

2. 建築物の解体・改修作業に係る石綿分析方法

2.1 はじめに

平成 16 年 10 月 1 日から石綿含有の建材や摩擦材、接着剤等について石綿含有率が 1 質量%を超える製品の製造、輸入、譲渡、提供又は使用が禁止され、さらに平成 17 年 7 月に「石綿障害予防規則」施行され、石綿含有製品の製造・使用時の的確な管理とともに、石綿含有建材が使用されている建築物の解体・改修作業についてもより厳格な管理が必要となる。

現在、我が国で規定されている石綿含有率の測定手法には、「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、薬審 2 第 1589 号別紙)、「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、労働省通達 基発第 188 号)、「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、厚生労働省通達 基発第 0702003 号)があるが、「石綿障害予防規則」の施行に伴い、石綿含有建材等に幅広く活用できる石綿含有率の測定手法が必要となったため、厚生労働省化学物質対策課の要請により(社)日本作業環境測定協会で実験・研究を行い確立された方法を示す。

2.2 石綿の定義

2.2.1 石綿障害予防規則で定めている石綿の定義

- (1) 石綿の種類には、アクチノライト、アモサイト(茶石綿)、アンソフィライト、クリソタイル(白石綿)、クロシドライト(青石綿)及びトレモライトがある。
- (2) 「石綿等」とは、すべての種類の石綿及びそれらをその重量の 1%を超えて含有するものである。
- (3) 「特定石綿」とは、石綿のうち製造等が禁止されていない石綿(アモサイト及びクロシドライト以外の石綿)をいうものである。
- (4) 「特定石綿等」とは、特定石綿及び特定石綿をその重量の 1%を超えて含有する物(石綿セメント円筒等の製造等が禁止されている製品を除く。)をいうものである。
- (5) 「製造禁止石綿等」とは、アモサイト及びクロシドライト並びにそれらをその重量の 1%を超えて含有する物並びに特定石綿をその重量の 1%を超えて含有する石綿セメント円筒等の製造等が禁止されている製品をいうものである。

<参考：ILO 石綿の使用における安全に関する条約（第 162 号、1986 年）>

「石綿」とは、蛇紋石族の造岩石鉱物に属する繊維状のけい酸塩鉱物、すなわち、クリソタイル(白石綿)及び角閃石族の造岩石鉱物に属する繊維状のけい酸塩鉱物、すなわち、アクチノライト、アモサイト(茶石綿又はカミングトン・グリュール閃石)、アンソフィライト、クロシドライト(青石綿)、トレモライト又はこれらの一若しくは二以上を含有する混合物をいう。

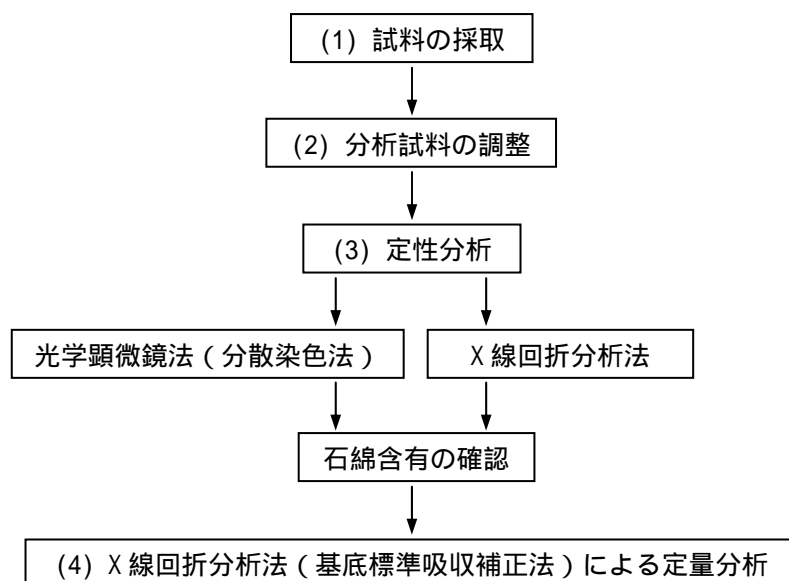
2.2.2 分析対象の石綿

蛇紋石族の造岩石鉱物に属する繊維状のけい酸塩鉱物、すなわち、クリソタイル(白石綿)及び角閃石族の造岩石鉱物に属する繊維状のけい酸塩鉱物、すなわち、アクチノライト、アモサイト(茶石綿又はカミングトン・グリュール閃石)、アンソフィライト、クロシドライト(青石綿)、トレモライトで、アスペクト比 3 以上のものとする。

2.3 石綿含有建材等の石綿含有率測定手順

石綿含有建材等の石綿含有率測定は次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、分析用試料を調整する。次に、分析用試料に石綿が含有しているか否かについて、位相差顕微鏡を使用して分散染色分析法による定性分析及び X 線回折分析法による定性分析を実施し、石綿の存在を確認する。石綿の存在が確認された試料はぎ酸で処理して定量分析用の試料を調整し、基底標準吸収補正法による X 線回折分析法により定量分析を行い、石綿含有量を求め、石綿含有率を算出する。



2.4 石綿含有率測定の概要

(1) 試料の採取

現場から試料を採取する場合は、粉じんの飛散に留意し、鋭利なカッターなどを用いて行う。吹付け材や保温材のような柔らかな材料の場合は1箇所あたり10cm³程度で3箇所から採取する。成形された建材の場合は1箇所あたり100 cm²で3箇所から採取する。

採取した試料は粉じんの飛散に留意して密封できる容器に入れて必要事項を記載し、保管・搬送する。

(2) 分析用試料の調整

無機成分試料の場合

採取した試料を適量粉砕器に入れて十分に粉砕器に入れて十分に粉砕した後、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分析用試料とする。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る。

有機成分試料の場合

試料の適量を磁性るつぼに入れ、450 ± 10 に設定した電気炉にいれ、1時間以上加熱後清浄な状態で放冷するか低温灰化装置を用いて有機成分を灰化した後粉砕器に入れ、(2) に従って調整し、分析用試料とする。

(3) 定性分析方法

位相差顕微鏡を使用した分散染色分析法による定性分析

<標本の作製方法>

容量50mlの共栓試験管に分析用試料10～20mgと無じん水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3枚のスライドグラス上にそれぞれマイクロピペッターで10～20 μl滴下し乾燥する。

次に、屈折率 $n_D^{25} = 1.550, 1.680, 1.700$ の3種類の浸液をそれぞれのスライドグラスに3～4滴滴下し、ピンセットの尖端で浸液と十分に混合・分散し、その上に清拭したカバーグラスを載せて標本とし、試料No.、浸液の屈折率をそれぞれ記載しておく。このようにして作製した3枚のスライドグラスを1標本とし、同様の操作を3回繰り返し、1分析用試料について3標本を作製する。

<位相差顕微鏡を使用した分散染色分析法による定性分析>

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分散色を示す繊維があるか確認する。分散色を示す繊維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、接眼レンズのアイピースグレーティクルの直径 100 μm 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、分散色を示した繊維の種類と繊維数を記録する。アイピースグレーティクルの直径 100 μm の円の境界に掛かる粒子の取り扱い作業環境測定ガイドブック No.1 に準じる。

<石綿の分散色>

石綿の種類	浸液の屈折率 (n_D^{25})	分散色
クリソタイル	1.550	赤紫色～青色
アモサイト	1.680	桃色
	1.700	青色
クロシドライト	1.680	橙色
	1.700	青色

X 線回折分析法による定性分析

分析用試料を一定量試料ホルダーに充填し X 線回折分析装置にセットし、X 線対陰極：銅(Cu)、管電圧：30～40kV、管電流：30～40mA で回転試料台を使用して、 $2\theta = 5^\circ \sim 70^\circ$ の範囲で、走査速度を毎分 $1^\circ \sim 2^\circ$ の X 線回折パターンを測定し、得られた X 線回折パターンの回折線ピークに石綿の回折線ピークが認められるか否かを確認する。

石綿含有の有無の判定方法

ア.位相差顕微鏡を使用した分散染色分析法による定性分析の結果、3 つの標本のうち一つでも 1000 粒子中の石綿繊維が 10 繊維以上あり、かつ X 線回折分析法による定性分析の結果、一つの分析用試料でも石綿の回折線ピークが認められた場合は「石綿含有試料」と判定する。

イ.位相差顕微鏡を使用した分散染色分析法による定性分析の結果、3 つの標本のうち一つでも 1000 粒子中の石綿繊維が 10 繊維以上認められたが、X 線回折分析法による定性分析の結果、3 つの分析用試料のいずれも石綿の回折線ピークが認められない場合は「石綿含有試料」と判定する。

ウ.位相差顕微鏡を使用した分散染色分析法による定性分析の結果、3つの標本のいずれも1000粒子中の石綿繊維が10繊維未満であったが、X線回折分析法による定性分析の結果、一つの分析用試料でも石綿の回折線ピークが認められた場合は、X線回折分析法による回折線が石綿の回折線であるか否かを確認するために、浸液の屈折率を変えて再度位相差顕微鏡を使用した分散染色分析法による定性分析を行い、再分析の結果、石綿以外の物質(アンチゴライト、リザルタイト、クロライト、カオリナイト、ハロサイト、タルク等)であるとの確認がとれた場合は「石綿含有せず」と判定し、確認がとれなかった場合は「石綿含有試料」と判定する。

エ.位相差顕微鏡を使用した分散染色分析法による定性分析の結果、3つの標本のいずれも1000粒子中の石綿繊維が10繊維未満で、かつX線回折分析法による定性分析の結果、3つの分析用試料のいずれも石綿の回折線ピークが認められない場合は「石綿含有せず」と判定する。

(4) X線回折分析法による定量分析

(3)の で石綿含有が認められた試料について基底標準吸収補正法によるX線回折分析法により定量分析を行い、石綿含有量を求め、石綿含有率を算出する。

定量分析用試料の調整

定量分析に使用する直径25mmのふっ素樹脂バインダグラスファイバーフィルタ(以下フィルタという)の質量および基底標準板のX線回折強度を計測しておく。

(2)で調整した分析用試料を100mg(M_1)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、超音波洗浄器で1分間分散した後、 30 ± 1 に設定した恒温槽内に入れ、30秒攪拌、1分30秒静置の操作を6回繰り返してから、フィルタを装置した直径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う。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(M_2)を求め、定量分析用試料とする。定量分析用試料の作製に当たっては、1分析用試料当たり3つの定量分析用試料を作製する。

検量線の作製

検量線の作製に使用する直径 25mm のフィルタの質量および基底標準板の X 線回折強度を計測しておく。

分析対象の石綿標準試料を 0.1mg、0.5mg、1.0mg、3.0mg、5.0mg 精秤し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 0.04 ml、0.2ml、0.4ml、1.2ml、2.0ml 加えて超音波洗浄器で 1 分間分散した後、30 ± 1 に設定した恒温槽内に入れ、30 秒攪拌、1 分 30 秒静置の操作を 6 回繰り返してから、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う。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石綿の X 線回折強度を計測し、基底標準吸収補正法によって検量線を作成する。

定量分析手順

(4) の で作製した定量分析用試料を 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石綿の X 線回折強度を計測し、基底標準吸収補正法によって(4) の で作製した検量線から当該石綿の質量(A_s)を算出し、次式により石綿含有率を求める。

$$C_i = (A_s \times R) / M_1 \times 100$$

$$R = M_1 / (M_1 - M_2)$$

$$C = (C_1 + C_2 + C_3) / 3$$

ここに、 C_i : 1 つの定量分析用試料の石綿含有率 (%)

A_s : 検量線から読み取った定量分析用試料中の石綿質量 (mg)

M_1 : 分析用試料の秤量値 (mg)

M_2 : 定量分析用試料の秤量値 (mg)

R : 補正係数

C : 分析対象試料の石綿含有率 (%)

検出下限及び定量下限

検量線用最小試料を 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石綿の 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()を求め次式により石綿含有率の検出下限と定量下限を算出する。

$$Ck = \{ (3 / a) \times Rk \} / M_1 \times 100$$

$$Ct = \{ (10 / a) \times Rk \} / M_1 \times 100$$

$$Rk = Mk_1 / Mk_2$$

ここに、 a : 検量線の傾き

M₁ : 分析用試料の秤量値 (100mg)

Mk₁ : 検量線作製時のぎ酸処理前の最小試料の秤量値 (mg)

Mk₂ : 検量線作製時のぎ酸処理後の最小試料の秤量値 (mg)

Rk : 検量線にかかる補正係数

Ck : 石綿含有率の検出下限 (%)

Ct : 石綿含有率の定量下限 (%)