

環廃対発第 091225001 号  
環廃産発第 091225001 号  
平成 21 年 12 月 25 日

各都道府県・各政令市 廃棄物行政主管部(局)長 殿

環境省大臣官房廃棄物・リサイクル対策部廃棄物対策課長

産業廃棄物課長

#### 石綿含有一般廃棄物等の無害化処理等に係る石綿の検定方法について

石綿含有一般廃棄物、廃石綿等及び石綿含有産業廃棄物の無害化処理及び溶融処理(以下「無害化処理等」という。)については、石綿含有一般廃棄物等に係る無害化処理の内容等の基準等(平成 18 年7月環境省告示第 99 号)及び廃石綿等又は石綿含有産業廃棄物の溶融処理生成物の基準(平成 18 年7月環境省告示第 101 号)により、無害化処理等に伴い生成する物から石綿が検出されないこととする旨規定されているところであるが、今般、当該無害化処理等に係る石綿の検定方法等について、別紙1及び別紙2のとおりとりまとめたので通知する。

貴職におかれては、その運用に遺漏なきを期するとともに、貴管下市町村等に対しては、貴職より周知願いたい。

なお、本通知は地方自治法(昭和 22 年法律第 67 号)第 245 条の4第 1 項の規定に基づく技術的な助言であることを申し添える。

## 石綿含有一般廃棄物等の無害化処理等に係る石綿の検定方法

### 1. 本検定方法について

本検定方法は、石綿含有一般廃棄物等に係る無害化処理の内容等の基準等（平成18年7月環境省告示第99号）に基づき、無害化処理生成物から石綿が検出されないことを検定するための方法である。

また、廃石綿等又は石綿含有産業廃棄物の溶融処理生成物の基準（平成18年7月環境省告示第101号）において対象となる溶融処理生成物についても適用する。

### 2. 対象とする試料及び測定方法

本検定方法において対象とする試料及び試料ごとの石綿の測定方法は、次のとおりとする。

#### 2.1 石綿含有一般廃棄物、廃石綿等又は石綿含有産業廃棄物（以下「石綿含有一般廃棄物等」という。）の無害化処理又は溶融処理に伴い生じる物のうち固体の物

「建材製品中のアスベスト含有率測定方法」(JIS A1481) 又は無害化処理生成物等に係る電子顕微鏡を用いた石綿の測定方法(別紙2)による。

#### 2.2 石綿含有一般廃棄物等の無害化処理又は溶融処理に伴い生じる物のうち液体の物（スラグ水砕水を含む。）

「水道とアスベスト」(平成元年厚生省生活衛生局水道環境部水道整備課監修、社団法人日本水道協会発行 1990年)に準じて行う。(注1)

#### 2.3 無害化処理の用に供する施設及び溶融施設（以下「無害化処理施設等」という。）から排出される排ガス

「排ガス中のダスト濃度の測定方法」(JIS Z8808:1995)に従って捕集を行い、フィルター上の繊維の計数は、石綿に係る特定粉じんの濃度の測定法(平成元年12月環境庁告示第93号)による。

ただし、燃焼排ガスを含む最終排ガスについて、フィルターによる石綿の捕集が困難である場合には、インピンジャーをフィルターの前段において捕集する方法（以下「インピンジャー法」という。）によって捕集することが望ましい。(注2)

#### 2.4 破碎設備の集じん器の出口における排ガス

捕集及びフィルター上の繊維の計数方法は2.3に同じ。ただし、フィルターによる石綿の捕集が困難である場合には、インピンジャー法で捕集することが望ましい。

## 2.5 排ガス処理設備又は集じん器によって排ガスから除去されたばいじん及び粉じん

「建材製品中のアスベスト含有率測定方法」(JIS A1481)又は無害化処理生成物等に係る電子顕微鏡を用いた石綿の測定方法による。

## 2.6 無害化処理施設等から排出される放流水

「水道とアスベスト」の方法による。

## 2.7 無害化処理施設等の周辺大気

「石綿に係る特定粉じんの濃度の測定法」による。

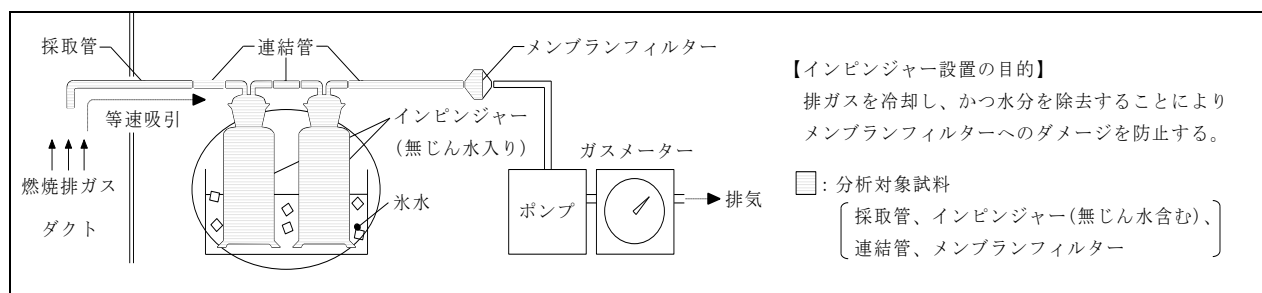
## 3. 石綿の基準値及び計測範囲

測定方法一覧(別添)に記載したとおり。

(注1) 処理生成物のうち液体のものについては、基本として「水道とアスベスト」の方法で測定すること。フッ化水素酸など強酸によって石綿含有廃棄物を溶解して処理する方法で、中和して放流する場合に、放流水又は固体の塩が生成する場合には、無害化処理生成物の測定方法に従う。

(注2) 排ガスのサンプリング方法については、「インピンジャー法」又は「空気中の繊維状粒子測定方法－第4部：固定発生源－プラントからのアスベスト飛散－繊維計数測定法」(JIS K3850-4:2000)に従う。

### [インピンジャー法] (暫定版)



## 無害化処理生成物等に係る電子顕微鏡を用いた石綿の測定方法

### 1. 適用範囲

#### 1.1 本測定方法について

本測定方法は、石綿含有一般廃棄物、廃石綿等又は石綿含有産業廃棄物(以下「石綿含有一般廃棄物等」という。)の無害化処理又は熔融処理に伴い生じる物のうち固体の物及び集じん物に含まれる石綿繊維及び繊維状物質について、電子顕微鏡を用いて測定する方法である。

なお、本測定方法で用いる電子顕微鏡は、透過型電子顕微鏡(以下「TEM」という。)とする。

#### 1.2 濃度範囲

本測定方法で測定できる繊維状物質の計数值範囲は、TEM観察試料上で 50～7,000 本/mm<sup>2</sup> である。繊維数濃度及び石綿繊維数濃度の範囲は、本計数值並びにフィルター面積、TEM観察試料の分析する目開き数及び試料重量によって決まる。本測定方法に示した条件によってTEM観察試料を作製し、TEMで観察した場合には、概ね 1.2～170×10<sup>6</sup> 本/g の濃度範囲となる。

#### 1.3 定量限界

繊維数濃度の定量限界について、試料重量を大きくすることによって、又はTEMでの分析面積を大きくすることによって、定量下限値を低くすることができる。仮に、試料重量を 0.05g、フィルター面積を 1,200mm<sup>2</sup> (直径 47mmのフィルターの有効ろ過面積に相当)、TEMにより分析する面積を 0.0064mm<sup>2</sup> (目開き数にして 4 目開きに相当)とすると、繊維数濃度の定量限界は、1×10<sup>6</sup> 本/gとなる。試料懸濁液の粒子濃度が高い場合には、ろ過する試料懸濁液量を少なくしなくてはならない。この場合、定量限界は高くなる。このような場合には、TEMでの分析面積を大きくすることによって、定量限界を低くすることが可能である。

また、石綿繊維の重量濃度については、繊維の本数だけでなくサイズにも依存するため、定量限界は決めることはできない。

### 2. 引用規格

以下に掲げる規格は、本測定方法に引用されることによって、本測定方法の規定の一部を構成する。これらの引用規格には、その最新版(追補を含む)を適用する。

JIS K 0060-1992 産業廃棄物のサンプリング方法  
JIS A1481 建材製品中のアスベスト含有率測定方法  
JIS K3850-2 空気中の繊維状粒子測定方法—第2部:直接変換—透過型電子顕微鏡法  
JIS K3850-3 空気中の繊維状粒子測定方法—第3部:間接変換—透過型電子顕微鏡法  
JIS K 0211 分析化学用語(基礎部門)  
JIS K 0215 分析化学用語(分析機器部門)  
EPA Method 100.1 Analytical method for determination of asbestos fibers in water,  
EPA-600/4/83/043 (1983)

### 3. 定義

本測定方法において、主な用語の定義は次による。

#### 3.1 石綿

岩石を構成する鉱物のうち、蛇紋石の群に属する繊維状のケイ酸塩鉱物(クリソタイル)、及び角閃石の群に属する繊維状のケイ酸塩鉱物(アモサイト、クロシドライト、トレモライト、アクチノライト、アンソフィライト)をいう。アスベストあるいは石綿(せきめん)ともいう。

#### 3.2 無害化処理生成物

石綿含有一般廃棄物等を無害化処理施設又はその他溶融施設において処理することに伴い生成する物(固体の物に限る)。

#### 3.3 集じん物

無害化処理施設又は溶融施設において、排ガス処理設備や集じん器によって除去及び回収されたばいじん及び粉じん。

#### 3.4 試料

無害化処理生成物又は集じん物から採取したもの。

#### 3.5 無じん水

精製水又は蒸留水を孔径 0.45 $\mu$ mのメンブランフィルターでろ過した水。

#### 3.6 懸濁液試料

試料を粉碎その他の方法によって前処理した後、一様な懸濁状態になるように水中に分散した試料。

### 3.7 TEMグリッド

TEMでの観察に適した、均一なサイズの開きを持つ薄い金属製の試料台のこと。繊維状物質や粒子は、グリッド上のカーボン膜に保持される。本測定方法では、ニッケル製の200メッシュのTEMグリッドの使用を推奨する。

注：一般には銅製のグリッドが多く用いられるが、エネルギー分散型X線分析において、銅のピークがナトリウムのピークと重なることから、ニッケル製グリッドの使用を推奨する。

### 3.8 TEM観察試料

懸濁液試料をポリカーボネートフィルターでろ過し、その小片にカーボン蒸着した後に小片を切り出し、TEMグリッドに載せる。これを、溶媒蒸気によりフィルター材質を溶解して作製する。繊維状物質や粒子はグリッド上のカーボン膜に保持される。

### 3.9 繊維状物質

平行又は階段状の側面をもつ長く伸びた粒子。本測定方法では、長さが $0.5\mu\text{m}$ 以上、幅が $0.05\mu\text{m}$ 以上 $3\mu\text{m}$ 以下であって、アスペクト比が3以上のものと定義する。

### 3.10 石綿繊維

石綿であって、繊維状物質の定義をみたすもの。

### 3.11 単繊維

これ以上繊維の性質や外観を失うことなく、より小さく長さ方向に裂くことのできない石綿の単一の繊維。

### 3.12 繊維束

より細い繊維幅をもつ繊維が長さ方向に平行にそろったもの。

### 3.13 クラスタ

2本以上の繊維又は繊維束がランダムに配向している集合体。本測定方法では、クラスタは可能な限り単繊維又は繊維束に分解して、繊維数の計数を行う。

### 3.14 マトリックス

1本又はそれ以上の繊維又は繊維束であって、繊維でない粒子又は塊状集団によって一部が隠されているもの。

### 3.15 PCM相当繊維状物質

繊維状物質のうち、長さが $5\mu\text{m}$ 以上、幅が $0.2\mu\text{m}$ 以上 $3\mu\text{m}$ 以下であるもの。

### 3.16 制限視野電子線回折(SAED)

TEM観察試料の微小領域の結晶構造を調べるための、電子顕微鏡による分析手法。

### 3.17 エネルギー分散型X線分析(EDS)

TEM観察試料の微小領域から発生する特性X線を、X線エネルギーに比例した電気信号を発生する検出器を用いてエネルギー選別して分析する方法。

### 3.18 繊維数濃度

測定試料の単位重量当たりの繊維状物質の数を繊維数濃度とする。

### 3.19 石綿繊維数濃度

測定試料の単位重量当たりの石綿繊維数を石綿繊維数濃度とする。

### 3.20 石綿重量濃度

測定試料の単位重量当たりの石綿繊維の重量を石綿重量濃度とする。

## 4. 測定原理

無害化等処理生成物に含まれる石綿繊維は飛散により曝露することが想定される。そのため、無害化等処理生成物表面から飛散する繊維を水で分散して水懸濁液とし、この一部をろ紙に移し、TEM観察試料として一定の判断基準のもとに繊維状物質及び石綿繊維を計数する。

適切な量の試料を採取し、粒度調整や有機成分の分解が必要な場合には、粉碎又は加熱による前処理を行う。前処理後の試料を一定量秤量し、無じん水中に分散させ、懸濁液試料を作製する。懸濁液試料を一定量分取し、ポリカーボネートフィルターで吸引ろ過する。カーボン蒸着したフィルターから切り取った小片をTEMグリッドに載せ、フィルター材質を溶媒蒸気により除去してTEM観察試料を作製する。

TEM観察試料をTEMにより観察し、繊維状物質を形態的特徴、電子線回折パターン、エネルギー分散型X線分析により分類する。繊維状物質及び石綿繊維についてサイズの計測と計数を行い、繊維数濃度及び石綿繊維数濃度を求める。また、石綿繊維については(推定)重量濃度を求める。

測定方法の概要を図1に示す。

備考：水による分散が困難である場合には、ぎ酸又は塩酸溶液を用いて分散操作を行う。  
ぎ酸の濃度は6%、塩酸の濃度は1mol/Lとする。

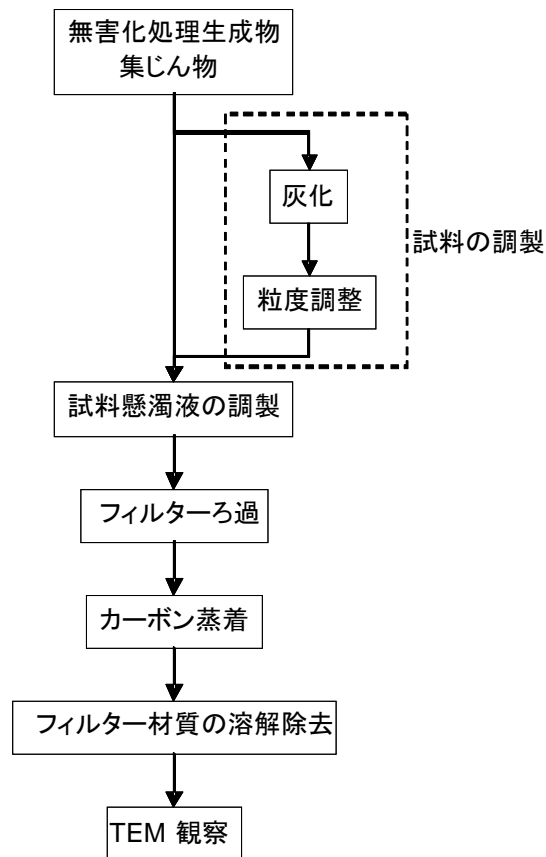


図1 測定方法の概要

## 5. 試料

### 5.1 採取

無害化処理生成物又は集じん物試料の採取は、「産業廃棄物のサンプリング方法(JIS K 0060-1992)」に準じ、試料粒度及び排出形態に応じて採取する。

また、採取者は、試料採取時に石綿を含む粉じんを吸入しないよう必要な措置をとらなければならない。

### 5.2 輸送・保管

採取した試料を採取場所から分析場所まで搬送する場合は、石綿を含む粉じんが飛散しないよう、密封した容器に入れて行う。

### 5.3 記載事項

採取した試料は、識別のために、必要な項目を記入する。項目の例を下記に示す。

- (a) 無害化処理施設又は溶融処理施設の名称
- (b) 試料の採取方法、性状、採取年月日
- (c) 無害化処理又は溶融処理された石綿含有一般廃棄物等の情報(廃棄物の種類等)



(d) その他無害化処理又は溶融処理の操業条件

## 6. 試料の調製方法

試料は一定の粒度とし、有機成分が多く含まれている場合には灰化により生物系繊維を除去する。

### 6.1 粒度調整

- (1) 試料が水砕スラグ又は粉じんのように比較的粒度が小さい場合には、粒度調整を行わず、有姿とする。
- (2) 試料が空冷スラグのように粒度の大きい場合には、適量を取り、めのう乳鉢等により粉砕を行った後、目開き 5mm のふるいを通じてふるい分けし、全ての試料がふるい以下になるまで、粉砕及びふるい分けの操作を繰り返して行ったのち、これらを全て混合する。なお、粉砕の程度及び粉砕時間は、石綿の繊維形態に影響を与えるため、過剰粉砕にならないよう、短時間粉砕でふるい分けを繰り返す。以上の粒度調整の操作にあたっては、石綿を含む粉じんが飛散しないように、ドラフトチャンバー等の内部で行う。

### 6.2 有機成分を含む試料

試料が破砕施設排ガス集じん物のように比較的有機成分を多く含む場合には、適量を磁性ろつぼに入れ、それを更に  $450 \pm 10^{\circ}\text{C}$  に設定された電気炉に入れ、1 時間加熱した後、清浄な状態で放冷する。灰化後の試料に粒度の大きい粒子が見られる場合には、6.1(2)に従って粒度調整を行う。

## 7. 分析方法

### 7.1 試料懸濁液の作製

- (1) コニカルビーカー又は三角フラスコ等の容器Aに、6.1、6.2 によって調製した試料を約 10g 精秤し、これに無じん水 100mL を加え、超音波洗浄器を用いて 2 分間の分散を数回行う。
- (2) 必要に応じて粗大粒子をろ別する。分散させた試料は、目開き  $75\mu\text{m}$  のふるいを通じて粗大粒子をろ別し、ろ液を三角フラスコ等の容器Bに受ける。無じん水 100mL で容器A及びふるい上の粒子に付着した繊維状物質を洗浄し、容器Bに受け、定容(例えば 200mL)とする。これを試料懸濁液とする。

### 7.2 分析用フィルターの作製

- (1) 試料懸濁液の適量を分取し、無じん水 100mL を入れたコニカルビーカー又は三角フラスコ等の容器に移す。なお、分取量は 1~50mL とし、TEM グリッド観察で目開き上に存在

- する粒子数が多くなりすぎないように、分取量を変えて複数作製することが望ましい。
- (2) これを、超音波洗浄器を用いて、1 分間分散させる。
  - (3) これを、孔径 0.2 $\mu$ mのポリカーボネートフィルターを装着した吸引ろ過装置で吸引ろ過する。

### 7.3 ポリカーボネートフィルターからTEM観察試料の作製

#### 【TEM観察試料の作製】

- (1) 乾燥後のポリカーボネートフィルターを適当な大きさに切り取り、両面テープで清浄なスライドガラスに固定する。  
注：直径 47mmのフィルターの場合は 1/4 から 1/8、25mmのフィルターの場合は 1/2 程度の大きさに切り取る。
- (2) スライドガラス上に固定したフィルターをカーボン蒸着装置に入れ蒸着する。カーボン膜の厚さは 20～30nm程度とする。  
注：カーボン蒸着を長時間行くと、熱によりフィルターが湾曲するため、短時間で行う。カーボン膜が薄すぎると、粒子がカーボン膜に保持されずに脱落し、膜が破損しやすくなる。厚すぎると、電子線が透過しづらくなり、明瞭な像が得られない。カーボン膜の厚さは、色調見本で判断するとよい。
- (3) カーボン蒸着したフィルターから、約 3mm角の小片を 3 片程度切り出す。フィルターの有効面の中心及び周辺を考慮して、切り出し位置を選ぶ。TEMグリッド上にカーボン蒸着した面を上にしてフィルターを載せる。スライドガラスを数枚重ねてレンズペーパーで包んだものの上に、ステンレス金網で作ったブリッジを密着するように載せ、これを適当な大きさのガラスシャーレに入れる。クロロホルムをシャーレに適量入れる。フィルターを載せたTEMグリッドをステンレス金網の上に載せる。シャーレに蓋をして少なくとも 8 時間保持し、クロロホルム蒸気によりフィルター材質を溶解除去する。これにより、TEM観察試料を作製する。

図 2 に、フィルター材質の溶解除去操作を示す。

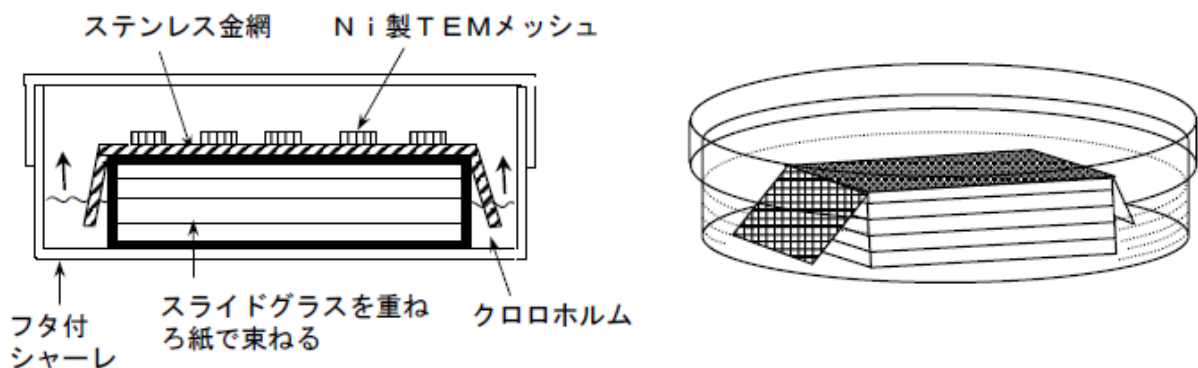


図2 フィルター材質の溶解除去操作

## 【TEM観察試料のTEM分析への適合性の判断基準】

TEM観察試料をTEMの低い倍率(300~1,000倍)で観察し、以下の基準からグリッド目開きがTEM分析に適合するかどうかについて判断する。

- (a) 三つのTEMグリッドのうち少なくとも二つが透明化されていない場合には、フィルター材質の溶解除去が不十分であると判定される。この場合、更に溶媒による溶解を行うか、フィルターから新しいTEM観察試料を作製する。
- (b) TEM観察試料の大多数の目開きの30%が粒子によって被覆されている場合には、試料が過負荷であると判定される。この場合、より少ない懸濁液試料を分取して作製したフィルターを用いてTEM観察試料を作製する。
- (c) 試料上の粒子の分布が不均一である場合。
- (d) 繊維状物質の濃度が7,000本/mm<sup>2</sup>(目開き当たり約45本)を超えていると正確な計数ができない。この場合、より少ない懸濁液試料を分取して作製したフィルターを用いてTEM観察試料を作製する。
- (e) カーボン膜が観察試料目開きの25%を超えて破れている場合は、フィルターから新しいTEM観察試料を作製するか、より少ない懸濁液試料を分取して作製したフィルターを用いてTEM観察試料を作製する。

## 7.4 TEMによる繊維状物質の計数

### 7.4.1 はじめに

TEM観察試料の特定の数の目開きに存在する繊維状物質について、形態的性質、電子線回折パターン、エネルギー分散型X線分析により、石綿繊維であるかその他の繊維状物質であるかを判定し、サイズの計測と計数を行う。分析する目開きの数は、要求される分析感度によって決まる。また、繊維状物質の計数値の正確さは、繊維状物質の総数だけでなく、TEM観察試料の目開きごとの繊維状物質の分布の均一性に依存する。より正確さが要求される場合には、より多くの繊維状物質を計数する必要がある。

フィルター上の繊維状物質の分布の均一性は、一つのTEM観察試料からは求められないので、三つ作製したTEM観察試料のうち、二つの観察試料の幾つかの目開きを分析する。

繊維状物質の計数は約20,000倍で行い、分析した目開き数が最低4個になるか、あるいは要求される分析感度が得られる目開きになるまで計数を続ける。

### 7.4.2 TEMグリッドの目開き面積の測定

TEMグリッドの目開き面積を測定する。使用するTEMグリッドのロットについて、10個のグリッドから選んだ10目開きの面積を計数し、目開き面積の相対標準偏差が5%以下であれば、この面積を繊維数濃度の計算に使用する。相対標準偏差がこれより大きい場合には、TEM観察試料の目開きの大きさは、その都度測定して求める。

#### 7.4.3 TEMの調整及び校正手順

繊維状物質の計数を行う前に、装置の仕様書に基づいてTEMを調整する。その後、JIS K3850-2の附属書Bの手順に基づいてTEM及びEDSシステムを校正する。

#### 7.4.4 グリッド目開き分析数の決定

繊維状物質の計数を始める前に、要求される分析感度を得るために分析しなくてはならないグリッド目開きの最大数を、次の式にもとづき計算する。

$$k=A_f \div (A_g \times w \times S)$$

ここに、k: 分析すべきグリッド目開きの数で、大きい方の整数に丸める。

$A_f$ : フィルターの有効ろ過面積(mm<sup>2</sup>)

$A_g$ : TEMグリッドの目開きの面積(mm<sup>2</sup>)

w: フィルター当たりの試料負荷量(g)

S: 要求される分析感度(本/g)

例えば、 $1 \times 10^6$ (本/g)の分析感度が要求される場合、 $A_f=1,200$ (mm<sup>2</sup>)、 $A_g=0.0064$ (mm<sup>2</sup>)、 $w=0.05$ (g)であれば $k=3.75$ と計算されるので、4目開きを分析することになる。

#### 7.4.5 繊維状物質の計数手順

同じフィルターから作製された少なくとも2個のTEM観察試料について、繊維状物質の計数を行う。各観察試料から任意に数個の目開きを選んで計数し、そのデータから計算結果を得る。

繊維状物質の計数データを記入するために、図3に示すような様式を用いる。

試料名 \_\_\_\_\_

No. \_\_\_\_\_

グリッド No.	目開き No.	繊維No.	管状構造 有無	繊維サイズ(μ m)				電子線 回折	EDX(原子数%)						繊維の 種類	PCM相 当繊維	備考		
				単繊維		繊維束			アスペ クト比	Si	Ca	Mg	Al	Fe				Na	O
				幅	長さ	幅	長さ												

図3 繊維状物質計数データの記入様式

TEM観察試料の代表的な目開きを選び、倍率を約 20,000 倍に設定する。記入様式に、TEM観察試料の番号と目開きの番号を記入する。目開きのどれかの角を視野に入れる。一辺にそって視野を移動し、繊維状物質を計数する。反対側の端まで到達したら、直角方向に視野の直径より小さい、予め決めた距離だけ視野を移動し、先の方向とは逆方向に視野を動かして計数を続ける。図4のように目開き全体の分析を行う。

注 目開き全体の写真あるいはデジタル画像を撮影しておくことにより、繊維の重複計数あるいは見落としを防ぐことができる。

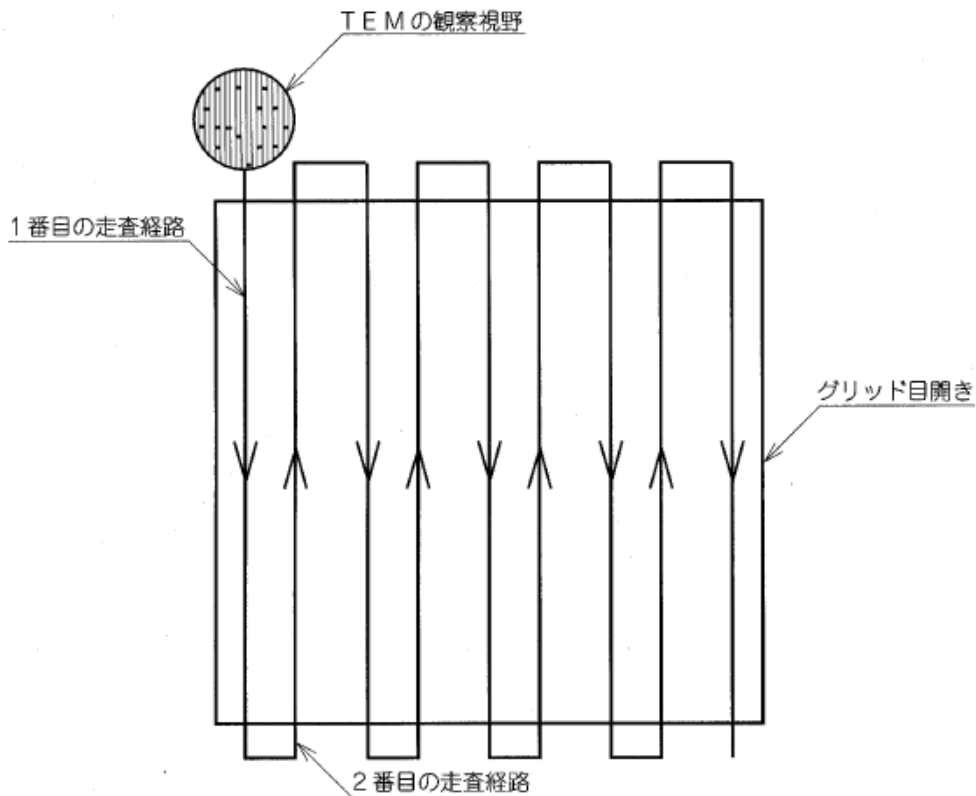


図4 TEM試料測定のための試料走査手順の例

繊維状物質が見つかったら、7.4.6の方法に従って形態学的分類を行い、結果を様式に記入する。続いて、7.4.7の判定方法に従って繊維状物質が石綿であるかどうかの判定を行い、結果を様式に記入する。石綿以外の繊維状物質と認められたものについては、分かる範囲で分類(結晶性(鉱物)、非結晶性)と形態を様式に記入する。また、石綿と疑われる繊維状物質について、サイズを計測し、様式に記入する。

7.4.4で求めた目開き数になるまで、別の目開きについて同様に計数を行う。

#### 7.4.6 繊維状物質の計数基準

繊維状物質の計数基準は以下による。

- 繊維状物質がグリッドの枠に接している場合、繊維状物質の長さは、見えている長さを記入する。
- 階段状の側面を持つ繊維の幅は、最小の幅と最大の幅の平均として記入する。
- 繊維束については、観察が可能な限り個別の繊維に分解して計数と計測を行う。繊維束の幅は、最小の幅と最大の幅の平均として記入する。図5にその例を示す。

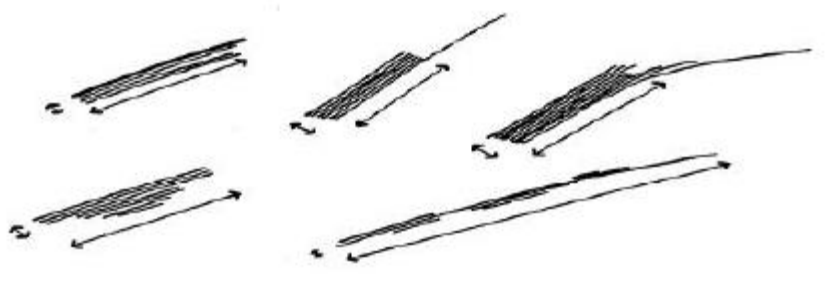


図5 繊維束のサイズの計測規則

(d) クラスターについては、観察が可能な限りクラスターを構成する個別の繊維又は繊維束に分解して計数と計測を行う。図 6 にその例を示す。クラスターの構造が複雑であって個々の繊維状物質の観察が不可能である場合、そのクラスターのサイズを記入するが、繊維の計数や重量計算には用いない。



図6 クラスターを構成する繊維の計数規則

(e) マトリックスについては、二つの端が見えていて、一つの繊維の両端であると考えられる場合には、1本の繊維状物質として計数する。一つの端が見えているものについては1本の繊維と計数し、繊維の長さは見えている長さとする。その例を図7に示す。一つの粒子に複数の繊維状物質が付着している場合には、それぞれの繊維について計数・計測を行う。

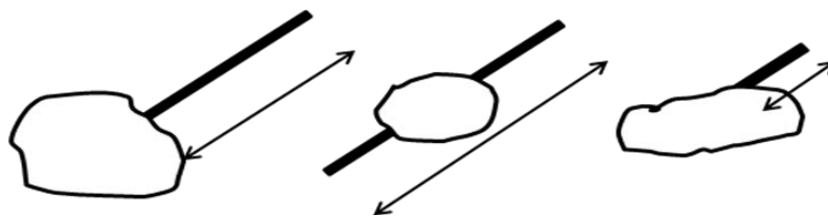


図7 マトリックスを構成する繊維の計数規則

(f) 繊維状物質で長さが  $5\mu\text{m}$ 以上、幅が  $0.2\mu\text{m}$ 以上  $3\mu\text{m}$ 以下であるものは、PCM相当繊維状物質とし、様式に記入する。

#### 7.4.7 繊維状物質の判定方法

石綿繊維の同定は、形態、結晶構造及び化学組成の三つの側面から総合的な判断により行う。本測定方法は、石綿含有廃棄物の無害化処理に係る固体試料に適用されるものであり、本来石綿繊維を含まないことが想定されているため、繊維状物質が石綿であるかどうかの判断が重要となる。

石綿の定義は 3.1 に述べた 6 種類としているが、本測定方法においては 4 分類とし、また無害化処理の一つである熱処理によって、石綿繊維に類似した鉱物繊維が生成する可能性があることから、それらの処理によって生成する鉱物繊維を加え、以下の 7 分類とする<sup>注)</sup>。

- (a) クリソタイル(Ch)
- (b) アモサイト(Am)
- (c) クロシドライト(Cr)
- (d) アモサイト、クロシドライト以外の角閃石系石綿(アンソフィライト、トレモライト、アクチノライト)、又は判別できない角閃石系石綿(Ab)
- (e) (a)～(d)の処理により生成する鉱物で、繊維状鉱物であるもの
- (f) 石綿以外の結晶性の繊維状物質(Nc)
- (g) 非結晶性の繊維状物質(Nn)

注) 石綿繊維の熱処理後の鉱物とは、例えばクリソタイルの熱処理物であるフォルステライト、アモサイトの熱処理物であるエンスタタイト、トレモライトの熱処理物であるジオプサイド等である。これらの鉱物繊維の毒性は明らかにされておらず、これらについての測定もしておくことが望ましいことから分類に加えている。なお、いずれもマグネシウムとケイ素を主成分とする鉱物である。

繊維状物質が石綿であるか否かの判定は、(2)以下の方法で行う。

- (1) 形態的特徴の観察により、繊維状物質かどうかを判定する。繊維幅は  $0.05\ \mu\text{m}$  以上、繊維長は  $0.5\ \mu\text{m}$  以上、アスペクト比3以上のものを繊維状物質とする。繊維状物質について、管状形態の有無を確認し、様式に記入する。管状形態を有するものはクリソタイルの可能性がある。
- (2) 繊維状物質に対し、SAED分析を行う。回折スポットが現れずハローパターンを示すものは石綿以外の繊維で、非結晶性繊維状物質(g)に分類する。結晶性であるが、石綿とは明らかに異なる回折パターンを示す繊維状物質は、石綿以外の鉱物繊維(f)と判定する。回折パターンが石綿と類似している場合、あるいは明確な回折スポットが現れず、判断が困難な場合はEDS分析を行う。
- (3) 繊維状物質の化学組成について、EDS分析により石綿に含まれる主要元素である、ケイ素、マグネシウム、鉄、ナトリウム、カルシウム、酸素等を測定する。EDS検出器の定量精度は十分ではないため、事前に標準物質により化学組成を測定し、主要元素の比率を把握しておくことが望ましい。測定対象の繊維状物質の付近に他の粒子が存在する場合は、その粒子の含有成分の影響を受けて化学組成の測定値が異なること可能性があることに留意する必要がある。また、目開きの枠付近の繊維状物質は検出感度が悪く定量性も悪いことから、総合判断ではEDSよりSAEDや形態観察を優先せねばならないことがある。
- (4) (2)のSAEDによる回折パターンと(3)の主要元素組成比を総合的に判断して石綿の判定を行う。
- (5) 繊維状物質の化学組成比(ケイ素、マグネシウム、鉄、ナトリウム、カルシウム)が概ね一致している場合、回折パターンが一致していれば石綿と判定し、石綿の種類を回折パターンと組成比から同定する(a、b、c、d)。形態観察で管状構造をもつ繊維であれば



クリソタイルと同定される。繊維幅と繊維長を測定し、記載する。

- (6) 繊維状物質の化学組成比が概ね一致しているが、回折パターンが不明確である場合には、石綿であることが疑われる繊維(a、b、c、d、e)と分類する。石綿であることが疑われる繊維は、形態観察を再度行って確認する。
- (7) 繊維状物質の化学組成で、主要成分の種類は一致しているが元素比率が一致していない場合は、回折パターンが一致している場合には石綿であることが疑われる繊維(a、b、c、d、e)と分類する。回折パターンが不明確である場合には石綿の可能性が低いとみなし(総合判定は石綿ではない)、石綿以外の鉱物繊維(f)と判断する。
- (8) 繊維状物質の化学組成が、石綿組成以外の成分を主成分とする場合には、石綿ではないと判断する。例えば、ケイ素に加えてアルミニウムが多い場合はケイ酸アルミニウムでありスラグ繊維あるいはガラス繊維(いずれも鉱物繊維)であるから石綿ではない。またチタンや鉄が多量に含まれる繊維も石綿以外の鉱物繊維(f)と分類する。

以上の分類手順を図8に示す。

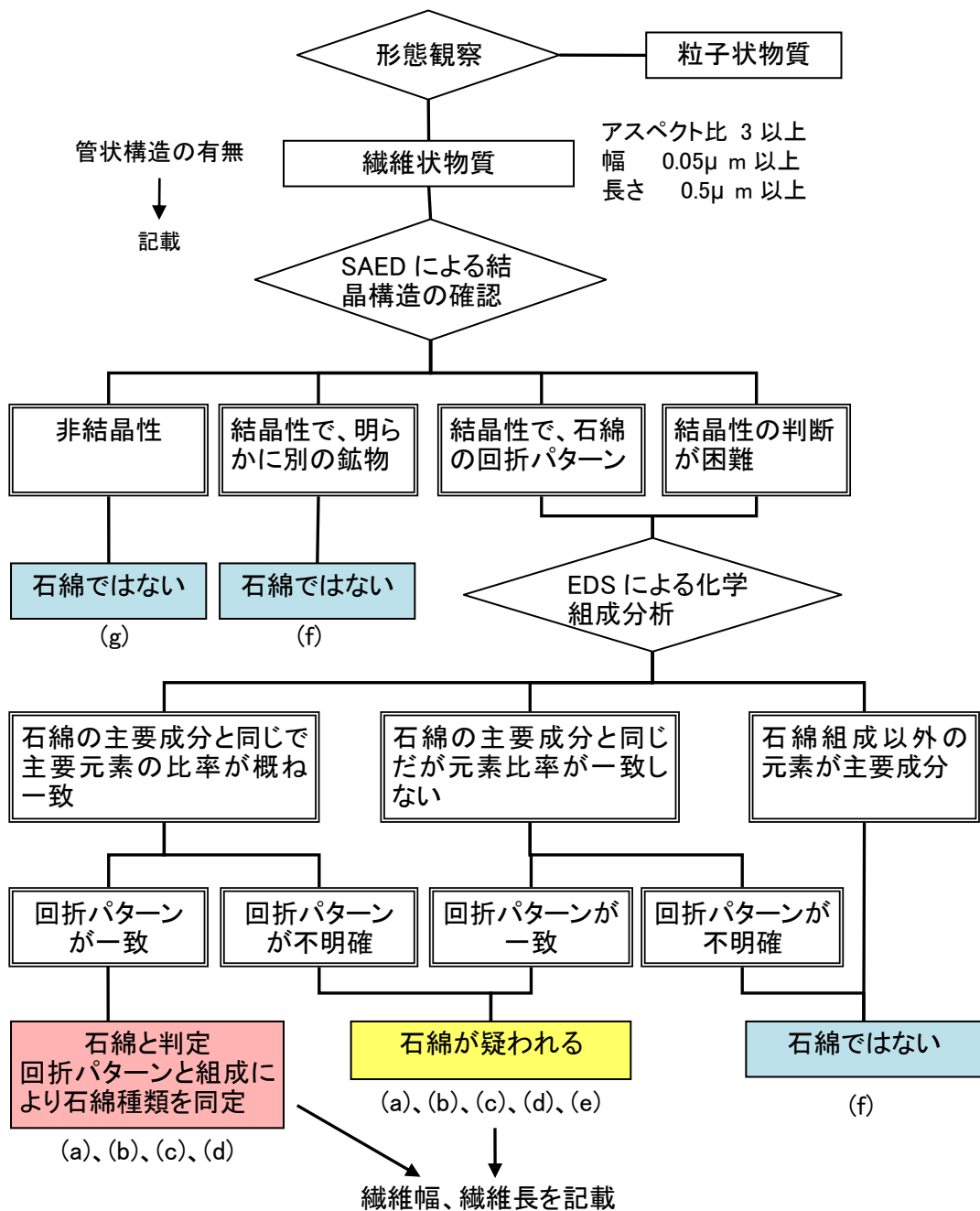


図8 繊維状物質の分類手順

## 7.5 結果の算出

以下の手順により結果を計算する。

### 7.5.1 分析感度の計算

分析感度は次の式により計算する。なお、有効数字は2桁として報告する。

$$S = A_f \div (k \times A_g \times w)$$

ここに、S: 分析感度(本/g)

$A_f$ : フィルターの有効ろ過面積(mm<sup>2</sup>)

k: 分析したグリッド目開き数

$A_g$ : TEMグリッドの目開きの面積(mm<sup>2</sup>)

w: フィルター当たりの試料負荷量(g)

### 7.5.2 繊維数濃度の計算

繊維数濃度は次の式によって計算する。なお、有効数字は2桁として報告する。

$$C=S \times n$$

ここに、C: 繊維数濃度(本/g)

S: 定量限界(本/g)

n: 全ての分析グリッドで検出された繊維数の合計(-)

### 7.5.3 濃度計算結果の報告

本測定方法において、分析用フィルターのごく一部をTEMにより観察して結果を求めることから、計数値は統計的な誤差を有する。フィルター上の繊維状物質の分布は、その数が少ないことから、ポアソン分布によって近似される。

定量限界は、すなわち7.5.2によって求めた分析感度のポアソン分布の95%信頼上限、すなわち分析感度の2.99倍とする。試料濃度は、7.5.3により求めた値とともに、ポアソン分布95%信頼区間を合わせて報告する。

### 7.5.4 石綿繊維数濃度

7.5.2の計算において、繊維数を石綿繊維数と読み替え、同じ方法で計算する。

### 7.5.5 PCM相当繊維数濃度

7.5.2の計算において、繊維数をPCM相当繊維数と読み替え、同じ方法で計算する。

### 7.5.6 石綿重量濃度

角閃石系石綿繊維の重量は、繊維を角柱と見なし次の式により計算する。

$$M=L \times W^2 \times D \times 10^{-6}$$

ここに、M: 繊維重量( $\mu\text{g}$ )

L: 繊維の長さ( $\mu\text{m}$ )

W: 繊維の幅( $\mu\text{m}$ )

D: 繊維の密度( $\text{g}/\text{cm}^3$ )

また、クリソタイル繊維の重量は、繊維を円柱と見なし次の式により計算する。

$$M=(\pi/4) \times L \times W^2 \times D \times 10^{-6}$$

石綿重量濃度は、次の式によって推定される。

$$M_c = C \times \sum_{i=1}^{i=n} M_i \times 10^6$$

ここに、 $M_c$ : 石綿重量濃度( $\mu\text{g}$ )

C: 石綿繊維数濃度( $10^6$ 本/g)、繊維の計数値に対応する。

$M_i$ : i番目の繊維の重量( $\mu\text{g}$ )

n: k個の目開きを観察したときの繊維数の本数(本)

なお、石綿繊維の密度は、表1の値を用いる。

表1 石綿の密度

石綿の種類	密度(g/cm <sup>3</sup> )
クリソタイル	2.55
クロシドライト	3.37
アモサイト	3.43
アンソフィライト	3.00
トレモライト	3.00
アクチノライト	3.10
その他の角閃石系石綿	3.20

## 7.6 試験結果の報告

試験報告には、少なくとも次の項目を含むものとする。

- ・ 繊維計数データの完全な記載。グリッド目開き数、繊維数、判定基準、繊維の種別、繊維の長さ及び幅(μm)及び繊維に関する注釈。
- ・ 繊維数濃度
- ・ PCM相当繊維数濃度
- ・ 石綿繊維数濃度
- ・ PCM相当石綿繊維数濃度
- ・ 石綿重量濃度
- ・ 定量限界

## 参考

石綿繊維及び繊維状物質の分析にあたっては、実験環境や器具に対する試薬等からの汚染に十分留意すること。例えば、ブランクの管理の手法として、フィルターの一つのロットについて最低2枚の石綿繊維のブランクを測定し、石綿繊維数濃度は10本/mm<sup>2</sup>を超えるか、長さ5μmを超える石綿繊維数濃度が1.0本/mm<sup>2</sup>を超える場合には、フィルターをロットごと破棄する。

測定方法一覧

(別添)

廃棄物の性状	測定対象試料	サンプリング・前処理	測定方法	測定法に関する備考	使用機器	定量下限値(注1)	基準値(注1)	計測範囲	測定頻度(参考)(注2)
塊状廃棄物 (粉状、粒状も含む)	無害化処理生成物のうち固体のもの	JIS A 1481準拠		-	光学顕微鏡(位相差顕微鏡、分散顕微鏡)、X線回折装置	0.1%	0.1%	アスペクト比3以上	6ヶ月に1回以上 (3ヶ月に1回以上)
	集じん物(ばいじん、粉じん)	「無害化処理生成物等に係る電子顕微鏡を用いた石綿の測定方法」		-	TEM	2Mf/g(※)	2Mf/g(※)	繊維長0.5μ m以上、繊維幅0.05μ m以上、アスペクト比3以上	1年に1回以上 (6ヶ月に1回以上)
液状廃棄物	無害化処理生成物のうち液体のもの	「水道とアスベスト」(平成元年厚生省衛生局水道環境部水道整備課監修、社団法人日本水道協会発行)の測定方法に準拠	視野数は50以上とする	-	光学顕微鏡(位相差顕微鏡、微分干渉顕微鏡)	0.03Mf/L(※)	0.03Mf/L(※)	繊維長5μ m以上、繊維幅1μ m以上	6ヶ月に1回以上 (3ヶ月に1回以上)
			観察目開き数は20以上とする	-	TEM	0.2Mf/L(※)	0.2Mf/L(※)	繊維長0.5μ m以上、繊維幅0.05μ m以上、アスペクト比3以上	必要に応じて (6ヶ月に1回以上)
	放流水	「水道とアスベスト」(平成元年厚生省衛生局水道環境部水道整備課監修、社団法人日本水道協会発行)の測定方法に準拠	視野数は50以上とする	-	光学顕微鏡(位相差顕微鏡、微分干渉顕微鏡)	0.03Mf/L(※)	0.03Mf/L(※)	繊維長5μ m以上、繊維幅1μ m以上	6ヶ月に1回以上 (3ヶ月に1回以上)
			観察目開き数は20以上とする	-	TEM	0.2Mf/L(※)	0.2Mf/L(※)	繊維長0.5μ m以上、繊維幅0.05μ m以上、アスペクト比3以上	必要に応じて (6ヶ月に1回以上)
空気中廃棄物	敷地境界	「石綿に係る特定粉じんの濃度の測定方法」に準拠(平成元年環境庁告示第93号)	「石綿に係る特定粉じんの濃度の測定法」に準拠(平成元年環境庁告示第93号)(位相差顕微鏡で総繊維数を計測して、アスベスト繊維の同定を偏光顕微鏡で行う。非アスベスト繊維を除いた計数値とする。)	-	位相差顕微鏡、偏光顕微鏡	1f/L	10f/L	繊維長5μ m以上、アスペクト比3以上	6ヶ月に1回以上 (3ヶ月に1回以上)
			JIS K 3850-1,2に準拠	-	SEM、TEM	-	-	繊維長0.5μ m以上、繊維幅0.05μ m以上、アスペクト比3以上	必要に応じて実施
	発じん状況調査	「作業環境測定基準」労働省告示第46号及び作業測定ガイドブックに準拠(ばいじんが多い場合は、水捕集法)	「作業環境測定基準」労働省告示第46号及び作業測定ガイドブックに準拠(ばいじんが多い場合は、水捕集法)	-	位相差顕微鏡、偏光顕微鏡	0.01f/cm <sup>3</sup>	0.15f/cm <sup>3</sup>	繊維長5μ m以上、アスペクト比3以上	6ヶ月に1回以上 (3ヶ月に1回以上)
			JIS K 3850-1,2に準拠	-	SEM、TEM	-	-	繊維長0.5μ m以上、繊維幅0.05μ m以上、アスペクト比3以上	必要に応じて実施
	排出ガス(燃焼ガス、破砕ガス等)	JIS Z8808(排ガスのダスト濃度の測定法)に準拠(燃焼ガス等の高温ガスやばいじんの多いガスは、インピンジャーとろ紙による捕集が望ましい。)	「石綿に係る特定粉じんの濃度の測定法」に準拠(平成元年環境庁告示第93号)(位相差顕微鏡で総繊維数を計測して、アスベスト繊維の同定を偏光顕微鏡で行う。非アスベスト繊維を除いた計数値とする。)	-	位相差顕微鏡、偏光顕微鏡	1f/L(※)	-	繊維長5μ m以上、アスペクト比3以上	6ヶ月に1回以上 (3ヶ月に1回以上)
			JIS K 3850-1,2に準拠	-	SEM、TEM	-	-	繊維長0.5μ m以上、繊維幅0.05μ m以上、アスペクト比3以上	必要に応じて実施

注1: (※): 試料の性状等により定量下限値又は基準値を十分に確保できない場合が考えられる。その場合は各施設ごとに定量下限値及び基準値を設定すること。

注2: ( )内は、施設が安定して稼働していることが確認できるまでの間(施設立ち上げ後、1年以上)測定することが望ましい頻度