特集
1

現在のアスベスト問題－環境負荷の低減のために－

アスベストの測定法の現状と問題点

神山 宣彦*

キーワード：アスベスト，位相差顕微鏡，分散染色法，電子顕微鏡，吹付けアスベスト

1. はじめに

天然鉱物繊維のアスベストは，抗張力，耐摩耗性，耐熱性，断熱・保温性，耐薬品性などの優れた物性を持ち，大量に産出し値段が安いので，極めて有用な工業材料として世界中で使われてきた。アスベストは人類に安全と快適という多大な恩恵を与え「奇跡の鉱物」と呼ばれたが，その反面，1970年代初頭に発がん性が明らかになり，吸入してから20～50年後にがんを発症することから，一転して「静かな時限爆弾」として恐れられる鉱物になった。有害性の認識が遅れ，長い間，不適切な使い方をしてきたからである。人類はついにその安全な使用方法を開発できなかった。

わが国では，今後21世紀の中頃にかけてアスベスト吹付けや保温材を使用した建築物の解体・改修が最盛期を迎えることは必至で，それらの作業者の新たなアスベストばく露が懸念される。そのため，新たなばく露防止対策を強化した「石綿障害予防規則」が昨年（2005年）7月1日に発行された。そうした状況下で，昨年6月末に尼崎市の旧アスベスト製品製造工場が，従業員とその家族および周辺住民にアスベストばく露に特異的な疾病である中皮腫が多数発生している状況を公表し，たちまちアスベスト問題は大きな社会問題となり，連日マスコミの報道する事態となった。その工場では，昭和30～50年頃の約20年間，青石綿（クロシドライト）を使った高压ヒューム管（水道管）を製造していた。厳しい法規制のなかった当時，劣悪な作業環境が工場内作業者のみならず周辺環境も汚染してしまい，長い潜伏期間を経て

今になって近隣住民にも中皮腫を発症させていると推定される。現在，類似の懸念は全国に広がっていて，厚労省，環境省，国交省はじめ多くの省庁，自治体等が深刻な事態の対応にあたっている。

本稿は，こうしたアスベスト問題の最近の動向から，作業環境中の浮遊アスベスト測定から製品あるいは原材料中のアスベスト測定にニーズが移っている現状を踏まえて，今後も必要性の高いアスベスト気中濃度測定方法とアスベスト含有製品中のアスベスト含有率測定方法の概要を紹介し，現在および将来アスベスト測定に求められている課題についても言及する。

2. アスベスト測定法の必要性

2004年10月に労働安全衛生法施行令が改正され，アスベスト含有製品の製造，輸入，譲渡，使用が一部の製品を除いて禁止されたため，今後，アスベスト作業環境測定はほとんど行われなくなる。しかし，アスベスト作業環境測定に替わって，アスベスト使用建築物の解体工事現場から一般環境へのアスベスト飛散を監視するための一般環境アスベスト測定やアスベスト吹付け室内のアスベスト測定などが重要になる。一方，今まであまり行われていなかったアスベスト含有製品等のアスベスト含有率測定が重要になっている（図－1）。アスベスト含有製品とは，特定化学物質等障害予防規則（1995年改正）で1重量%を超えてアスベストを含有する製品とされている。そのため，アスベスト含有製品と非含有（ノンアス）製品とを鑑別する正確なアスベスト含有率測定方法が求められる。

図-1 アスベスト測定法の将来のニーズ

3. アスベスト気中濃度測定方法

作業環境，室内，および一般大気などの気中に浮遊しているアスベストの濃度測定は，位相差顕微鏡や電子顕微鏡などで行われている。気中濃度測定は，サンプリング，試料処理，計数の3段階に大別される。まず，第1段階では吸引ポンプを使って浮遊アスベストをメンブランフィルター上に捕集する。このサンプリング条件が対象によって異なる。第2段階の試料処理方法は，浮遊アスベストを捕集したメンブランフィルターから分析標本を作製する工程であり，次の計数が位相差顕微鏡法，分散染色位相差顕微鏡法，あるいは電子顕微鏡法のどれによって行われるかで試料処理方法は異なる。第3段階の計数方法は，分析標本中のアスベスト繊維の計数であり，位相差顕微鏡，電子顕微鏡のそれぞれについて細かく計数条件が決められている。

3.1 位相差顕微鏡法

現在，公的機関が定めた位相差顕微鏡を用いたアスベスト測定法には，労働安全衛生法による作業環境測定法（いわゆるガイドブック法）と大気汚染防止法による一般環境大気測定法（環境庁マニュアル法）がある。それに(社)日本石綿協会が策定した室内環境測定法がある(表1)。この3つは，サンプリング方法が異なるだけで，試料処理と計数の方法はほぼ同じであるが一般環境大気測定の計数方法が唯一異なっている。一般大気に浮遊しているアスベストはほとんどがクリソタイルであるという電子顕微鏡測定結果を踏まえて，一般環境大気測定法の計数において，位相差顕微鏡で計数した後，位相差板をはずして生物顕微鏡に切替えて再度計数して，位相差顕微鏡との差に相当する見えなくなった繊維がクリソタイルとして計数している。

3.1.1 作業環境測定方法

アスベスト作業者の健康保持のために，世界各国とも作業環境の浮遊石綿濃度の規制を行ってきた。日本では有害物作業場を基盤の目のように平面的に均等に分割して各分割点の床上約1.5m辺りの有害物濃度の測定を行う，いわゆる場の測定方式が規定されている。この方式では作業場内の有害物濃度の分布状態が客観的につかめるので，局所排気装置の設置やその効果などの工学対策が立てやすい。一方，欧米では作業個人にエアサ

表1 位相差顕微鏡によるアスベスト気中濃度測定方法

測定環境 諸条件	1) 作業環境		2) 一般環境	3) 室内環境
	ガイドブック法		環境庁マニュアル	(社)日本石綿協会法
サンプリング・フィルター	混合セルロースエステル・メンブランフィルター			
フィルター直径 (mm)	47	25	47	25
フィルター有効径 (mm)	35	22	35	22
フィルター孔径 (μm)	0.8		0.8	0.8
捕集空気流速	4.0~5.0cm/sec (フィルター面で)		10 ℓ/min	5 ℓ/min
サンプリング時間	10分以上		240分	120分
フィルター処理方法	アセトン・トリアセチン法			
計数時の倍率	接眼レンズ10倍，対物レンズ40倍，総合倍率400倍			
計数方法	長さ5 μm 以上，幅3 μm 未満，アスペクト比3 以上			
	繊維数200本以上，または50視野 (300 μm 円内 = 1 視野)		繊維数200本以上， または50視野，生物 顕微鏡を併用	50視野 (300 μm 円 内 = 1 視野)
	計数すべき繊維の形状と繊維数の判定基準がある			

ンプラーを装着して個人ばく露濃度を測定する方式が行われている。この方式の特徴は、個人のばく露量と疾病との関係が直接分かることである。

現在、粉じんを捕集するフィルターは直径25mmのものが多く使用されている。捕集空気流速がフィルター面で4.0～5.0cm/secになるように流速を設定する。それは、22mm有効径のフィルターで約2ℓ/minの空気捕集量に相当する。サンプリング時間は、1箇所で10分以上つづける。フィルターの処理は、アセトン蒸気を吹付けて捕集フィルターをスライドガラスに接着・透明化する。その上にトリアセチン溶液を1～2滴滴下してNo.1 (0.2～0.3mm厚)のカバーガラスを載せ計数用標本とする。計数用標本を位相差顕微鏡のステージに載せ、接眼レンズ10倍、対物レンズ40倍、総合倍率400倍の倍率で繊維の長さが5μm以上で、幅が3μm未満、アスペクト比が3以上の繊維を、300μmのグレーティクル円内を1視野として標本をランダムに50視野計数して、所定の計算式を用いてアスベスト濃度を算出する。作業環境測定法では、アスベストを取扱っていることがあらかじめ分かっている作業環境が測定対象なので、観察された繊維はすべてアスベストと見なす。言い換えると、アスベスト以外の繊維が混入していても、アスベストとして計数することになる。繊維の束や、塊状、枝状の繊維状粒子を何本に計数するかなどの繊維数判断基準が準備されている。作業環境のアスベスト濃度は、本/mlの単位で表される。

3.1.2 一般環境測定方法

47mm直径の混合セルロースエステル・メンブランフィルターを有効径35mmのフィルターホルダーにセットして10ℓ/minの捕集空気量で4時間(場合によって2時間を2回繰返す)サンプリングする。フィルターの処理は、アセトン・トリアセチン法が主流である。以前はシュウ酸ジエチル溶液による透明化処理方法が採用されていたので、その処理方法も認められている。計数は、計数用標本を位相差顕微鏡のステージに載せ、接眼レンズ10倍、対物レンズ40倍、総合倍率400倍の倍率で長さ5μm以上、幅5μm未満のアスペクト比3以上の繊維のうち、位相差顕微鏡で見えて生物顕微鏡で見えなくなる繊維をクリソタイルと見なして

計数する。この点が作業環境測定と異なる。顕微鏡の各観察視野を1視野として(300μmグレーティクル円内ではない)、繊維数が200本あるいは50視野のどちらか先に到達したほうを採用して繊維数濃度を所定の計算式を用いて算出する。一般環境のアスベスト濃度は、本/ℓの単位で表される。

3.1.3 室内環境測定方法

アスベスト含有建材を使用した建築物やアスベスト吹付けが施されている室内の浮遊アスベスト濃度の測定は、直径25mmの白色メンブランフィルターに、毎分5ℓで2時間、室内空気を捕集する。捕集フィルターをスライドガラスに載せて、アセトン蒸気を吹付けて透明化処理した後、トリアセチンを1～2滴滴下し、カバーガラスを載せて計数用標本を作製する。計数用標本を位相差顕微鏡のステージに載せ、接眼レンズ10倍、対物レンズ40倍、総合倍率400倍の倍率で繊維の長さが5μm以上で、幅が3μm未満、アスペクト比が3以上の繊維数を、300μmのグレーティクル円内を1視野として標本をランダムに50視野計数して、所定の計算式を用いてアスベスト濃度を算出する。

この方法も作業環境あるいは一般環境と同様に、位相差顕微鏡で観察される繊維状粒子はすべて計数するので、室内の空气中に浮遊する可能性の高いアスベスト以外の繊維、例えば衣類からの繊維やティッシュペーパーの繊維などのハウスダストも計数してしまうことがある。実際にハウスダスト繊維を主に測定してしまい、混乱を来したケースもある。特に、保育園や幼稚園などでは、室内に浮遊している衣類などからの繊維が多数捕集されて、正確なアスベスト計数が阻害されやすいので、注意が必要である。

最近、分散染色位相差顕微鏡法が普及してきているので、その方法を用いるとハウスダストなどはアスベストと区別できる。できるだけそうした方法を併用することが推奨される。

3.2 位相差顕微鏡による分散染色計数方法

位相差顕微鏡による分散染色計数方法は、捕集したフィルターを透明化処理した後、低温灰化装置でフィルターを灰化し、トリアセチンの代わりに、室内建材や吹付け材などに使用されているアスベストの屈折率に対応した浸液を数滴滴下して、カバーガラスを載せて計数用標本を作製して、

位相差顕微鏡に接眼レンズ10倍、対物レンズに40倍の分散対物レンズを用いて、総合倍率400倍で、分散色を示す繊維状物質だけを計数する。表2にアスベストの屈折率などの数値とともに中央遮蔽分散色とを示した。この分散染色法で、目的の種類のアスベストだけの濃度が測定可能になった。クリソタイルを計数したいときは、1.550の浸液中で赤紫色から青色の分散色を示し、アモサイトは1.680の浸液中で桃色、1.700の浸液中で青色を示し、クロシドライトは1.680の浸液中で橙色、1.700の浸液中で青色を示す。

分散染色計数方法は、室内環境のアスベスト計測に有効であるが、一般環境にも有効である。今までの一般環境測定方法では、位相差顕微鏡と生物顕微鏡を併用してクリソタイルと見なせる繊維を計数してきたが、分散染色法を用いればより確度の高いアスベストの計数が行える。昨年10年ぶりに再開した環境省による一般大気中のアスベスト・モニタリングでは、この分散染色法もバックアップ計数法として行われている。

従来、分散対物レンズは10倍しかなく、かつフィルター処理方法も確立していなかったため位相差顕微鏡法と同等の気中アスベストの計数ができなかったが、最近、わが国の顕微鏡メーカーが40倍の分散対物レンズを開発したので、同じような計数が可能となったのである。現在は、この方法の観察できる繊維の最小径が位相差顕微鏡と同等か否かの検討、フィルターの灰化に時間を要する点をどう克服するかなどが課題となっている。

3.3 リアルタイム繊維状粒子測定方法(FAM法)

リアルタイム繊維状粒子測定法(FAM法)は、1970年代に米国 NIOSH で開発された繊維状浮遊

粒子をその他の浮遊粒子と区別して自動計数する方法である。主にアスベスト吹付けビルの解体工事現場においてビニールシートで隔離・養生した除去場所からのアスベストの漏洩をリアルタイムでモニターするのに使われた。わが国でも、1980年代に吹付けアスベスト除去工事現場で盛んに使われた。作業環境で位相差顕微鏡法と併行測定で使われることも多かった。

市販の装置として米国 MIE 社のファイバーエアロゾルモニター (FAM-1型)、その後継機の FAM-7400型がある。繊維粒子の測定原理は、次のようである。ダイアフラム排気ポンプによって環境空気を 2 l/min で吸引し、試料空気がダクト内を流れる。ダクトの途中に四重極電場が設けられており、試料空気中の繊維粒子がその電場を通過する際に、高電圧の直流電場によって繊維が垂直に伸張するように整えられ、次の400Hzの交流電圧による正弦波電場で繊維がワイパーのように左右に振動させられる。He-Ne レーザー光がダクトの中心部をダクトに平行に走っており、粒子が当たると散乱する。散乱光は光電子増倍管で検出する。ワイパーのように振動する繊維からの散乱光は、その振動により散乱強度がパルス状に変化し、球状粒子の場合は、粒子が振動しても散乱強度が変化しない。散乱強度変化をもたらし粒子を繊維と判断して、計数するのが原理である。実際の装置の感度調節は、繊維粒子を含む空気を発生させ、フィルターに捕集するとともに FAM で計数する。フィルター上の繊維を位相差顕微鏡で計数して、両者の計数値が一致するように FAM の検出器の閾値を設定する。

残念ながら米国では最近アスベスト問題は峠を

表2 アスベストの光学的性質と分散色

アスベスト	屈折率		複屈折	消光角	中央遮蔽分散色	
	繊維に垂直	繊維に平行			浸液	分散色
クリソタイル	1.493~1.560	1.517~1.562	0.002~0.014	0°	1.550	青-紫紅色
アモサイト	1.653~1.696	1.696~1.710	0.02~0.03	0°	1.680	桃色
クロシドライト	1.654~1.701	1.668~1.717	0.014~0.016	0°	1.680	橙-赤褐色
アンソフィライト	1.596~1.652	1.615~1.676	0.019~0.024	0°	1.605	金色-黄色
トレモライト/ アクチノライト	1.599~1.668	1.622~1.688	0.020~0.023	10~20°	1.605	黄色

* この両者は鉄分の量で連続的に変化する。アンソフィライトとトレモライトの識別は、位相差分散染色では難しいが、偏光分散染色ではできる。

越えたのか、アスベスト測定的需求が激減し、FAM購入の需要も少なくなり、工場では生産を中止している。日本では、今、アスベスト測定的需求がいろいろな環境で増している。この種の繊維を識別してリアルタイムで繊維数濃度をモニターできる装置は是非必要で、装置の再生産が望まれる。同時にこの種の装置の国産機の開発も望まれている。

3.4 電子顕微鏡による濃度測定方法

作業環境や一般環境の空气中に浮遊しているアスベストを捕集して光学顕微鏡とともに電子顕微鏡で観察できるように観察標本を作製する方法が確立されている⁴⁾。位相差顕微鏡では400倍の倍率を指定され、長さ5 μm 以上の石綿を計数することになっている。その条件では、繊維幅が約0.3~0.4 μm 以上のものが観察される。それ以下の細い繊維は観察不可能である。一方、電子顕微鏡を用いた場合は、これより細いアスベストも容易に観察できる。EDX（エネルギー分散型X線検出器）付の電子顕微鏡（走査電子顕微鏡と透過電子顕微鏡がある）では、一本一本のアスベストの化学組成を求められるので、種類が特定できる。

3.4.1 浮遊アスベストの捕集

空气中に浮遊しているアスベストを、エアサンプラーで空気を吸引してメンブランフィルターに捕集する。フィルターには、セルロースエステル・メンブランフィルター(CEF)あるいはポリカーボネート・メンブランフィルター(PCF)を用いる。それらのフィルターで捕集を行えば、光学顕微鏡用にも電子顕微鏡用にも観察標本は作製できる。フィルターに捕集されたアスベストは、フィルター上にはほぼ均一に分布しているので、その一部を顕微鏡で計数することによって、フィルター全体を通過した空気量当たりの繊維数濃度が求められる。

作業環境測定の他によく行われる空气中的アスベスト濃度測定は、建物内に吹き付けられたアスベスト除去作業、アスベスト製品製造工場敷地境界、一般大気など様々であるが、いずれも捕集時間は異なるがエアサンプラーを用いるところは同様である。

3.4.2 顕微鏡標本への変換処理方法

フィルター試料の顕微鏡標本への変換処理は、大気、水、生体組織のいずれの試料も同じに扱え

る。そのいずれかの試料を捕集した1枚のCEFを、いろいろな顕微鏡（生物顕微鏡：OM、位相差顕微鏡：PCM、分散染色偏光顕微鏡：DS/PLM、走査電子顕微鏡：SEM、透過電子顕微鏡：TEM）で同一視野あるいは隣接視野を複合的に観察・計数することが可能である⁴⁾。

(1)走査電子顕微鏡（SEM）用標本作製：OMで観察したスライドガラス試料をそのままSEMで観察・計数するもの。チャージアップ現象が激しい場合は、薄くカーボン蒸着を施すか低真空SEMで観察する方法をとる。EDX分析でアスベストの種類を特定したい場合は、スライドガラスの代わりにNiなどアスベストの組成と関係しない金属板の上に接着する。

(2)透過電子顕微鏡（TEM）用標本作製：低温灰化したスライドガラス試料からPVA溶液を用いたカーボン抽出法でTEM試料を作製する方法。スライドガラス上の試料周辺をセロテープで囲み、PVA溶液を滴下し広げる（8%PVA溶液を約0.3ml/cm²程度）。風乾後、PVA膜をはぎ取り、裏返しスライドガラスに固定し、その表面にカーボン蒸着を施す。カーボン膜面に3mm角の升目を軽く入れて、500mlのピーカーの熱湯にPVA膜ごと浮かべる。ピーカーをマントルヒーターに入れ熱湯の冷める時間を延す程度に温める。数時間放置後、PVA膜が完全に溶解したことを確かめて（3mm角の小片がメッシュの端で容易に切断できることで確認できる）、試料粒子を保持したカーボン膜小片をNi製TEMメッシュで掬い上げTEM試料とする。

電子顕微鏡法の課題は、何と言っても電子顕微鏡を使用する人および分析機関が少ない点である。より多くの人および分析機関に電子顕微鏡法を普及させることが目下の大きな課題である。

4. 建材等バルク試料中のアスベスト含有率の測定方法

吹付けなどの試料採取では、分析結果が出るまではアスベストが含有しているものと見なして、粉じんの飛散などに十分注意して慎重に試料採取する必要がある。試料は、複数の箇所から採取し、できるだけ現場を代表する試料とするように努める。採取した試料は、粉碎などにより分析に必要な

前処理を施した後、次のいずれかの方法により定性分析を行い、アスベスト含有の有無を判定する。

判定にあたっては、アスベストの定義を明確にしておく必要がある。石綿障害予防規則では、「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）、およびトレモライトがある」としているが、ILO（国際労働機関）の石綿使用における安全に関する条約（第162号、1986年、わが国は2004年7月に批准）では、「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）およ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（茶石綿またはカミングトン・グリュネール閃石）、アンソフィライト、クロシドライト（青石綿）、トレモライトまたはこれらの1もしくは2以上を含有する混合物をいう。」としている。

分析にあたっては、ILOの定義にある繊維状のけい酸塩鉱物として、アスペクト比（繊維の長さとの比）が3以上の繊維を対象としている。

4.1 X線回折分析法

被検試料粉末をX線回折分析装置で測定して回折強度を記録して、得られたX線回折パターンにアスベストの回折線と一致する回折線があるか否かを調べて、含有の有無を判定する。この方法は、アスペクト比などの形態観察ができないため、アスベストの回折ピークが認められてもすべてがアスベストとは断定できない。繊維状を呈しているかは、他の方法で調べる必要がある。

X線回折による定量分析には、内標準法、標準添加法、検量線法などがある。検量線法の一つに基底標準吸収補正法があり、石英粒子などの作業環境測定に用いられている。以下に基底標準吸収補正法を説明する。

基底標準吸収補正法

(1) 定量原理：基底標準吸収補正法は、試料によるX線吸収の影響を試料の後側においた標準物質（基底標準）の回折線強度の変化量によって補正して、定量物質の含有率の多少にかかわらず、純粋定量物質で作成

した検量線を適用する比較的微量試料に適した方法である。基底標準吸収補正法を用いた作業環境中の石英定量方法として、銀メンブランフィルターを用いた米国 NIOSH 法と、筆者が開発した金属板の上に粉じんを捕集したメンブランフィルターやニュークリポアフィルターあるいはテフロンフィルターなどを接着させる方法とがある⁵⁾（図-2）。

基底標準吸収補正法は、まず、試料を載せる前の銀メンブランフィルターあるいは亜鉛板の銀あるいは亜鉛の回折線強度（ I_{Zn}° ）を測定する。次に試料を載せた銀メンブランフィルターあるいは亜鉛板について、同様に定量物質Sと銀Agまたは亜鉛Znの2つの回折線強度（ I_S と I_{Zn} ）を測定する。試料層をX線が通過する間に吸収が生じ、銀または亜鉛の回折線強度は、試料を載せていない時に比べて減少する（ $I_{Zn} < I_{Zn}^{\circ}$ ）。この減少率 $T = (I_{Zn} / I_{Zn}^{\circ})$ から次式にしたがって補正係数Fを求める。

$$F = \frac{R \ln T}{T^R - 1} \quad (1)$$

ここで、 $\ln$ は自然対数、R は銀または亜鉛と定量物質Sの回折角 θ の正弦比（ $\sin \theta_{Zn} / \sin \theta_S$ ）である。使用X線の波長が一定であれば、Rは定数となるので、Fは結局Tのみの関数となる。

次に、補正回折線強度 I_C を、

$$I_C = I_S \cdot F \quad (2)$$

から求める。この値を100%の定量物質Sで作成した回折線強度（ I_C ）と定量物質の質量（W）と

$$I_C = I_S \times F \quad \leftarrow \text{吸収補正を施した試料からの回折X線強度}$$

$$F = \frac{R \ln T}{T^R - 1} \quad \text{ここで、} R = \frac{\sin \theta_{Zn}}{\sin \theta_S} \quad , \quad T = \frac{I_{Zn}}{I_{Zn}^{\circ}}$$

図-2 基底標準吸収補正法の原理

の関係を示す検量線から、 W を求める。したがって、試料中の物質の平均質量吸収係数を計算することなく吸収補正が施され、定量物質の質量が求められることになる。

このような吸収補正により、定量範囲は広くなりマトリックスの吸収の影響は少なくなる。

(2)標準アスベスト試料：(社)日本作業環境測定協会が販売しているアスベスト標準試料、あるいはそれと同等の微粉末試料

(3)装置および器具：X線粉末回折装置：銅管球で管出力1500W以上が得られるものが望ましい。なお、回転対陰極型強力X線回折装置やモノクロメーター、ステップスキャン、回折強度の演算処理ができるものであれば、さらに精密な定量ができる。

(4)ろ過捕集装置：吸引ポンプ、フィルターホルダー（直径25mm用）、流量計。

(5)捕集フィルター：1)メンブランフィルター、2)ガラスフィルター

(6)金属基底標準板：材質は亜鉛(Zn)が望ましい。アルミニウム(Al)でもよい。幅3cm×長さ6cm×厚さ0.3mm程度のもので、少しでも湾曲していると誤差の原因になるので、完全に平らであることを確認する。金属板としては、定量物質（例えばクリソタイル $12.2^\circ(2\theta)$ など）の回折線より高角度側でそれに近い回折線をもつ材質を選ぶことが大切である。

(7)検量線の作成：

①検量線用標準フィルター試料の作成

定量するアスベスト粉末を蒸留水に一定量分散させ、既知濃度の懸濁液を作る。その適当量をフィルター上に吸引ろ過捕集する。おおむね0.2mgから40mg位までの間で質量が10段階程度になるように定量アスベストを捕集する。

アスベストを捕集したフィルターは、秤量後、金属基底標準板に接着する。使用する金属基底標準板の主回折線強度(I_{Zn}^1)は、フィルターを接着する前にあらかじめ測定しておく。接着方法は照射X線が当たらない上下をセロテープでフィルターの上から止めてフィルターと金属基底標準板がじかに接着するようにし、両面テープなどの使用はさける。セロテープで接着する際、フィルターが金属基底標準板に密着するように注意し、湾曲

して金属基底標準板との間に空隙ができないようにする。最近、フィルター専用の金属基底標準試料台がメーカーから市販されている。

②回折線の強度測定

段階的に定量アスベストの質量を変えて作った標準フィルター試料を接着した金属基底標準板について、まず主回折線(2θ)の強度(I_{Zn})を測定する。これとは別に使用している捕集用フィルター自身のX線吸収率(R_a)を測定しておく。X線吸収率 R_a は、金属基底標準板に粉じんを捕集してないフィルターを接着し、その前後の金属基底標準板の回折線の強度比として求めておく。 R_a は、亜鉛基底標準板の主回折線角度($2\theta:43.2^\circ$)で測定した場合、メンブランフィルター0.8、ニュークリポアフィルター0.95、テフロンバインダーグラスファイバーフィルター0.47程度である。

フィルター試料を接着する前の金属基底標準板のみの時の主回折線の強度を I_{Zn}^1 とすると、フィルターのみ（定量アスベストの粉末を捕集していない）を接着させた時の主回折線の強度(I_{Zn}^0)は、

$$I_{Zn}^0 = I_{Zn}^1 \times R_a \quad (3)$$

により計算で求める。

標準フィルター試料を接着した金属板のそれぞれについて I_{Zn} を測定した後、金属板に接着してフィルター試料面をゴニオメータの回転中心に正確に合致させるために、試料板の下方にフィルターと同程度の厚さのテープ（両面テープまたはビニルテープなど）を貼り、定量アスベストの第1回折線あるいは第2回折線の回折強度を測定する(I_s)。回折強度の測定に、回転試料台を使用すると精度、再現性ともに良い結果が得られる。

③検量線の作成

以下の手順に従って吸収補正後のアスベストの回折強度(I_c)を求めて、回折強度対アスベスト質量の検量線を作る。まず、補正係数(F)を(1)式から求める。ただし、 $R = \sin \theta_{Zn} / \sin \theta_s$ 、ここで、 θ_{Zn} は亜鉛基底標準、 θ_s はアスベストの定量に用いた回折線の回折角(2θ)の半分の値である。 T は試料によるX線吸収率の実測値で、基底標準物質である基底標準板のフィルター試料接着前と後の回折線強度比($T = I_{Zn} / I_{Zn}^0$)である。

この計算から求めた補正係数 F に定量アスベストの回折強度 I_s を乗じて吸収補正後の定量アスベストの回折強度 I_c を式 (4) により求める。

$$I_c = F \cdot I_s \quad (4)$$

X線回折法により建材中の石綿含有率を測定する場合の問題点は、吹付け石綿あるいはロックウールのように希酸で前処理してアスベストを濃縮できる試料は、かなり正確に定量できるが、そうした濃縮ができない建材などについては定量下限値がかなり高くなり、1%以上か以下かの判定ができない場合が圧倒的に多いことが分かってきた。建材にはアスベスト以外に多種多様な物質が混合されている場合が多く、一様にはいかない。建材中のアスベスト含有率測定の精度を上げることが今後の大きな課題である。

4.2 位相差顕微鏡による分散染色分析法

試料をアスベストの屈折率に対応する浸液に浸して当該繊維状物質の分散色を観察する。アスベストと屈折率が一致した場合の、最も鋭敏な分散色を示す繊維状物質があるか否かにより判定する。定量的判断の際はスライドガラス上に試料粉末をいかに均等に分散させるかが重要である。

建材などに使用されたアスベストではクリソタイルは1.550の浸液中で赤紫色から青色の分散色を示し、アモサイトは1.680の浸液中で桃色、1.700の浸液中で青色を示し、クロシドライトは1.680の浸液中で橙色、1.700の浸液中で青色を示す。この方法はもっとも短時間で判定が可能である。

4.3 電子顕微鏡（透過型、走査型）法

繊維状物質の形態観察、電子回折パターン、EDX スペクトルにより判定する。最も確実なアスベストの確認方法である。しかし、繊維数%を求めるのは可能だが、重量%は難しい。検出の高感度性を利用して、不純物の検出などに効果を発揮する。

なお、吹付け材に関しては、厚生労働省から、1996年3月29日付け基発第188号通達で「建築物の耐火等吹付け材の石綿の判定方法について」が示されており、位相差顕微鏡を使用した分散染色法による判定方法が採用されている。また同省から、2005年6月22日付け基安化発第0622001号通

達で「建材中の石綿含有率の分析方法について」が示され、石綿障害予防規則第3条第2項に規定する石綿使用の有無の分析調査方法として、位相差顕微鏡を使用した分散染色法とX線回折分析法による判定方法が採用されている。この通達にもとづく分析が可能な機関名を(社)日本作業環境測定協会のホームページ (<http://www.jawe.or.jp>) で公表している。また、本年2006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」が発行された。

5. おわりに

アスベストの測定方法は、アスベスト製品の製造・譲渡等の原則禁止によって作業環境測定はあまり行われなくなっていく。しかし、一般環境や室内の浮遊アスベストを計測する必要性が増している。また、石綿障害予防規則の発行により材料中のアスベスト含有率の測定の需要が大きくなっている。今後も、アスベスト測定法は、作業や一般住民のアスベストばく露防止のために重要性が増していくと予想される。測定精度のアップ、高感度化、あるいは測定の自動化など課題は多々ある。測定に携わる方々の技術のアップとともに、新たな開発にも鋭意努力をしてほしいものである。また、こうした測定方法の普及が最重要課題となっている。

文 献

- 1) (社)日本作業環境測定協会：繊維状物質測定マニュアル、作業環境測定シリーズ No.3、日本作業環境測定協会、東京 (2004)
- 2) 木村菊二 編：環境測定技術ノート、労働科学叢書85、労働科学研究所出版部、川崎 (1989)
- 3) 神山宣彦：第1部第1章 石綿の種類と物性、p.7-19、第2章 用途と日本での使用、p.21-42、第4章第2節 石綿ばく露の医学的所見 石綿小体、p.79-101、森永謙二編：職業性石綿ばく露と石綿関連疾患－基礎知識と労災補償－、東京、三信図書 (2005)
- 4) Kohyama N., Kurimori S.: A total sample preparation method for the measurement of airborne asbestos and other fibers by optical and electron microscopy, *Industrial Health*, **34**, 185-203 (1996)
- 5) Kohyama N.: A new X-ray diffraction method for the quantitative analysis of free silica in the airborne dust in working environment, *Industrial Health*, **23**, 221-234 (1985)