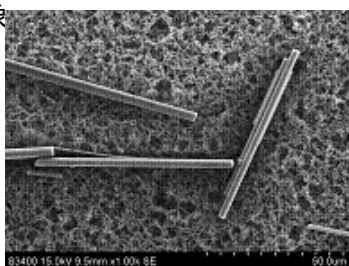
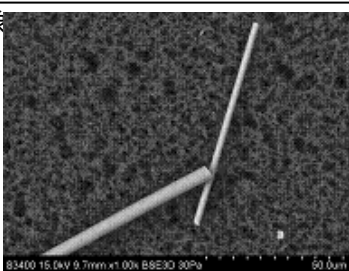


(6) ロックウール

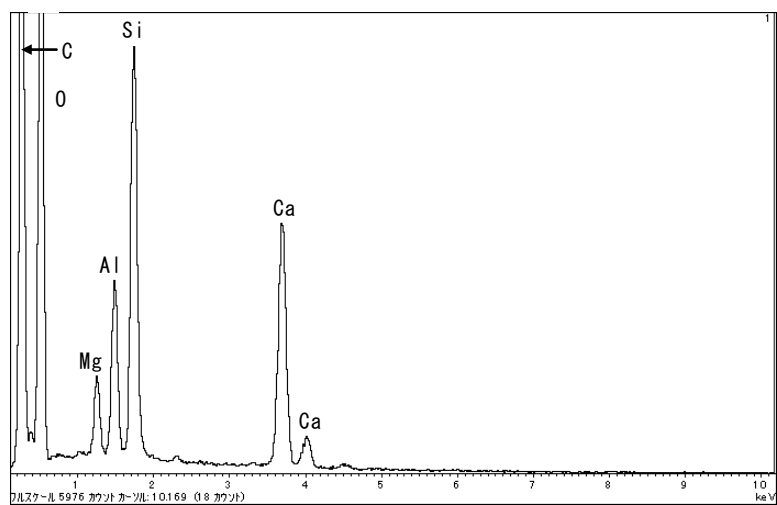
SEM 像



BSE 像

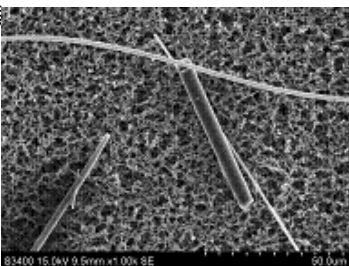


EDX スペクトル

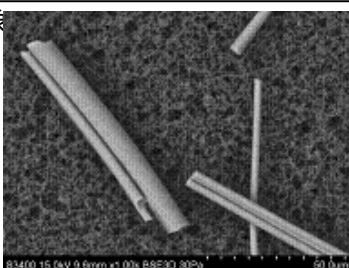


(7) グラスファイバー

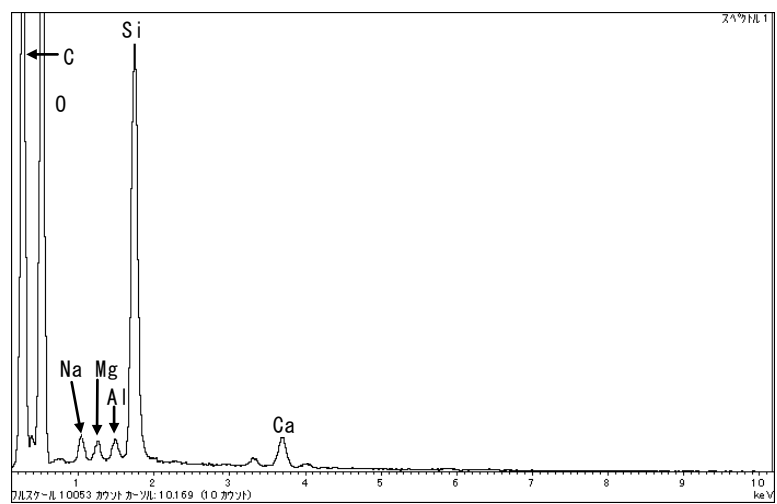
SEM 像



BSE 像

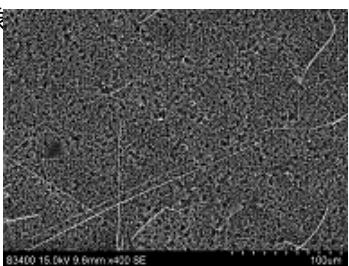


EDX スペクトル

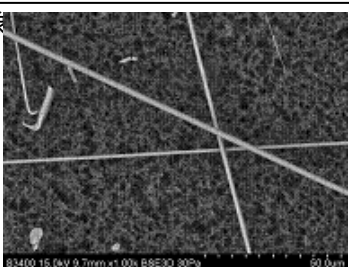


(8) セラミック繊維

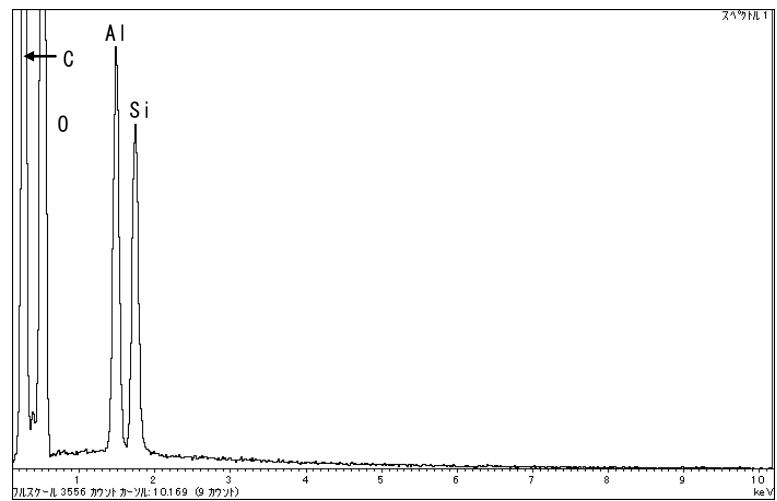
SEM 像



BSE 像



EDX スペクトル



(9) 石膏 (硫酸カルシウム)

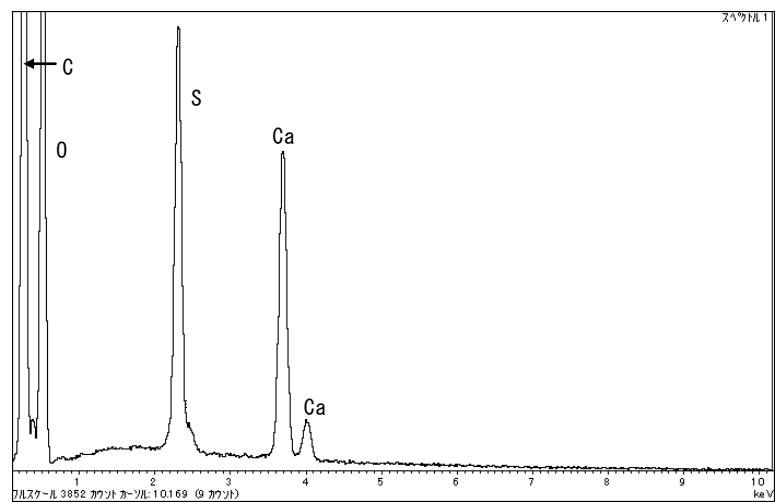
SEM 像



BSE 像

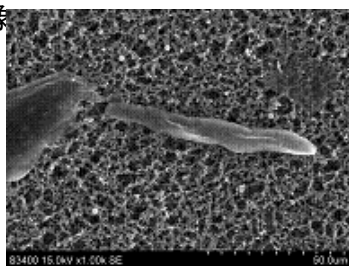


EDX スペクトル

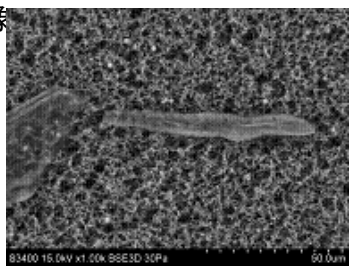


(1 0) パルプ

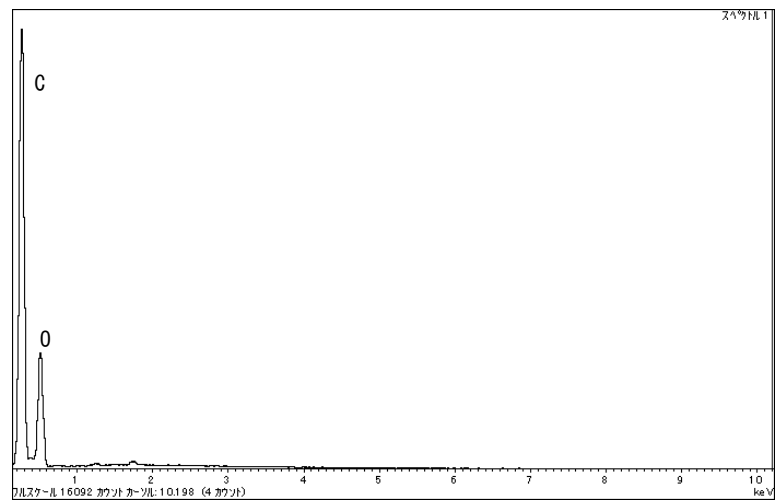
SEM 像



BSE 像

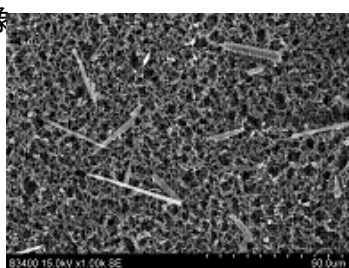


EDX スペクトル

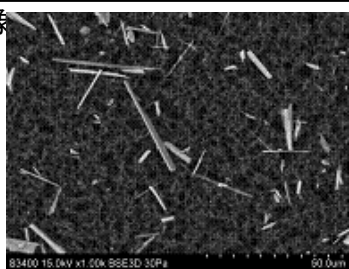


(1 1) ワラストナイト

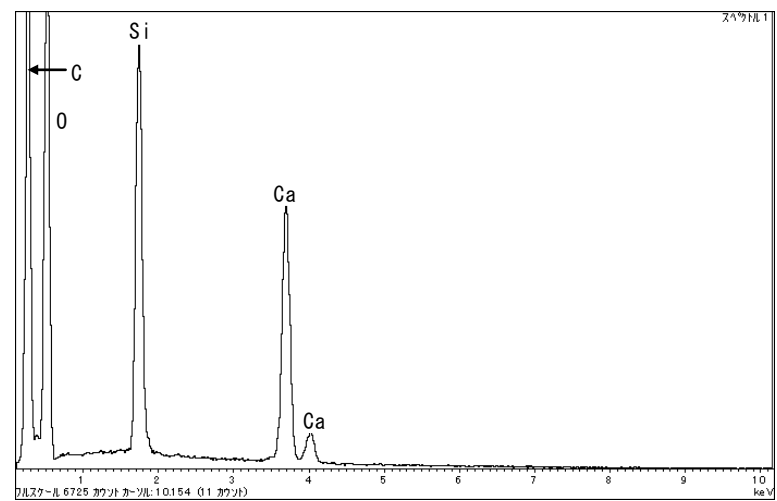
SEM 像



BSE 像

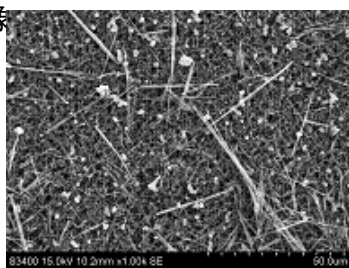


EDX スペクトル

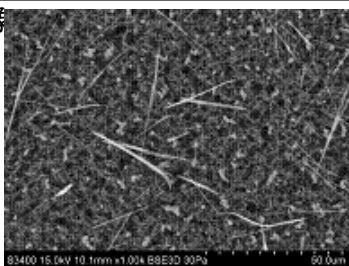


(1 2) 塩基性硫酸マグネシウム

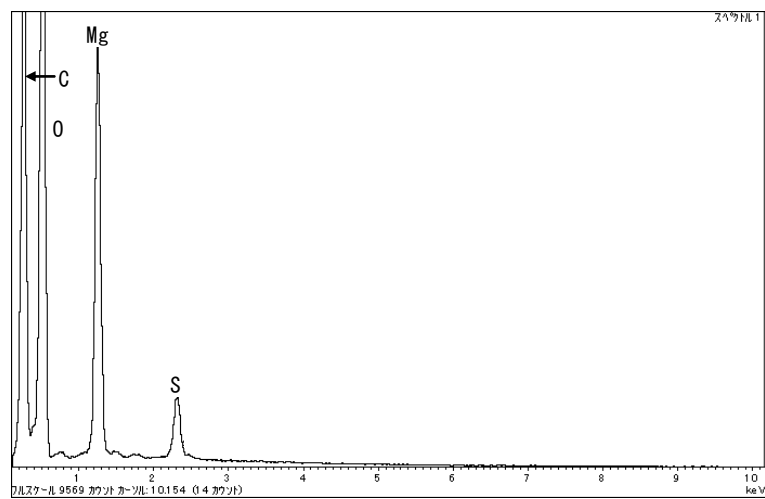
SEM 像



BSE 像

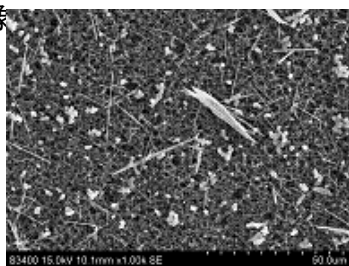


EDX スペクトル

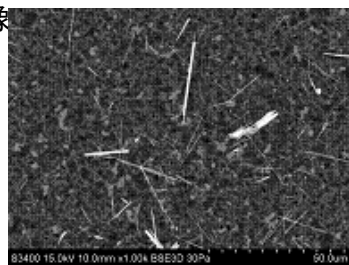


(1 3) チタン酸カリウム

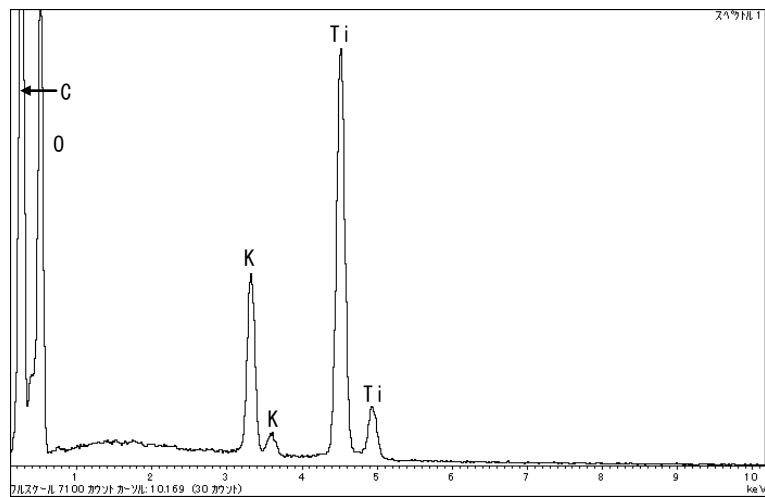
SEM 像



BSE 像



EDX スペクトル



2. 3. 4 分析透過電子顕微鏡法（A-TEM）

A-TEMによる大気中のアスベスト測定方法は、一定容量の大気を通過させたメンブランフィルターをTEM標本に変換して、そのTEM標本に存在しているアスベストをTEMで計数するものである。TEM標本の作製方法には、アスベストを含む粉じんがメンブランフィルター上に捕集されたままの状態をTEM標本に変換する方法（TEM-1法）と、捕集したフィルター上の粉じんを別のフィルター（ニュークリポアフィルター）に移し、そのニュークリポアフィルターの一部をTEM標本に変換する方法（TEM-2法）とがある。

TEM-1法は、メンブランフィルターに捕集された試料状態が保持されたTEM標本となっているので、メンブランフィルターと1:1の対応がつけやすい。TEM-2法は、最初のメンブランフィルターの面積と次のニュークリポアフィルターのろ過面積の比率によって、濃縮（場合によっては希釈）が可能であり、一般大気のような低濃度アスベストをある程度濃縮した標本で計測を効率的に行えるという特徴を持つ。以下、TEM-1法とTEM-2法の詳細を記載する。

（1）TEM標本の作製方法

1) TEM-1法

- ① 試料捕集を行ったメンブランフィルターを捕集粉じん面をスライドガラス側に向けてスライドガラスに載せ、アセトン蒸気発生装置によってアセトン蒸気を発生させて接着する。

- ② 低温灰化装置でフィルターその他有機物などを灰化する。

参考：灰化は、3個の試料管をもつ場合、約300W 1時間程度で完了する。

- ③ 灰化後の試料部分の周囲をセロハンテープで縁取りし、試料部分とテープの両方の上にポリビニルアルコール（以下「PVA」という。）溶液を滴下し、楊枝の先などで広げて乾燥させる。乾燥は約55℃の空気乾燥器中で2~3時間又は室温で1昼夜放置する。

備考1. PVA溶液には、重合度2000のPVA粉末を約100mlの精製ろ過水に約8%になるように加え、約80℃の振とう温浴で約8時間振とうして溶解し、さらに約10,000回/minの高速で1時間遠心処理した上澄み液を用いる。

2. セロハンテープは、幅13mm程度のPVA溶液と接着性のよいものを用いる。

- ④ 乾燥後、PVA膜をセロハンテープごととはぎ取り、反転して同じスライドガラスに新たなセロハンテープで固定する。

- ⑤ その上に、カーボン蒸着装置によってカーボン蒸着を厚めに施す。カーボン膜の厚さは、50~100nm程度の厚めが望ましい。

- ⑥ 替え刃メスでカーボン蒸着面に軽く3mmの升目を入れ、セロハンテープごと500mlビーカーの熱水に浮かべる。

- ⑦ 2-3時間放置してPVA膜を完全に溶解・除去した後、浮いている3mm角のカーボン膜を試料支持メッシュ（Ni製がよい）で1枚ずつすくいあげ、乾燥してTEM標本とする。

参考 PVA膜の溶解を完全にするためには、できるだけ高温の熱水に適切な時間浮かべておくのが望ましい。そのために、ビーカーをマントル・ヒータに入れて熱水の冷却を防ぐ程度に低電圧で熱をかけるとよい結果が得られる。マントル・ヒータがない場合は、発泡スチロールの保温ケースをつくって断熱するだけでも効果がある。

TEM-1法のメンブランフィルターからTEM標本への変換方法の概念図を次に示す。

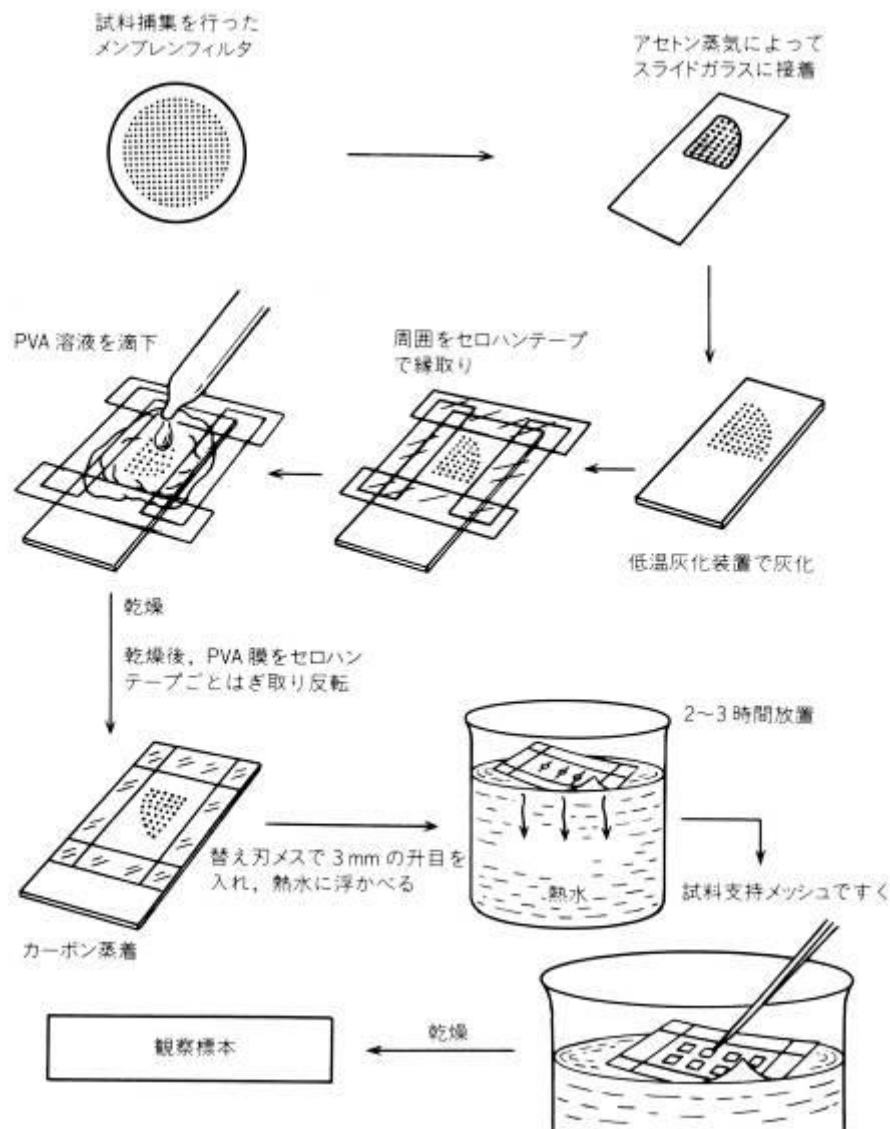


図 1 3. TEM-1 法の TEM 標本の作製方法

2) TEM-2 法

- ① 試料捕集したメンブランフィルターを、粉じん面をスライドガラスに向けて載せ、アセトン蒸気発生装置によって発生させたアセトン蒸気を吹き付けて接着する。
- ② 低温灰化装置で、フィルターなどを灰化する。
- ③ スライドガラス上に残った粉じんを、新しい片刃かみそり^{※5}でこそぎ取り、100ml コニカルビーカー中に移す。移すときに、片刃かみそりにこそぎ取られた粉じんを、洗びんのイソプロピルアルコールを吹き付けてコニカルビーカー中に洗い流す。最後に、イソプロピルアルコールを 50~80ml 程度になるように加える。

※5：新しい片刃かみそりは、パラフィンや油分が付着しているので、キシレンとエタノールで除去してから使用する。油分などが付着していると、かみそりにこそぎ取った粉じんがイソプロピルアルコールを吹き付けても落ちないことがあるので、注意を要する。

備考 イソプロピルアルコールは、あらかじめ孔径 $0.45\mu\text{m}$ のメンブランフィルターでろ

過しておいたものを用いる。

- ④ 超音波細胞破壊器（投入棒型）又は水浴型超音波洗浄器を用いて粉じんを軽く分散させ^{※6}、その液を吸引ろ過器を用いてポリカーボネートフィルター上に吸引ろ過する^{※7}。

※6：コニカルビーカー中の粉じんの超音波分散は、1分以内の短時間で済ませることが重要で、長時間超音波分散を施すと、アスベスト繊維のサイズ変化や構造破壊などが生じることがあるので、できるだけ避けること。

※7：ポリカーボネートフィルター上に吸引ろ過する際、粉じんを均一にろ過するとともにろ過器からの汚染を防止するために、新しいメンブレンフィルターを下敷きにする
とよい。

- ⑤ そのポリカーボネートフィルターの周囲を両面テープなどで固定し^{※8}、厚めにカーボン蒸着を施す。

※8：カーボン蒸着を施すために、ポリカーボネートフィルターの周囲を両面テープで固定する。そのために、両面テープをはったろ紙（直径100mm）にポリカーボネートフィルターの直径（25mm）よりやや小さめの円形の穴をいくつか開け、その穴にポリカーボネートフィルターを均等にはり付けるとよい。

- ⑥ カーボン蒸着を施したポリカーボネートフィルターから3mm角片を切り取り、それをクロロホルムを満たしたシャーレ中に作ったステンレス金網で覆った台上に置いた試料支持メッシュの上に、ポリカーボネートフィルターを下側にして1枚ずつ、1試料あたり4～5枚置く。

- ⑦ そのまま数時間から1昼夜室温で放置して、ポリカーボネートフィルターを溶かし去り、カーボン膜の残ったメッシュをTEM観察標本とする。

図14にTEM-2法のTEM標本作製方法の概念図を示す。

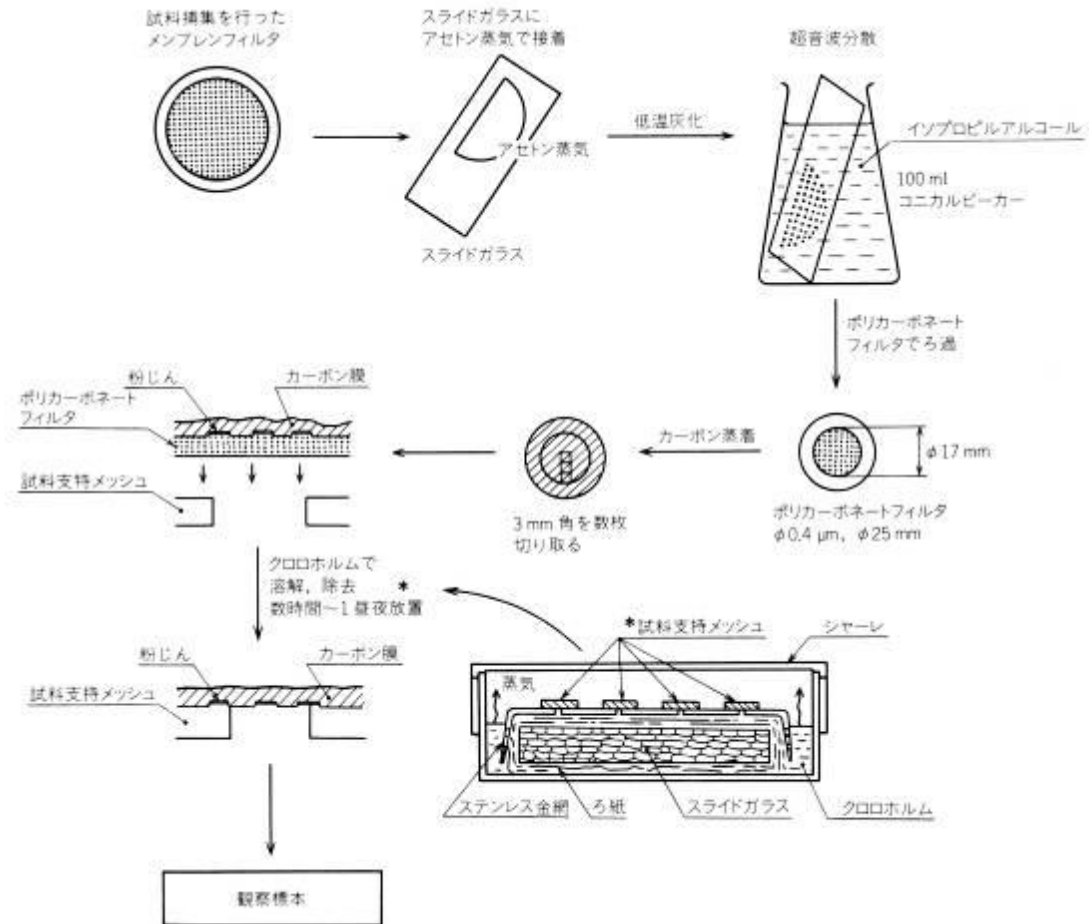


図 1 4. TEM-2 法の TEM 標本の作製方法

(2) 計数方法

蛍光板上に投影された像を見て、繊維の形態、構造などを判断し、必要に応じて繊維の EDX スペクトルを調べて、それらの種類を同定しながら該当するサイズのアスベストを計数する。

1) 計数繊維の決定

計数繊維の決定に当たっては、あらかじめ計数繊維の最小の大きさ(下限サイズ)を決めておき、そのサイズ以上の繊維について種類の同定を行い、アスベストであれば計数する。

① 位相差顕微鏡による繊維状粒子と同等の大きさの繊維を測定する場合は、SEM 及び TEM のいずれの方法によっても計数が可能である。

② 幅 $3 \mu\text{m}$ 未満で長さ $5 \mu\text{m}$ 以下の繊維状粒子を測定に含めて繊維数濃度を求める場合は、計数繊維の下限サイズを明示する必要がある。

備考 例えば、計測繊維のサイズを“長さ $1 \mu\text{m}$ 以上、幅 $0.01 \mu\text{m}$ 以上 $3 \mu\text{m}$ 未満の繊維”のように示す。

2) アスベストの同定

アスベストの同定は、(2)の1)で決定した計数サイズの繊維について、アスベストかそれ以外の繊維かを判定し、もしアスベストならその種類を同定する。

- ① EDXスペクトルによる判定：SEM又はTEMで電子線を細く絞って繊維に照射して発生する特性X線をEDX検出器で受けてEDXスペクトルを得る。アスベストの種類ごとに特徴的なスペクトルを示すので、大抵はEDXスペクトルからアスベストの種類を決定できる。アスベストのEDXスペクトルを図15に示す。

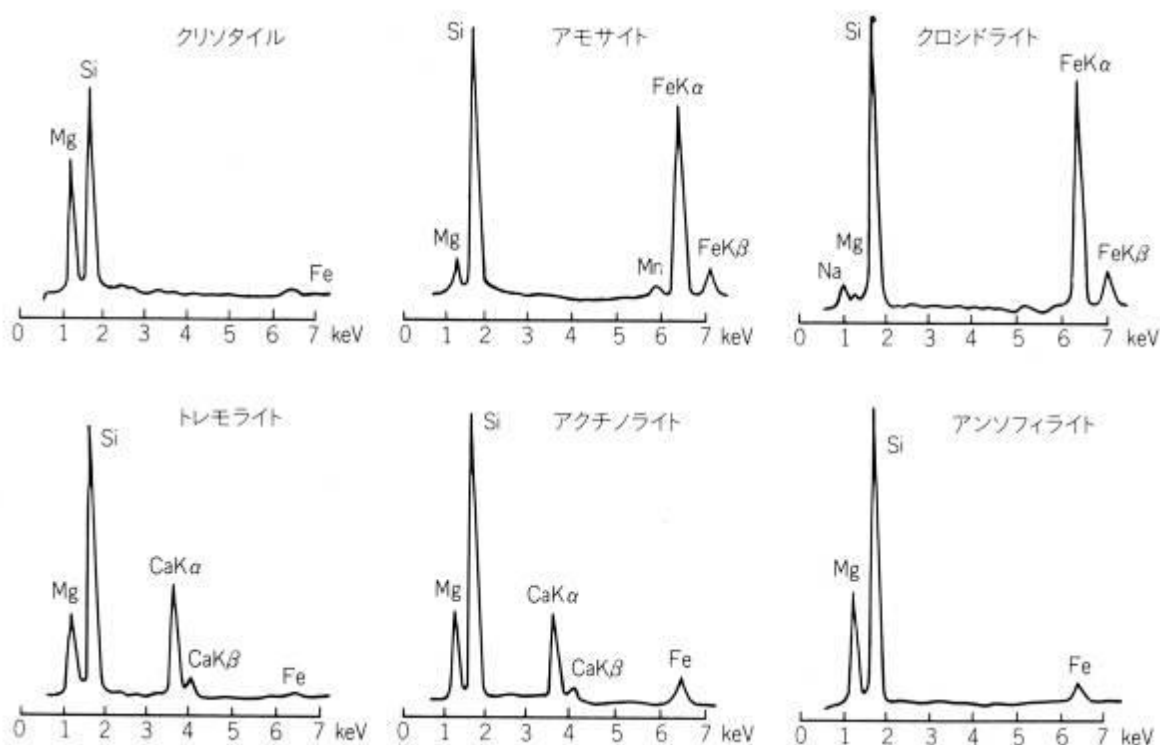


図15. アスベスト6種のEDXスペクトル図

- ② 形態からの判定：透過電子顕微鏡で観察してアスベストの種類を繊維の形態から判定できるのは、一般にはクリソタイルが挙げられる。クリソタイルは、太さ10~20nmの中空のストロー状繊維又はその集合した束状繊維として観察される。それ以外のアスベストは、形態のみではかなり困難である。
- ③ 電子線回折(ED)からの同定：TEMでは、通常電子線回折が行える。この電子線回折を蛍光板上で観察して、クリソタイルか角閃石アスベストかの判定ができる。しかし、角閃石の中のどのアスベストかの判定は、電子線回折パターンのみからはかなり難しい。

図16-1、16-2にクリソタイルとアモサイトの電子線回折パターンの例を示す。

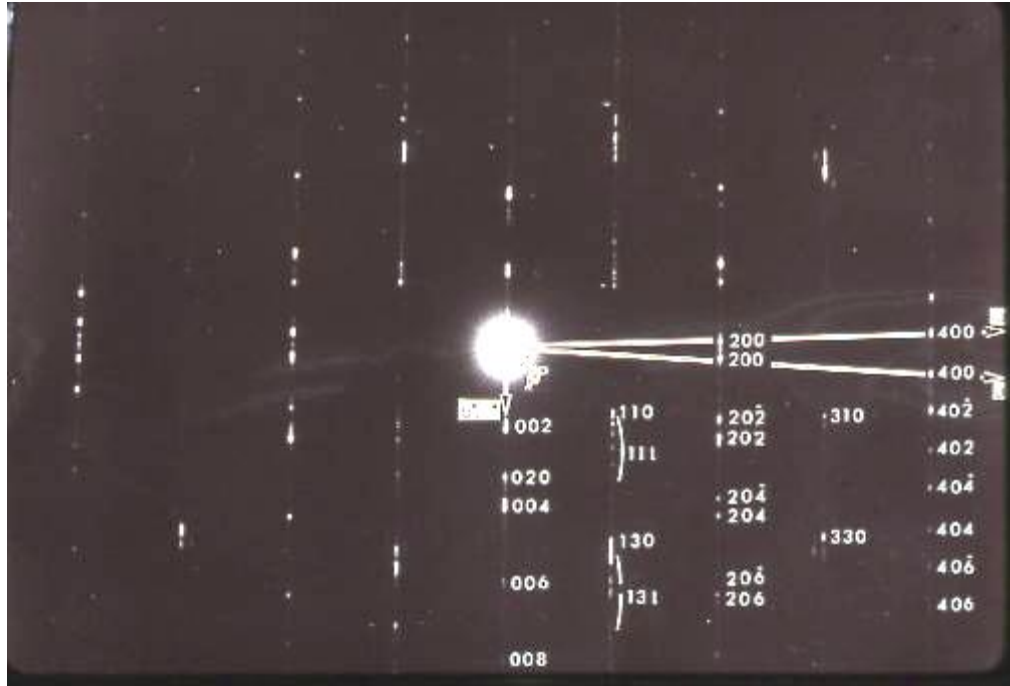


図 1 6 - 1. クリソタイルの電子線回折パターン

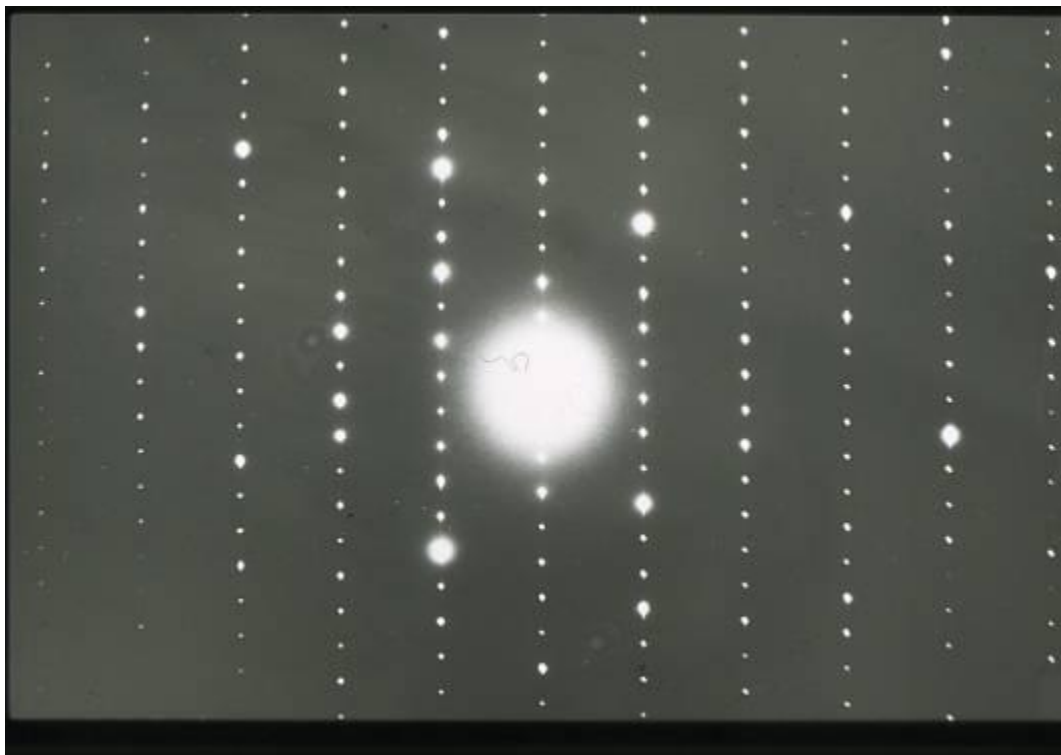


図 1 6 - 2. 角閃石アスベスト（アモサイト）の電子線回折パターン

3) 観察条件

- ① 位相差顕微鏡で観察する繊維と同等の大きさ（幅 $3\mu\text{m}$ 未満、長さ $5\mu\text{m}$ 以上、アスペクト比 3 以上）のアスベストを計数する場合：加速電圧 80~120kV、倍率 1000~2000 で行う。ただし、同定のために行う E D X 分析時には、必要に応じて倍率を 10000~20000 に上げて

観察を行う。

- ② 幅 $3\mu\text{m}$ 未満で長さ $5\mu\text{m}$ 以下、アスペクト比 3 以上の繊維を含めて計数する場合：加速電圧 80~120kV、倍率 10000~40000 倍で行い、観察できる繊維幅の最小値を、 0.1mm とか $0.5\mu\text{m}$ というように明記しておく。

4) 計数視野数及び計数繊維数

- ① 位相差顕微鏡で観察できる同等の大きさの繊維を計数する場合：観察標本に用いた 200 メッシュの試料支持メッシュの 1 網目面積は、約 $100\times 100\mu\text{m}$ であり、同様に 100 メッシュは約 $225\times 225\mu\text{m}$ である。そのような面積をもつ網目を計数視野の一単位として、何網目計数するか、又は計数繊維総数を何本にするかを、試料捕集フィルターの面積や総吸引空気量、必要とする定量下限値などを考慮して決定する。

一般には計数視野数は、式 (1) によって決定する。

- ② 幅 $3\mu\text{m}$ 未満で長さ $5\mu\text{m}$ 以下、アスペクト比 3 以上の繊維を含めて計数する場合：観察標本の 1 網目を計数視野の単位として、何網目計数するか、又は計数繊維総数を何本にするかを、試料捕集フィルターの面積や総吸引空気量、必要とする定量下限値などを考慮して決定する。

一般には計数視野数は、式 (1) によって決定する。

$$n = \frac{A}{a \times Q \times S} \quad \text{—————式 (1)}$$

ここに、 n ：必要な計数網目数

A ：フィルター有効ろ過面積 (mm^2)

a ：1 網目の面積 (mm^2)

Q ：総吸引空気量 (L)

S ：必要な定量下限値 (f/L 又は f/cm^3)

備考 ただし、これは一応の目安であって、必要とする繊維数濃度の定量下限及び標準誤差によって、必要な計数網目数又は計数繊維数を設定することが重要である。

5) 繊維状粒子の数の判定

種々の形態や集合状態で観察される繊維状粒子の数の判定は、基本的には位相差顕微鏡法の規定と同様に行う。

6) 繊維数濃度の算出

繊維数濃度は、式 (2) によって算出する。

$$C_F = \frac{A \times (N - N_b)}{a \times n \times Q} \quad \text{—————式 (2)}$$

ここに、 C_F ：繊維数濃度 (f/L 又は f/cm^3)

N ：計数総繊維数 (f)

N_b ：ブランク値 (f)

7) 定量下限値

- ① 定量下限値：定量下限値は、計数網目数又は観察視野数と総吸引空気量に反比例して小

さくなる。その関係式は、式 (3) で表される。

$$S = 2.645 \times \frac{A}{a \times n \times Q} \quad \text{——— 式 (3)}$$

参考 有効径 36mm のフィルターに吸引空気量 300L、600L 及び 1200L を捕集した場合についての計数網目数 (200 メッシュの場合) の定量下限値の関係を図 17 に示す。この図から、例えば、10L/分 で 1 時間空気捕集を行った場合に、観察試料の 10 網目を計数したとすると、その定量下限値は約 16f/L (0.016f/cm³) と求めることができる。

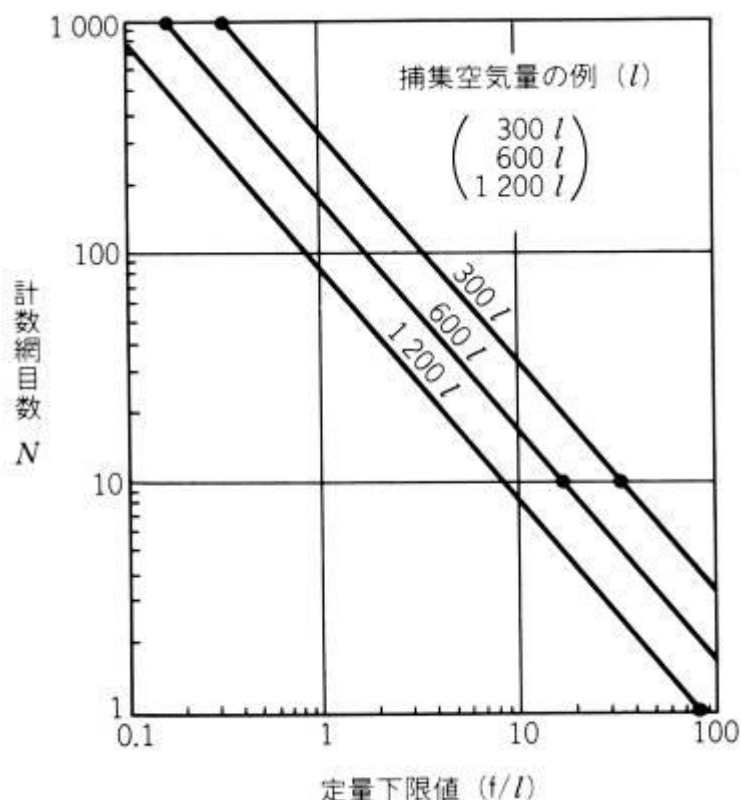


図 17. 計測網目数と定量下限値の関係図

8) 標本作製のコツ

① カーボン蒸着

カーボン蒸着膜の特性は、「機械的強度や耐電子線強度が高い」、「耐熱性、耐酸性、耐アルカリ性」、「蒸着膜の表面及び内部には特異な構造をもたない」、などである。

カーボン蒸着膜を作製するための市販のカーボン棒は、直径 5mm でカーボンの一端を細く削り、電流が流れるとき局部的に抵抗をもたせ、この抵抗によって発生する熱でカーボンを蒸着させる。真空中で蒸着膜を作製した後は、1 回 1 回先端を削る必要がある。

また、蒸着膜の膜厚は、脇に白いタイルを置き、その上に DP オイルを一滴おいて置き、オイルの所はカーボン膜が付かないので、その部分と蒸着膜の色を比較しながら蒸着を行えば、ほぼ同じ厚さに蒸着できる。

② 低温灰化法

低温灰化法は SEM と TEM のいろいろな部分で採用されている。いずれも粉じん捕集

メンブランフィルターをアセトン蒸気によってスライドガラスに接着し、酸素プラズマを発生する低温灰化装置に入れてメンブランフィルターそのものと捕集粉じん中の有機物などを100℃程度の低温で除去するもので、灰化後のスライドガラスにはアスベスト繊維など無機物質が残される。

この場合、フィルター灰化中に粒子が飛散しないようにフィルター上の粒子をスライドガラスにしっかりと接着させることが重要である。そのため、フィルターの粒子面をスライドガラス側に向けて接着することが重要である。

供給パワー(ワット数)と試料の灰化温度の関係は、ほぼ比例するので、あまり温度を上昇させないためには酸素量を十分供給し、なるべく低いワット数で灰化時間を長くとるとよい。ただし、灰化時間はクリソタイルなど試料の損傷・変質を最小限に抑えるために、必要最小限にすることも要求される。通常、30分から1時間程度で終了させるのがよい。

低温灰化装置の試料管は、灰化中の試料への汚染(コンタミネーション)を防ぐために常に清浄に保つことが肝要である。試料処理の前後にブローで清浄ガスを吹き付けて試料管内部の粉じんを吹き飛ばしてクリーニングする。また、灰化後に空気を試料管に導入するとき、室内の粉じんを試料管に導入させないためにリークバルブの前にはろ過フィルターを装着しておくことも必要な汚染防止策である。灰化後のスライドガラスは、表面が活性化していて空気中の粉じんを吸着しやすい状態になっているので、素早くガラス製シャーレに保管し、そのまま運搬するようにする。プラスチック製シャーレは、静電気などの影響で粉じんを呼びやすいので、なるべく使用を避けたほうがよい。

9) 計数の要領

① 計数繊維の決定

測定対象の繊維(計数繊維)の「種類」及び「サイズ」の範囲の二つを最初に決めなくてはならない。電子顕微鏡法では、走査型電子顕微鏡(SEM)でも透過型電子顕微鏡(TEM)でも、繊維の長さとは幅はかなり正確に測定することができる。位相差顕微鏡法では、ある一定の試料作製法と観察倍率を規定すれば、見える繊維の最小サイズはほぼ一様に決まってしまうので、“長さ5 μ m以上で幅3 μ m未満、アスペクト比が3以上”というのが、一般的な測定対象繊維の定義である。電子顕微鏡法においては、その定義と同様にして繊維を計数すると、観察倍率によっては繊維の最小サイズ(特に幅)が位相差顕微鏡よりずっと細いものまで見えることになり、計数すべき最小サイズをあらかじめ決めておかないと、観察倍率に依存して観察可能な繊維を全部計数することになり、どこまで細い繊維が見える状態で計数したのかによって繊維数の測定結果に不正確さが生じてしまう。場合によっては、不必要な計数努力をすることにもなりかねない。

電子顕微鏡法では、一般に位相差顕微鏡よりかなり細いものまで観察できる。例えば、アスペクト比3以上の条件を満たしている長さ5 μ mで0.1 μ mの繊維も0.05 μ mの繊維も共に数千倍の観察倍率のTEMで蛍光板の上で確認できるサイズである。このサイズの繊維は位相差顕微鏡法では全く観察できない細さの繊維である。そのため、電子顕微鏡では、位相差顕微鏡とは別に計数繊維の幅(特に最小計数繊維幅)の規定が必要である。

(a) 位相差顕微鏡と同等サイズの繊維の計数：電子顕微鏡法でも位相差顕微鏡で計数している繊維サイズと同等の繊維を計数することがある。従来の種々の研究報告から、最近の優れた分解能をもつ位相差顕微鏡及び試料処理方法の下では、幅約0.2 μ m程度までの

繊維は観察できるようになっていると考えられている。

一方、実際に位相差顕微鏡と電子顕微鏡の両方法による測定結果を比較してみると、位相差顕微鏡はたかだか $0.3\sim 0.4\mu\text{m}$ 程度の繊維幅のアスベストまでしか検出していないという報告もある。

現在、位相差顕微鏡による測定値と完全に一致させることは難しいが、一応、電子顕微鏡では長さ $5\mu\text{m}$ 以上、幅 $3\mu\text{m}$ 未満で $0.2\mu\text{m}$ 以上の繊維を測定すると、その計数結果は位相差顕微鏡の結果とほぼ同じ程度の値になると考えられる。

走査型電子顕微鏡法でも、この“位相差顕微鏡で観察できる同等の大きさの繊維”のアスベスト繊維数濃度を測定することは十分可能である。しかし、走査型電子顕微鏡法でこれ以下の細さの繊維を含む計数を日常的に行うにはかなり困難な作業となるので、それ以下の繊維を含む測定は、透過型電子顕微鏡によるほうがよい。

- (b) 位相差顕微鏡で検出できない細い繊維を含む計数：上記のように長さ $5\mu\text{m}$ 以上、幅 $3\mu\text{m}$ 未満で $0.2\mu\text{m}$ 以上の繊維を“位相差顕微鏡と同等サイズの繊維”として、それ以下のサイズの繊維を測定に含めて繊維数濃度を求める場合がある。その場合は、“長さ $1\mu\text{m}$ 以上、幅 $3\mu\text{m}$ 未満で $0.01\mu\text{m}$ 以上の繊維”のように、計数繊維のサイズ下限値を明示しなくてはならない。サイズ下限値を明示しないと、どこまで短い又は細い繊維を計数に含めたのか不明で、測定値の相互比較や特定のサイズの割合を求めることなどができなくなる。

② アスベストの同定

- (a) EDXスペクトルによる判定：EDX検出器を装着した分析透過電子顕微鏡（A-TEM）によってアスベスト 1 本 1 本の元素組成を知ることができる。現在では、種々の補正計算のプログラムも開発され、1 本 1 本のアスベストのEDXスペクトルから化学組成の定量分析もできるようになっている。しかし、アスベストの種類の識別・同定が目的の場合は、その定性分析すなわちEDXスペクトルを得るだけで十分である。

EDXスペクトルのピーク強度は、同一の繊維でも若干変化することがあるが、アスベストの構成元素はあまり変わらないので、スペクトル全体のパターンはアスベストの種類ごとに図 15 とほぼ同様なパターンを示す。すなわち、Si と Mg のピークだけが検出された場合、クリソタイルとアンソフィライトの可能性が高い。Mg の強度が Si の強度に比べて半分以下の場合、アンソフィライトの可能性が高い。この情報と次項の形態と電子線回折の情報を合わせると、完全に両者が同定できる。また、Si、Fe 及び Mg の組合せがアモサイト、それに弱い Na のピークが付加されたものがクロシドライト、Si、Mg 及び Ca の組合せがトレモライトで、それに Fe が付加されたものがアクチノライトである。

アモサイトやクロシドライトなど角せん(閃)石系アスベストの識別は、形態と電子線回折だけからは難しいが、このようにEDXスペクトルからは容易に識別判定できる。さらに、EDXスペクトルは、電子線を細く絞って試料に照射しているので、直径 $10\sim 20\text{nm}$ 程度の極めて狭い領域の元素組成を検出している。したがって、繊維が何本か重なって集合していても、それらの 1 本 1 本からEDXスペクトルを得て識別することができる。

- (b) 形態からの判定：アスベスト繊維をTEMで詳細に観察すると、まずクリソタイルと角せん石系アスベストのアモサイトやクロシドライトとは同じ繊維状形態でも大きく異なることが分かる。クリソタイルは、1 万倍以上の観察で繊維の中心部が繊維方向に沿っ

てやや明るいコントラストを示すのを蛍光板上ではっきり認めることができる。このコントラストは、クリソタイルが中空管状の結晶形態をもっていることに起因している。したがって、透過型電子顕微鏡の数万倍程度の倍率で中空状繊維が観察された場合、クリソタイルである可能性が高いといえる。

また、一般にクリソタイルの繊維は、角閃石系アスベストより細く、直径 $0.05\mu\text{m}$ 以下の繊維であることが多い。クリソタイルの太いものは、TEM でよく見ると必ず細い繊維の集合体の束であることが分かる。この性質も形態によるクリソタイル同定の重要な情報である。ただし、クリソタイルと似た繊維形態をもつものに、粘土鉱物の 1 種の管状ハロイサイトがあるので、場合によっては、EDX スペクトルを見て決めなくてはならない。管状ハロイサイトはアスベストではなく、花こう岩の風化地帯や関東地方に分布する火山灰層（関東ローム層）などに一般的よく見られる。クリソタイルの形態的特徴である中空管状形態を目印に同定した場合、唯一誤認するおそれのある鉱物がこのハロイサイトである。EDX スペクトルによる同定を組み合わせれば、この誤認は防げる。すなわち、両者の EDX スペクトルは、クリソタイルが Si と Mg のピークを示すのに対して、ハロイサイトは Si と Al のピークの組合せを示す。したがって、Mg 又は Al のピークが Si とともに出現することを目印に識別できる。

③ 観察条件

- (a) TEM で位相差顕微鏡と同等の大きさの繊維を計数する場合：TEM で繊維状粒子の計数を行うとき、加速電圧は 100kV 前後が適当である。一般に TEM の場合、加速電圧の上昇に伴って像コントラストは同一の対物絞りを使用した場合は低下する。加速電圧が高いほど電子線の試料透過能力は増すので、やや厚い試料も観察できるという有利さがでてくるが、反対に像のコントラストが低下するという不利も生じる。像コントラストの低下は、ある程度対物絞りの穴径の小さいものを使用することで防げる。しかし、あまり小さい絞りを使うと観察視野がカットされるので、そうした対策にも限界がある。このような理由から、加速電圧の設定は 100kV 程度が適当であるが、150kV や 200kV ではいけないというものではない。加速電圧と像コントラスト及び試料透過能の関係をよく理解して、コントラストの低い細い繊維も見落とすことのないように観察・計数することが重要である。

加速電圧が決まると次に観察倍率の設定であるが、まず表記の位相差顕微鏡と同等のサイズの繊維を計数する場合は、1000～2000 倍の TEM での低倍率で行うと能率的である。TEM の 1000～2000 倍程度の像は、十分なコントラストをもっている。1000 倍で観察したとき蛍光板上では、 $5\mu\text{m}$ の長さの試料が 5mm の長さ、幅 $0.2\mu\text{m}$ の繊維は 0.2mm の幅でそれぞれ見えることになり、ともにルーチンワークでも十分検出できるサイズである。もちろん、これより高い倍率で計数を行うのもよいが、倍率が高いほど視野面積が小さくなるので、必要な観察視野面積を観察するのに労力がかかり過ぎることになり、目的と労力の関係から選択すべきである。

- (b) TEM で幅 $3\mu\text{m}$ 未満で長さ $5\mu\text{m}$ 以下の繊維を含めて計数する場合：この場合は、どこまで細かい繊維を計数に含めるかをまず明記しなくてはならない。観察倍率と蛍光板上での大きさの関係は図 18 に示すようになる。すなわち、ルーチンワークで蛍光板上の像の存在を確認できるのが 0.5mm 程度とすると、 $0.1\mu\text{m}$ の大きさの試料が 0.5mm に見

える倍率は、5000 倍である。クリソタイルの単繊維は、普通 $0.02\sim0.04\mu\text{m}$ 程度である。その大きさを蛍光板上で直接見るためには、数万倍以上の倍率が必要であることが図 18 から分かる。1000~5000 倍の倍率にして、蛍光板上の像を電子顕微鏡に付属しているルーペ（通常、数倍~10 倍程度）を使用して観察する方法でも、これら $0.02\sim0.04\mu\text{m}$ 径のクリソタイル単繊維の計数が可能である。いずれにしても、表記の幅 $3\mu\text{m}$ 未満で長さ $5\mu\text{m}$ 以下の細かい繊維を計数に含める場合は、どこまで細い繊維又は細かい粒子が蛍光板上で観察できるかを、あらかじめ確認しておき、その必要な倍率以上の倍率で計数することが重要である。

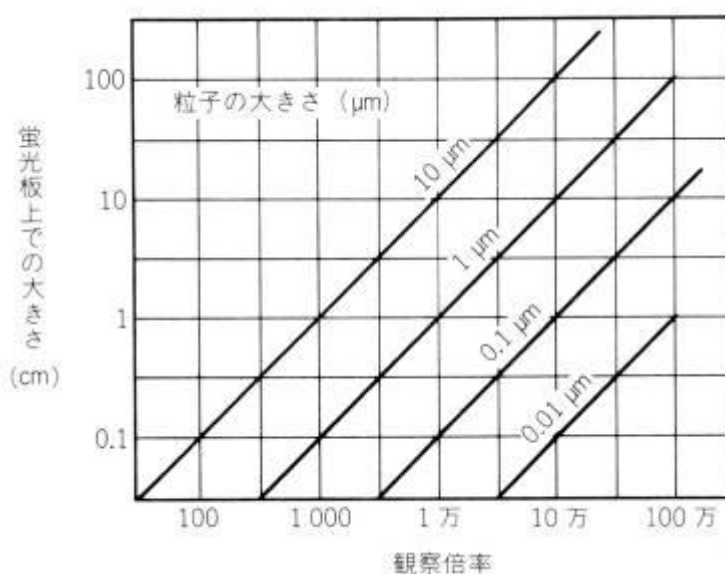


図 18. 観察倍率と蛍光板上での大きさの関係

第3部 解体現場等におけるアスベストの測定方法

3. 1 試料の捕集方法

3. 1. 1 測定地点及び測定箇所の設定

(1) 測定地点

測定地点は表2のとおりとする。

表2 測定地点の区分

地点 区 分	該当する施設、地域
解体現場等	① 特定建築材料が使用されている建築物等の解体現場等
	② 石綿含有成形板等を扱う建築物等の解体現場等

(2) 測定箇所の設定

測定箇所は、次の事項を考慮して設定する。

解体現場等

- ① 特定建築材料が使用されている建築物等の解体現場等
- ② 石綿含有成形板等を扱う建築物等の解体現場等

作業が実施される施設（排出源）の直近で、多数の人の通行等がある場所（敷地境界でなくても良い）の4箇所（排出源をはさんで、主風向の風上・風下の2箇所と主風向に垂直な2箇所）とする。測定箇所は、排出源からできる限り等距離で、排出源から遮る障害物の少ない箇所を選定することを原則とし、敷地の形状、敷地内の排出源の位置等を考慮して、作業現場から一般環境への負荷の状況を把握するのに適した場所を選定することが望ましい。なお、ホルダーは、排出源の方向に向ける。

エレベーター内等の吹き付けアスベスト除去等、除去区域が建築物等の一部であり、養生の外で不特定多数の人が活動している場合には、施設の外部で測定することが望ましくないため、養生の外で不特定多数の人が往来する場所を敷地境界と見なして測定点を設定する。

また、作業員が出入りする際に、石綿が直接外部に飛散しないように設けられた室（以下、「前室」という）の入口の外側及び集じん・排気装置の外部への排気口（以下、「排気口」という）付近の近傍にそれぞれ最低1箇所測定すること。ホルダーは、排出源の方向に向ける。

3. 1. 2 捕集用装置及び器具

※「2. 1. 2 捕集用装置及び器具」に準ずる。

3. 1. 3 捕集条件

(1) 捕集回数

捕集回数はその作業が実施される1回（1日間）とする。

(2) 吸引流量、捕集時間及び捕集空気量

有効ろ紙直径が35mmの捕集用ろ紙を用い、吸引流量10L/minで連続4時間空気を捕集（2400L）することを原則とするが作業が捕集時間内に終了しても、連続4時間捕集を行う。

(3) 捕集高さ

原則として地上 1.5m以上 2.0m以内とする。測定点周辺の障害物等の影響が考えられる場合などは、適宜捕集する高さを設定してもよい。仮に、排気口が低い場合等は適宜適切な高さに設定する。なお、排気口が2階以上の高さの窓等から出されている場合は直近の敷地境界を測定箇所としてもよい。

(4) 測定点の決定

測定計画の際に主風向の情報から設定した大まかな位置と、風向に対する周辺の障害物等の影響等を考慮して測定点を決定する。なお、メンブランフィルターとポリカーボネートフィルターとを並行で捕集を行う場合は、2台の装置の設置高さ、ホルダーの向きを同一にし、2台の装置が互いに影響を及ぼさないように設置する。

3. 1. 4 捕集にあたっての注意事項

測定箇所が屋外の場合、降雨に備えてカウルを使用する事が望ましい。なお、フィルターホルダーとカウルは使用前に清掃する。フィルター上への粒子沈着量が多過ぎると顕微鏡観察が難しくなるので、粉じん濃度が高くなる可能性がある前室の入口の外側の測定箇所では粒子沈着量に注意すること。

なお、測定開始前に除去対象アスベストの種類を確認すること。また、除去対象のバルク試料等を事前に位相差及び偏光顕微鏡で観察しておくことが望ましい。

3. 2 繊維数濃度の算出

※8 ページの「2. 2 繊維数濃度の算出」に準ずる。

3. 3 解体現場における測定方法各論

3. 3. 1 測定手順

解体現場等で採取した試料の測定手順は図19にあるとおりであり、測定手順そのものは一般環境のそれとほぼ同様である。電子顕微鏡法はA-SEM法、A-TEM法のいずれも良いものとする。

位相差顕微鏡法で総繊維数を計数し、原則として総繊維数が1 f/Lを超過したものについては電子顕微鏡法により確認を行うこととし、場合によっては最初から電子顕微鏡で位相差顕微鏡法で計測できるものと同等サイズの繊維を計数することもできるように策定した。また、位相差顕微鏡で計数した総繊維数が1 f/Lを超過した場合、低温灰化を行い有機繊維を除去してもよい。

3. 3. 2 位相差顕微鏡法（PCM法）

3. 3. 3 分析走査電子顕微鏡法（A-SEM法）

3. 3. 4 分析透過電子顕微鏡法（A-TEM法）

※11 ページの「2. 3. 2 位相差顕微鏡法（PCM法）」～38 ページの「2. 3. 4 分析透過電子顕微鏡法（A-TEM法）」に準ずる。

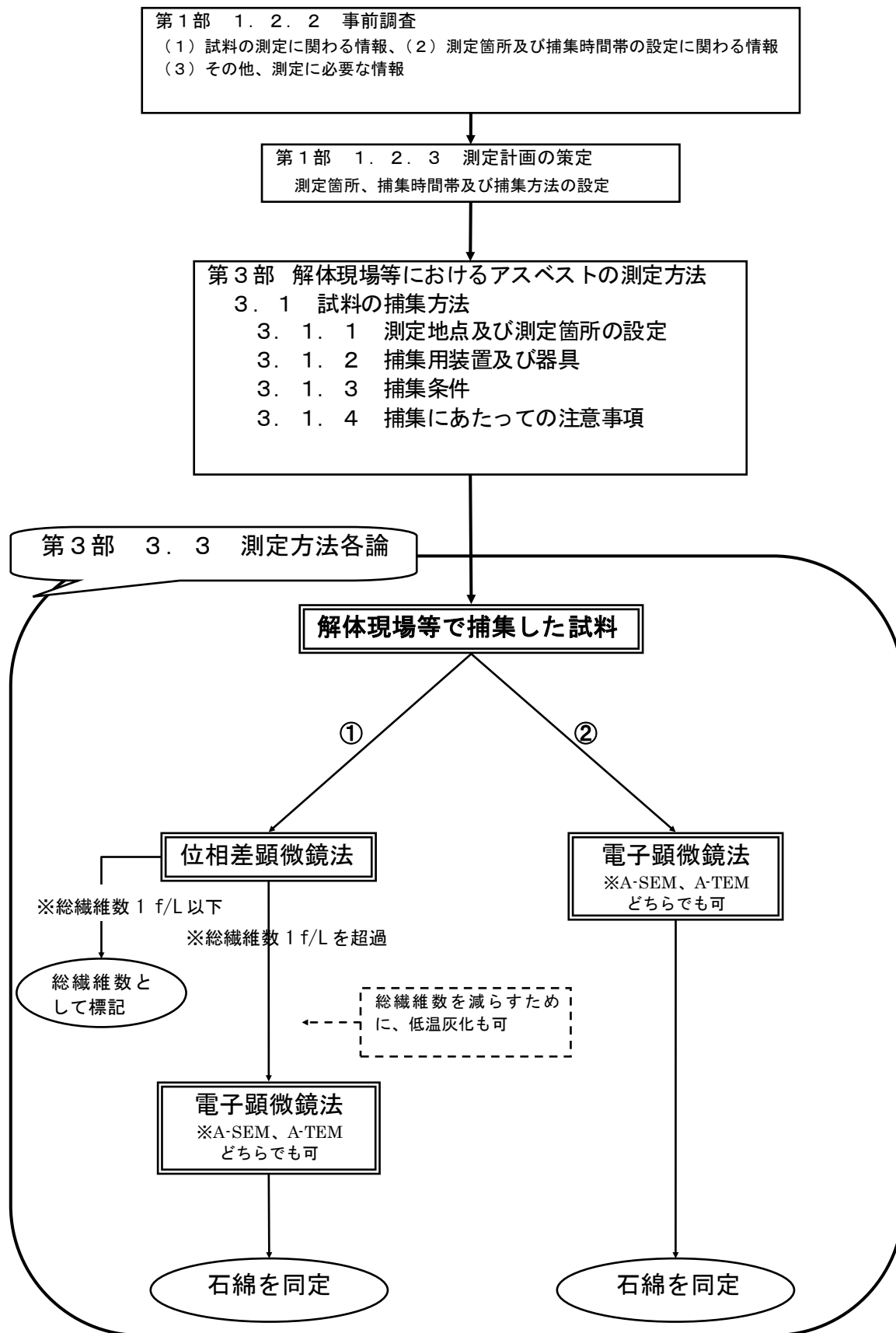


図19 解体现場における通常の測定フロー

(参考資料) 解体現場等における迅速な測定方法の紹介

これまで解体現場における測定方法について述べたが、この方法は試料の捕集時間が4時間であるうえに、採取した検体を持ち帰って分析する方法であり、結果が出るまでにはかなりの時間を要する。

一方、解体現場等は工期が数時間から数日間で終了してしまう場合も多いことから、飛散防止のためには、迅速な行政指導が可能となる方法が存在することが望ましい。

そこで解体現場等における迅速な測定方法の例として、図20の通り、「位相差／偏光顕微鏡法」、「蛍光顕微鏡法」、「可搬型等の分析走査電子顕微鏡法」、「繊維状粒子自動測定器による測定」の4つの方法を記載した。解体現場等に測定機器を持ち込み、その場で測定を行うことでアスベストが漏洩しているかどうかを確認することが望ましい。しかし、解体現場等においては測定を行うことができる場所がどうしても確保できない場合、又は解体現場の近くに研究所等の設備が整った施設がある場合など様々な状況が想定されるため、実際の測定に関しては、現場の状況を勘案し、柔軟に対応すること。

1 試料の捕集方法

3. 1の試料の捕集方法に準ずる。但し、「測定箇所の設定」に関しては、前室及び排出口を重視するものとし、「吸引流量、捕集時間及び捕集空気量」に関しては、原則として捕集時間は除去作業開始直後から30分間、吸引流量は10L/minとする(吸引空気量:300L)。

2 測定法の概要

「位相差／偏光顕微鏡法」は位相差顕微鏡によって計数された繊維状粒子について偏光顕微鏡による観測でアスベストと非アスベストに分別し、環境大気中のアスベスト濃度を測定する手法である。本測定法はターレットと対物レンズの切り替えだけで偏光法と位相差法を同時に行えるという利点があるものの、偏光顕微鏡は日本では普及していないため、今後、分析担当者の訓練が必要である。

蛍光顕微鏡法はアスベストと特異的に結合する蛍光タンパク質を介する事によって、アスベストを蛍光させる測定を行う方法である。この方法によってクリソタイル及び他の角閃石系のアスベストを同定することが可能であるとともに、ロックウールなどの非アスベスト繊維と識別してクリソタイルおよび角閃石アスベストを同定することが可能である。ただし、存在は少ないもののアスベスト以外の繊維(セラミック繊維、炭化ケイ素ウィスカー、酸化チタンウィスカー、ワラストナイト等)にも蛍光タンパクが結合し、角閃石アスベストとの識別が難しい場合があるので注意が必要である。

可搬型等の分析走査電子顕微鏡法は、位相差顕微鏡法等を超える精度を有する上に、EDXによりアスベストを同定できる利点があるが、装置が他の方法と比較して高額である。

繊維状粒子自動測定器による測定は総繊維濃度をリアルタイムで把握できるという利点を有するものの、他の測定方法との相関性などの課題が残っている。

上記の各測定方法にはそれぞれ長所、短所がある。現時点で従来の方法と比較して、必ずしも十分な知見が確立されていない部分もあり、また、同一のフィルターを各測定方法で測定しクロスチ

チェックを行ったところ、定量的な観点からは十分な一致は見られなかった。しかし、解体現場等からアスベストが漏洩しているかどうかを確認する方法としては有効であると考えられるため、地方公共団体等からの要望も強いという事情を考慮して、本マニュアルにおいては紹介という形で取り上げることとした。

今後、さらなる知見の充実や技術の進歩に向け、所要の改訂について引き続き検討することとしている。

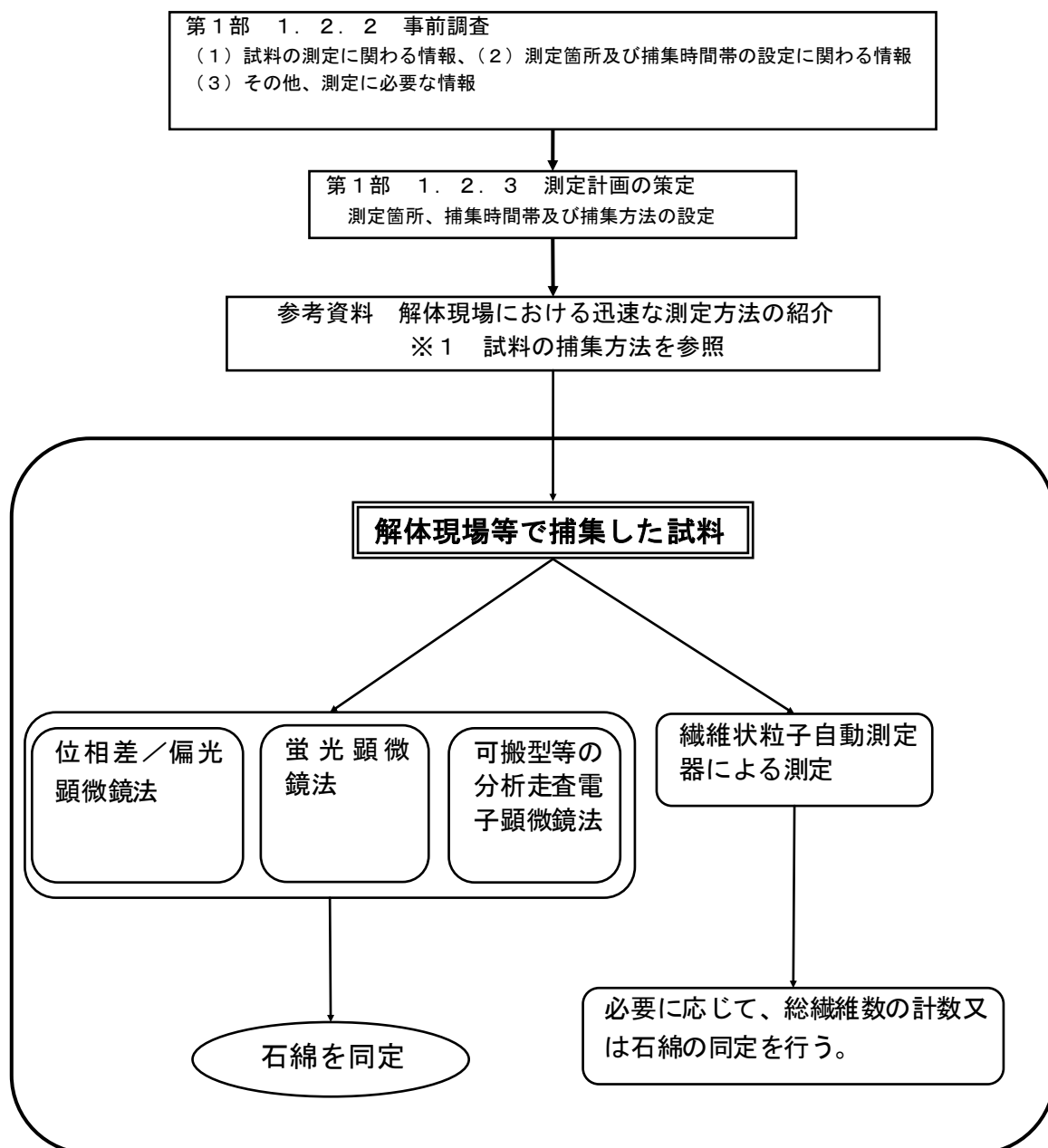


図20 解体現場における迅速な測定フロー

例 1 位相差／偏光顕微鏡法

偏光顕微鏡は物質の光学的性質を観測するための諸装置を備えた顕微鏡で、鉱物学の分野では鉱物の識別・同定のための有力な手段の一つとなっている。本測定法は、位相差顕微鏡によって計数された繊維状粒子について偏光顕微鏡による観測でアスベストと非アスベストに分別し環境大気中アスベスト濃度を測定する手法である。分析には位相差顕微鏡用コンデンサを装着した偏光顕微鏡を使う。同顕微鏡のレボルバに位相差用と偏光用の対物レンズを装着すると、ターレットと対物レンズの切り替えだけで視野を変えることなく位相差観察と偏光観察を行なうことができる。顕微鏡は、ターレットと対物レンズの切り替えだけで偏光法と位相差法を同時に行える「位相差／偏光顕微鏡」を使う。偏光顕微鏡には分解能の限界があり観測対象は $1\mu\text{m}$ 以上の径の繊維とされているが、対物レンズや光源強度の改良によって最近では $1\mu\text{m}$ 以下の径の繊維についてもその光学的性質の観測が可能になっている。

解体現場等では周辺環境へのアスベスト飛散防止のために迅速なアスベスト濃度測定が求められる。現場での分析（オンサイト分析）が可能で、サンプリング開始から 1 時間前後で飛散の有無を判定出来る本測定法は飛散防止対策に有効な手法となる。また解体現場等では除去工事前の吹き付け材中アスベスト含有検査によって除去対象アスベストの種類についての情報が得られるので、分析者は飛散の可能性のあるアスベストの種類を予め知ることが出来、それは分析精度の向上に資するものとなる。

なお、本測定法には偏光顕微鏡による観測のための基礎知識（複屈折、多色性、消光と消光角、伸長性の正負の観測）と分析のためのトレーニングが必要である。また、測定結果の精度維持のためには継続的な精度管理の実施が必要である。

（１）試料の捕集及び前処理

試料の捕集については、「１ 試料の捕集方法」また試料の前処理については 11 ページの「２．

３． ２ （１）試料の前処理」に準ずる。

（２）繊維の計数

１）アスベスト分析用の位相差／偏光顕微鏡の仕様

透過ケーラー照明が可能な偏光顕微鏡であって、下記の条件を満たすもの。

- ① JIS B7251 に規定する偏光顕微鏡の基準系を備えている。
- ② 透過照明光源（ハロゲン 100W 以上）と昼光色フィルタを備えている。
- ③ 対物レンズは、偏光観察用 10 倍（開口数 0.25 以上）と 40 倍（開口数 0.65 以上）、及び位相差用 10 倍及び 40 倍（開口数 0.75）を備えている。
- ④ 接眼レンズは 10 倍、または 15 倍を備え、十字線を刻んだ計測用のアイピースグレーティクルを備えている。
- ⑤ レボルバは、各対物レンズの光軸中心を、アイピースグレーティクルの十字線の中心に調整できる芯だし調整機構を備えている。
- ⑥ ステージ（載物台）は 360° 回転でき、JIS R3703 に規定するスライドガラス（標準形）が 1

枚以上装着でき、移動できる。また、回転の角度が測れる。

- ⑦ コンデンサは、使用する対物レンズのいずれよりも開口数が大きく、開口絞りを備えている。かつ、位相差用の対物レンズに対応でき、芯だし調整可能なリング絞りが組み込まれている。
- ⑧ 照明側にポラライザ（偏光子）を、観察側に挿脱可能なアナライザ（検光子）を備え、振動方向を互いに 90° に調整可能で、アイピースグレーティクル上の十字線の方に合わせる事ができる。
- ⑨ 遅軸方向が表示され、挿脱可能でリターデーションが 530nm ないし 550nm の位相板（鋭敏色検板）を備えている。

2) 顕微鏡の調整（偏光顕微鏡）

顕微鏡の調整のうち「位相差顕微鏡」については「2. 3. 2 (2) 試料の計数 1) 顕微鏡の調整」に順ずる。

- ① 眼幅および接眼レンズの視度補正については位相差顕微鏡と同じ。
- ② 視野絞りの調整
 - (a) プレパラートを載せ対物レンズを 10 倍にして試料にピントを合わせる。視野絞りを最小にしてコンデンサーを上下調整し視野絞り像のピントを合わせる。
 - (b) コンデンサー芯出しネジで視野絞り像と視野を同心にする。
 - (c) 対物レンズを 40 倍に変えて、(a)・(b)の操作を繰り返し次に視野絞りを視野に外接するように調節する。
- ③ 対物レンズの芯出し

偏光顕微鏡ではステージを回転させて繊維状粒子を観測することに重要な意味がある。回転させた時回転の中心が変動すると観測に支障が生じるので、対物レンズ用の芯出しネジでステージの回転中心の調整を行う。迅速な観測を行うためには、ステージを回転しても視野の中心（十字線上）の粒子が移動しないように調整することが必須である。

 - (a) 対物レンズを 10 倍にする。視野の中心（十字線上）に任意の粒子 A を持ってきてステージを回転させる。中心調整が出来ていれば粒子は中心から動かない。回転につれて粒子 A が中心から離れる場合、360 度回転させる間にもっとも離れる位置で回転を止める。対物レンズ用の芯出しネジ（2 本ある）を廻して粒子 A を中心に持ってくる。再度ステージを回転させて粒子の動きを調べる、中心から離れる場合はもっとも離れた位置から中心へ戻す。粒子 A が中心から動かなくなるまでこの操作を続ける。
 - (b) 次に対物レンズを 40 倍にして同じ操作を行う。
 - (c) 芯だし機構付きの回転ステージが付属している顕微鏡の場合は、上記(a)の調整を回転ステージの芯だし調整で行い、(b)の調整を対物レンズ芯だしネジで行う。
- ④ 偏光板の直交ニコル（クロスニコル）調整（対物レンズは 40 倍のまま行う）
 - (a) 通常ポラライザは、偏光の振動方向が視野内の十字線の水平線に平行になるように取り付けられている。従って、アナライザの角度目盛を「0」に合わせておけばアナライザによる偏光の振動方向は十字線の垂直線と平行になり直交ニコル観察が出来る。
 - (b) ポラライザが可動の場合は、アナライザを光路に入れ角度目盛を「0」に合わせる。次