリソタイルであれば 1.680 や 1.605 など)。

(2) ポイントカウントのための偏光顕微鏡の調整

- a) クロスポーラにして 530nm の鋭敏色検板を挿入する。
- b) 倍率を 100 程度になるように対物レンズを選ぶ。
- c) 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。
- d) 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。
- e) 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。

(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 6.1 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。

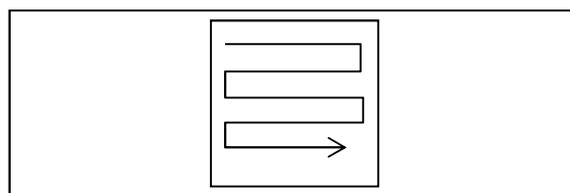


図 6.1 スライド上のポイントの移動例

(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. 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)

7.1. 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。

7.2. 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。

7.3. 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。

7.4. 天然鉱物中の石綿含有率の分析方法

7.4.1. 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、バーミキュライト（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. バ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）。

7.4.2. 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 μ 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する場合は、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おり、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。

7.4.3. 天然鉱物中の石綿含有率の分析方法

7.4.3.1. 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° のトレモライトや 12.1° 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 (2θ) :

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(2θ) 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(2θ) 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.

7.4.3.2. 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 (2θ) 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

7.4.3.3. 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° のトレモライトや 12.1° 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°C から 80°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°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、パーミキュライトに含まれる hidroバイオタイトについて復水の関係で、a) パ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 (2θ) :

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 $1/8^{\circ}$ 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パーミキュライト標準試料とクリソタイル含有パ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。トレモライト含有パーミキュライト標準試料を回折角 (2θ) $10.0-11.0^{\circ}$ (回折ピーク位置 10.4° 付近)、クリソタイル含有パーミキュライト標準試料を回折角 (2θ) $11.0-13.0^{\circ}$ (回折ピーク位置 12.1° 付近) または $23.0-26.0^{\circ}$ (回折ピーク位置 24.3° 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（クォーツ）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

7.4.3.4. 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 μ m) にて溶解残さを回収する。その後、溶解残さ試料を 105 $^{\circ}$ 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 (2θ) 12.1 $^{\circ}$ または 24.3 $^{\circ}$ 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

①X 線回折装置による測定条件の例

測定範囲 (2θ) : クソタイトル 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 $^{\circ}$ 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： α -Al₂O₃ 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8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。これらを参考にして、「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検討した。

表 8.1 に ISO/IEC17025 の要求事項を示した。ISO/IEC17025 では表 8.1 に示す 25 項目について審査を行うことになるが、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を抽出して示した。

なお、この章では、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ておらず、信頼性保証のための考え方のみ示している。具体的な取組に関しては、分析機関それぞれにおいて、本章の具体例等を参考に、分析機関の内情に応じ取組された。また、この章で述べる事項をすべて満たさなければ石綿分析ができないというわけではないが、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寄らず、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で紹介した ISO/IEC17025 の認証制度の利用や（公社）日本作業環境測定協会が平成 27 年度にアスベスト分析機関として備え付けるべき要件等についての講習会を実施し周知を図ったうえで、平成 28 年度以降に開始予定としているアスベスト分析機関の認証制度などを利用し、第三者の認定を受けることも考えられる。

表 8.1 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"> (1) 組織 (2) マネジメントシステム (3) 文書管理 (4) 依頼、見積仕様書及び契約書の確認 (5) 試験所及び校正の下請負契約 (6) サービス及び供給品の購買 (7) 顧客へのサービス (8) 苦情 (9) 不適合の試験・校正業務の管理 (10) 改善 (11) 是正処置 (12) 予防処置 (13) 記録の管理 (14) 内部監査 (15) マネジメントレビュー | <p>2. 技術的要求事項</p> <ul style="list-style-type: none"> (1) 一般 (2) 要員 (3) 施設及び環境条件 (4) 試験・校正方法の妥当性の確認 (5) 設備 (6) 測定のトレサビリティ (7) サンプリング (8) 試験・校正品目の取扱い (9) 試験・校正結果の品質の保証 (10) 結果の報告 |
|---|--|

8.1. 管理上の要求事項

8.1.1. 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、それぞれの分析に関する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」とよぶ）。また、組織として分析結果の信頼性を確保する体制を整えることが必要であると考ええる。

具体的には、「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」、「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」、「検体が分析機関に到着後から、分析が終了するまで にどのような作業工程で行うか」等であり、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・分析結果の管理手順、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操作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、それら手順書が共有・徹底される必要があると考える。なお、これら標準作業手順書が全く作成されていない機関においては、いきなりすべての手順書をそろ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、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こともよいかもしいかな

い。

また組織として、それぞれの作業について責任者もしくは担当者を明確にする他、分析業務の運営を統括的に管理する運営管理者、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、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を選任することが必要であると考え（これらの者は独立に選任する必要は無く、組織の大きさによりしばしば重複する）。

その他、データの信頼性を保証するための分析部門と独立した監査・信頼性保証部門若しくは信頼性保証責任者を定めることが望ましいが、組織上これらの者を定めることができない場合でも、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に監査・点検することが望ましい。

（なお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、その他名称でもかまわない。）

8.1.2. 分析結果の精度管理

分析結果の精度管理においては、分析が社内の取り決め通り分析されていることが前提となるため、前述に示したとおり管理者の役割分担や分析手順書が標準操作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、「分析者が JIS A 1481 に規定する試験方法で分析を実施すること」等が標準操作手順書に明記される必要がある。

併せて、標準操作手順書通り分析が行われるよう標準操作手順書に記載した 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して、これらの分析マニュアルを分析者（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が）、次の具体例に示されるような、精度管理者（もしくは試験の責任者）が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の明確な判断基準を標準操作手順書に定め（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と考える。併せて、精度管理者（もしくは試験の責任者）は分析結果の精度結果を踏まえ、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と考える。

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。

8.1.3. 文書・分析試料の管理

ここでいう文書とは前述の標準操作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（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、分析器の管理台帳など）および外部に発行した文章（例えば、報告様式）をいい、その文書の作成もしくは試料の採取からそれぞれの管理・保管、廃棄に関する手順を標準操作手順書で定め、それら文書・試料が標準操作手順書に従い適切に管理される必要があると考える。

具体的には、結果報告書についての標準操作手順書の例であれば「石綿則第 3 条第 2 項の石綿含有建材等の分析結果の様式の定型の様式（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手続きの内部手続き」「保存された文書の廃棄される場合の手順」「様式改定の社内手続き」などが標準操作手順書で定められ、当該標準操作手順書に基づき保存等される必要があると考える。

8.2. 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、最も重要な点が「分析者の能力」、「分析機器等の設備」、「分析機器の管理」である。依頼のあった建材の分析結果が「アスベスト含有」か「アスベスト含有せず」では、建物を解体する作業内容や解体の費用面でも大きく異なる。また、「アスベスト含有建材を含有せず」と判定することによって、解体現場の近隣で生活している近隣住民にアスベストをばく露させてしまう可能性があり、建材製品中のアスベストの分析結果における判定は極めて重要である。

8.2.1. 分析者の能力

組織として分析能力を維持するためには、まず、分析者に関する「分析者の国家資格、認証資格の所有状況等資格」、「分析者の年間分析検体数はどの程度実施しているのか」等の分析者の分析技術者の能力に関する事項が把握されている必要がある。なお、アスベストの使用用途は多岐に及ぶため、アスベスト建材と言っても、分析者の技量によって前処理を工夫して分析することが要求される。このため、年間の分析実施数が「10

検体」と「100 検体」の分析者では、経験値の差が大きいと考える。このため、検体数の把握も重要である。

なお、検体数の少なさを補う方法として、内部、外部精度管理や情報収集のための講習会の参加は必要であると考ええる。

また、特に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、顕微鏡の調整は重要であると考ええる。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調整し、分析することが必須であり、アスベストの定性結果に及ぼす影響は大きい。このため、分析者自身にあった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は重要なポイントであると考ええる。

運営管理者や試験の責任者は、上述の分析者の能力に関する把握事項に加え、前述の精度管理者（もしくは試験の責任者）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、分析能力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必要があるかもしれない。

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を見据え、前述の分析者の分析能力や精度管理者（もしくは試験の責任者）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必要があると考ええる。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、分析会社内において内部精度管理のような技量確認や技能向上の取組みも重要であり、さらに外部機関等が実施している講習会や向上のためのプログラムへの参加等の実施事項と実施時期が含まれると考える。

なお、分析機関において、規模が小さく、一人の分析者以外分析技術に長けた者がおらず当該分析者の能力の把握が困難な場合や客観的な指標が必要な場合があるが、例えば（公社）日本作業環境測定協会の実施する石綿クロスチェック事業等の外部機関の実施する技能評価制度など利用して能力を把握することもできる。

8.2.2. 設備

8.2.2.1. 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で行う必要がある。他の分析業務との効果的な分離や他の分析業務からの影響を受けないように取り決めがされ、分析が実施される必要があると考える。さらに局所排気装置等各種法令に基づく措置はもとより、その他の設備的に考えうる可能な限りの分析者のばく露防止対策（アスベストのみならず、その他有害な化学物質等のばく露防止対策も含む）が講じられている必要がある。

また、設備的な措置に加え、分析者自身の労働衛生対策として呼吸用保護具や手袋を着用させる必要があるほか、分析者に対してアスベストや規制対象の化学物質の特殊健

康診断を受診させることも環境条件として必要事項である。

なお、それら設備的な措置、環境条件等も踏まえ、分析方法等の標準作業手順書の策定に当たっては、可能な限り有害な物質に暴露しないような手順の検討も必要である。

8.2.2.2. アスベスト標準試料等試薬の所有状況

JIS A 1481 等標準手順書で定めた分析方法に必要な「アスベストの種類別の標準物質」、「屈折液（浸液）」等が保有されており、また適切に管理されている必要があると考える。

8.2.2.3. 分析に関する設備の所有状況

分析に関する設備の所有状況としては、建材製品中のアスベストの分析に必要とされる JIS A 1481 に記載されている器具や機器、分析機器を保有されている必要があると考える。また、一部の分析機器の場合は、性能要件や分析条件を満たせる分析機器であるかを確認する必要がある。

具体的には、例えば、JIS A 1481-2 で分析に使用する分析機器に関しては「付属書 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、付属書 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 に記載されていないが、読取り限度 0.01 mg の電子天秤を所有している必要あると考えられる。

8.2.2.4. 管 理

「分析に関する機器の所有状況」の中の設備の中で、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操作手順書を作成し、当該手順書に基づき必要があると考える。また、当該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と考える。

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、これら機器に関して、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、修理等の記録がなされる必要があると考える。

1) 天秤

トレサビリティを取っているか。標準分銅を所有し、定期的に管理できる体制になっているか。具体的に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。例えば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は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のサービスマンが実施する内容が含まれている。

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 フィルター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ーや水の交換」、「X線管球フィルターの清掃」、「ゴニオメータのグリスアップ」がある。

具体例 2 :

具体的な数値として管球の交換時期を決めていないので、メーカーのサービスマンが所有者のX線回折分析装置を用いて以下の測定を実施して交換時期かどうか判断している。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のピークを観測してピークが見つかれば、そろそろ交換時期と判断している。

その他に定期的にメンテナンスする項目として、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。そこで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装置の状態を把握した上で測定を実施することが望ましい。

具体例 3 :

ダイレクトビームでの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ー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20%減くらいになったら、そろそろ交換時期」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。

その他の定期的にメンテナンスする項目は、検量線の精度が維持されているかどうかの確認のために、検量線を3～6ヶ月に一度チェックする必要があると考える。

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ー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。通年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がガタなくスムーズであること、正しい調整（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）やレンズ面にキズ、汚れがないことの確認である。ユーザーができる項目として清掃・清拭であり、「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がある。

また、カビが生ずると、レンズ内の異物として見つけることができるが、カビやキズのついた場合、レンズの修理（レンズの分解と部品交換）が必要になる。

8.3. その他

受託した吹付け材や材料等の試料は分析終了後、どのように処理しているかは、廃棄物を管理する上で重要な項目であると考えられる。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ことと等の措置を文書化し、責任者を選任し、適切に廃棄される必要がある。