

スト濃度を時間加重（採気量加重）平均して得られた値をアスベスト濃度の値とする。

h. 計数にあたっての注意

(a) 計数の対象となる粒子

計数の対象となる粒子は長さ $5\ \mu\text{m}$ 以上で、かつ長さと幅の比が $3:1$ 以上の繊維状物質である。計数に際し、長さの物さしとしてアイピースグレイティクルの中の円を利用し、円の直径と線の長さを肉眼的に比較する場合には、錯視の関係で誤差を生ずることがあるので、この点を注意しながら計数する必要がある。

また、アスベストのうち幅が $3\ \mu\text{m}$ 未満のものが主に人の健康に影響があるとされており、幅が $3\ \mu\text{m}$ 以上の繊維状物質が測定値に影響を与えると考えられる場合には、計数にあたっては、幅 $3\ \mu\text{m}$ 以上の繊維状物質を除外することが適当である。なお、従来 of 測定実績によれば大気中には幅が $3\ \mu\text{m}$ 以上の繊維状物質はほとんど存在していないので、実際上の影響は少ないものと考えられる。

(b) ピントの微調整

顕微鏡で粒子を観測する場合、視野の周辺に粒子にピントを合わせると中央の粒子はピンぼけとなり、逆に中央の粒子にピントを合わせると視野周辺にある粒子はピンぼけになってしまうのが普通である。このため、常に微動装置を調節して、計数する部位にピントを合わせながら計数することが重要である。なお、位相差顕微鏡を用いても極めて見えにくい粒子もある。このような粒子は微動装置を動かすことによって、見えたり見えなくなったりする。粒子が見えたり見えなくなったりすると注意が喚起され、比較の見落としが少なくなる。

(c) フィルターブランク値

測定誤差の原因となるようなフィルターブランク値が認められる場合もあるので、適宜、サンプリングに使用したものと同一ロットのフィルターについて、採じんしたフィルターと同様の手順で標本を作製し、採じんしたフィルターと同数の計数視野について計数を行い、フィルターブランク値を求め、補正を行うことが望ましい。

i. 測定値の有効数字等

測定値の有効数字は原則として2桁とし、3桁目以下は切り捨てること。

(参考)

・電子顕微鏡

光学顕微鏡法による計測でアスベスト繊維であるか否か判別しがたい等の疑問が生じた場合は、残してあるフィルターの一片を用い、電子顕微鏡による確認を行うことが望ましい。

以下に、透過型電子顕微鏡 (TEM) を用いる測定法を紹介する。

1. 原理

捕集用ろ紙 (メンブランフィルター) 上に捕集したアスベスト繊維の数を透過型電子顕微鏡で計数し、アスベスト濃度を測定するものである。

TEMによる計数を行う場合は、捕集済みのフィルターを正確に2等分し、その一方のフィルター全量进行处理し、TEM試料とする。TEM試料の1部分を計数して、捕集空気単位体積あたりの繊維数を算出する。したがって2等分の際の両片の面積の違いは、そのまま計数値の誤差となるので、2等分はできるだけ正確に行うようにする必要がある。

2. 使用器具・薬品類

- (1) 低温灰化装置
- (2) 真空蒸着装置
- (3) 吸引ろ過器 (図12)
- (4) 超音波細胞破壊器又は超音波洗浄器
- (5) スライドガラス、コニカルビーカー、シャーレ
- (6) ピンセット、片刃カミソリ、メス、両面接着テープ、ろ紙
- (7) ニュークリホ®フィルター (pore size 0.2 μ m または0.45 μ m, 25mm ϕ)
- (8) Ni製TEMメッシュ (MAXTA-FORM® HI 型: 図13)
- (9) イソプロピルアルコール *
- (10) クロロホルム *

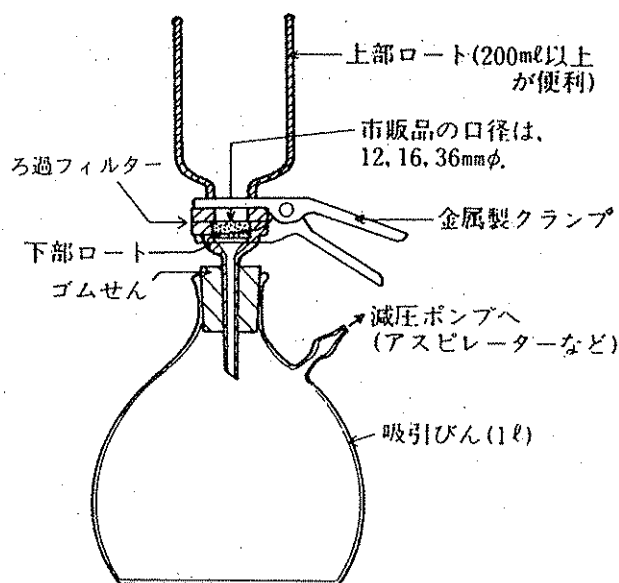


図12 吸引ろ過器

ニュークリポアフィルターをセットする際、ろ過面の均一性を高めるために、新しいメンブランフィルターを下敷にしてろ過するとよい。

(1) アセトン *

(2) 透過型電子顕微鏡 (EDX付きの分析電顕が望ましい)

*：使用する蒸留水及び薬品は全て0.45 μ m ミリポアフィルターであらかじめろ過して不純物粒子を除去してから使用すること。

3. サンプル、試料処理方法

(1) サンプル

本文2.(3)の方法によって捕集したサンプルを用いる。

(2) 試料処理方法

メンブランフィルターから電子顕微鏡観察試料 (TEM試料) を調製する方法 (図14) は、いままでいくつかの方法が開発されているが、本法は、いわゆる「ニュークリポアフィルター法」と呼ばれる方法の改良法である。

大気中の浮遊粉じんを捕集したメンブランフィルターの1/2を、アセトン数滴を滴下したスライドガラス上に、粉じんがをスライドガラス側になるように接着する。この時、気泡が入らないように一方向から徐々にフィ

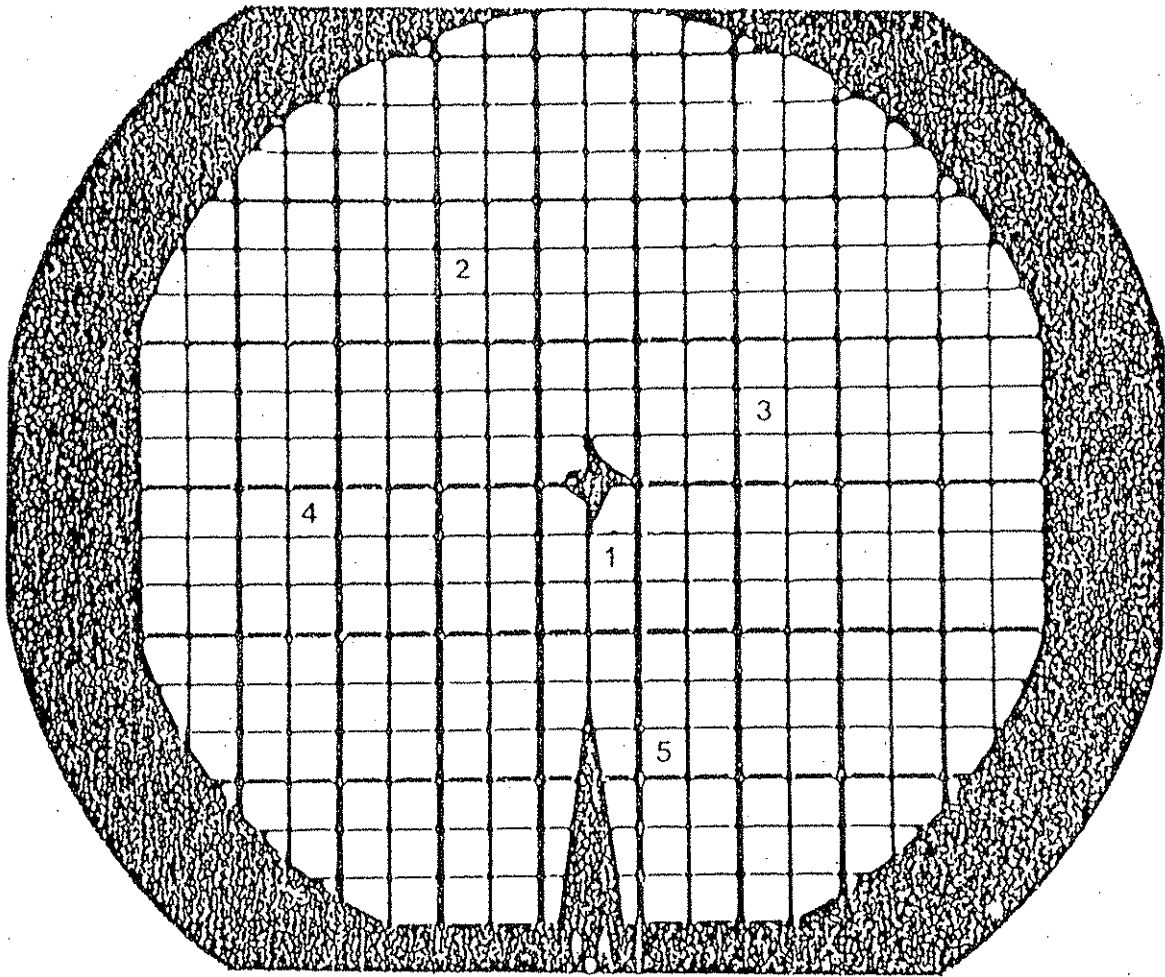


図13 Ni製TEMメッシュ

網目サイズ $100\mu\text{m}\times 100\mu\text{m}$ 、本法では任意に選んだ3~5個の網目を計数する。

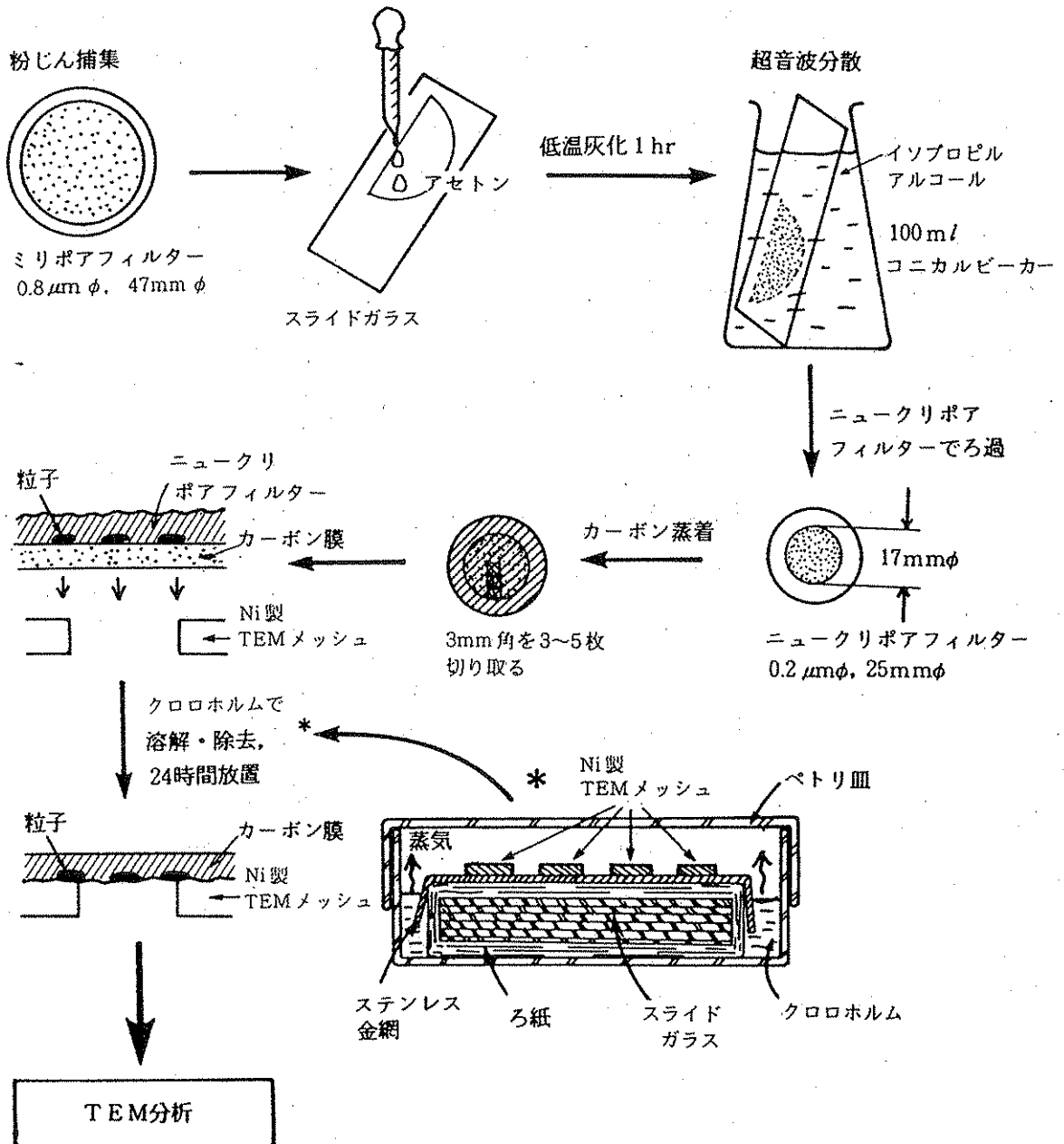


図14 電子顕微鏡観察試料の調製方法

ルターを接着するとよい。なお、この接着作業は、市販のアセトン蒸気発生装置を用いると簡単にできる。風乾（シャーレ中で）後、プラズマリアクターに低温灰化処理を施し、完全にフィルター及び試料中の昇華成分を除去する。灰化後のスライドガラスは残渣ごと約50~80mℓのイソプロピルアルコールを入れたコニカルビーカー（100mℓ）に浸し、そのコニカルビーカーをさらに超音波洗浄器に入れ数分間超音波分散させる。こうして、イソプロピルアルコール溶液に残渣粉じんをよく分散させた後、片刃カミソリの刃でスライドガラス上の残渣粉じんを溶液中に削り落としながらコニカルビーカーからスライドガラスを引き上げる。

粉じん分散溶液をミニ吸引ろ過器（有効直径17mm）で、ニュークリポアフィルター（直径25mm、0.2 μm 孔）上に吸引ろ過する。この時、ニュークリポアフィルターの下にさらに新しいメンブランフィルターを敷くと粉じんが均一にろ過できる。

中央に直径20mm程度の孔を開けたろ紙に、両面接着テープを使って、ニュークリポアフィルターの縁を固定し、真空蒸着装置中でカーボン蒸着を補強のため厚目に施す。カーボン蒸着を施したニュークリポアフィルターをメスで約3mm角に、3~5枚切りとる。クロロホルムを満たしたフタ付きシャーレ中に、数枚のスライドガラスを2~3枚のろ紙で束ねたものを置き、その上にステンレスの金網で作った台を置き、さらにその上にNi製TEMメッシュを並べ、クロロホルムを台の面より少し下まで注ぐ。そして各Ni製TEMメッシュの上にカーボン蒸着を施したニュークリポアフィルター片を載せ、フタをして一昼夜以上放置する（図15）と、ニュークリポアフィルターが溶解除去され、蒸着したカーボン膜だけが残る。粉じんはカーボン膜に保持され、TEM観察用試料とすることができる。

4. アスベストの定量方法

大気中のアスベストの定量は、観察視野面積（もしくは採気量）あたりのアスベスト繊維数を計数し、一定空気体積あたりの繊維数濃度として表現する。アスベストの計数は、Ni製TEMメッシュの網目の中からランダムに3~5カ所を選んで×20000~×30000の倍率でその網目をくまなく探索し、

アスベスト繊維を下記5. の要領により同定を行い計数する。代表的なNi製TEMメッシュとしては英国製 (MAXTA-FORM®) の200メッシュで、網目は $100\mu\text{m} \times 100\mu\text{m}$ の正方形である。計数した繊維数は、次の式で計算する。

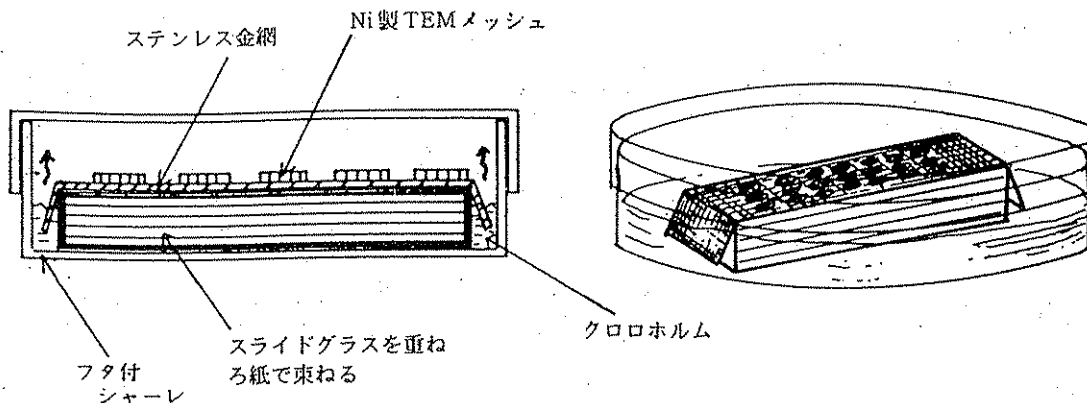


図15 ニュークリポアフィルターの溶解除去

数枚のスライドガラスを2～3枚のろ紙で束ねて、その上に幅3cm、長さ12cm位のステンレス製の金網を置き、クロロホルムを網面より少し下まで注ぐ。その上にNi製TEMメッシュを並べる。

$$F(f/\ell) = \frac{\text{フィルターの有効ろ過面の面積}}{\text{網目の面積}} \times \frac{\text{計数繊維数}(f)}{\text{観察網目数}(n)} \times \frac{1}{\text{採気量}(\ell)}$$

$$= \frac{f}{n} \times 2.2 \times 10^4 \times \frac{1}{V}$$

なお、上式のフィルターの有効ろ過面の面積は、吸引ろ過器の有効ろ過面積(2.2cm²)から決まるニュークリポアフィルターの有効面積である。なお、本測定法による捕集条件及び計数条件別の繊維数濃度と標準誤差の関係は図16のように示される。

5. アスベストの同定

(1) アスベスト繊維の形態

繊維状の形態がアスベストの一つの特徴であるが、電子顕微鏡下で微細に観察すると、へき開(cleavage)の発達の方法によって少しずつ繊維状態に差異のあることに気が付く。しかし、通常の観察では、蛇紋石族のクリ

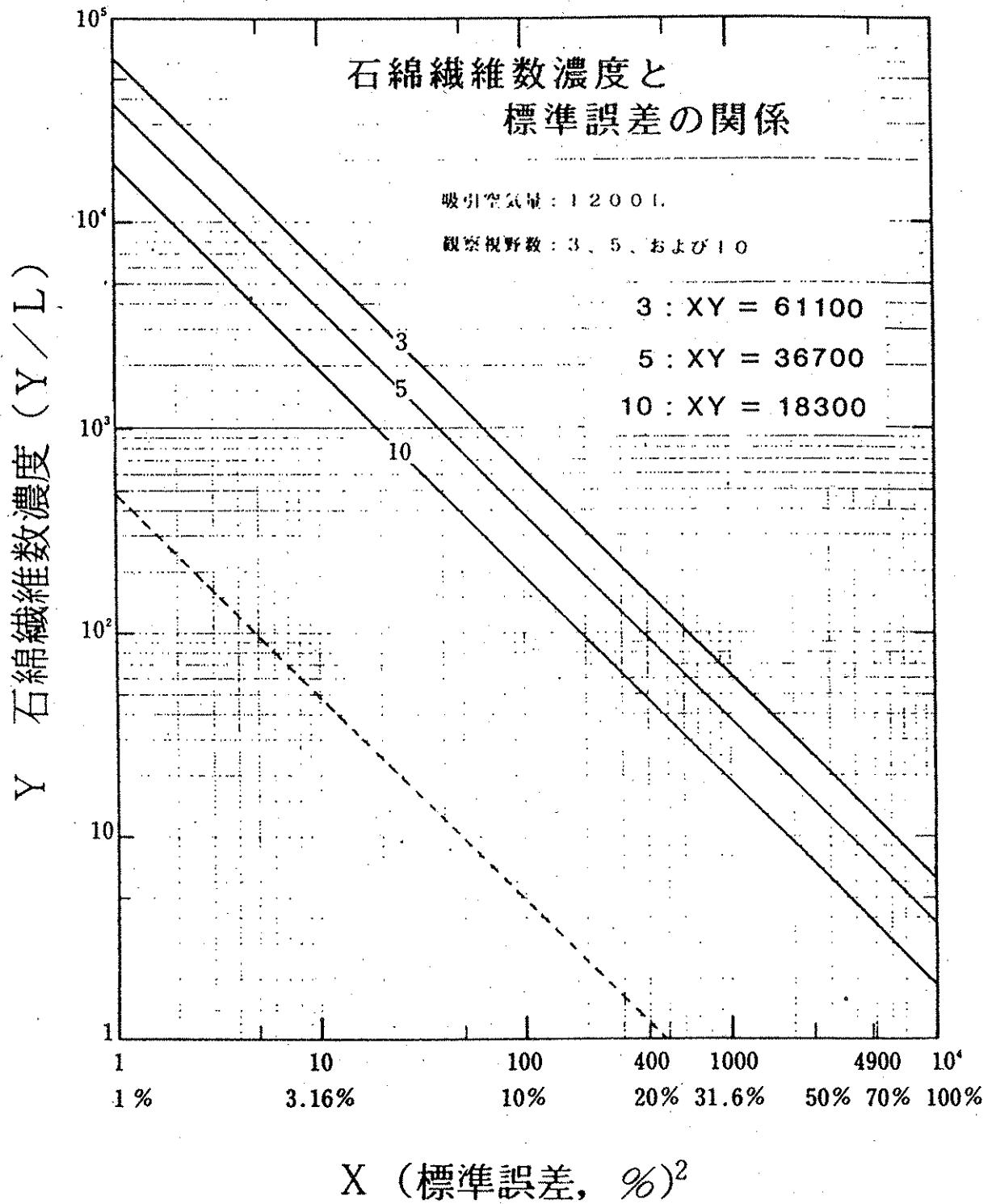


図16 計数における繊維数濃度と標準誤差の関係

クリソタイル

アモサイト

クロソドライト

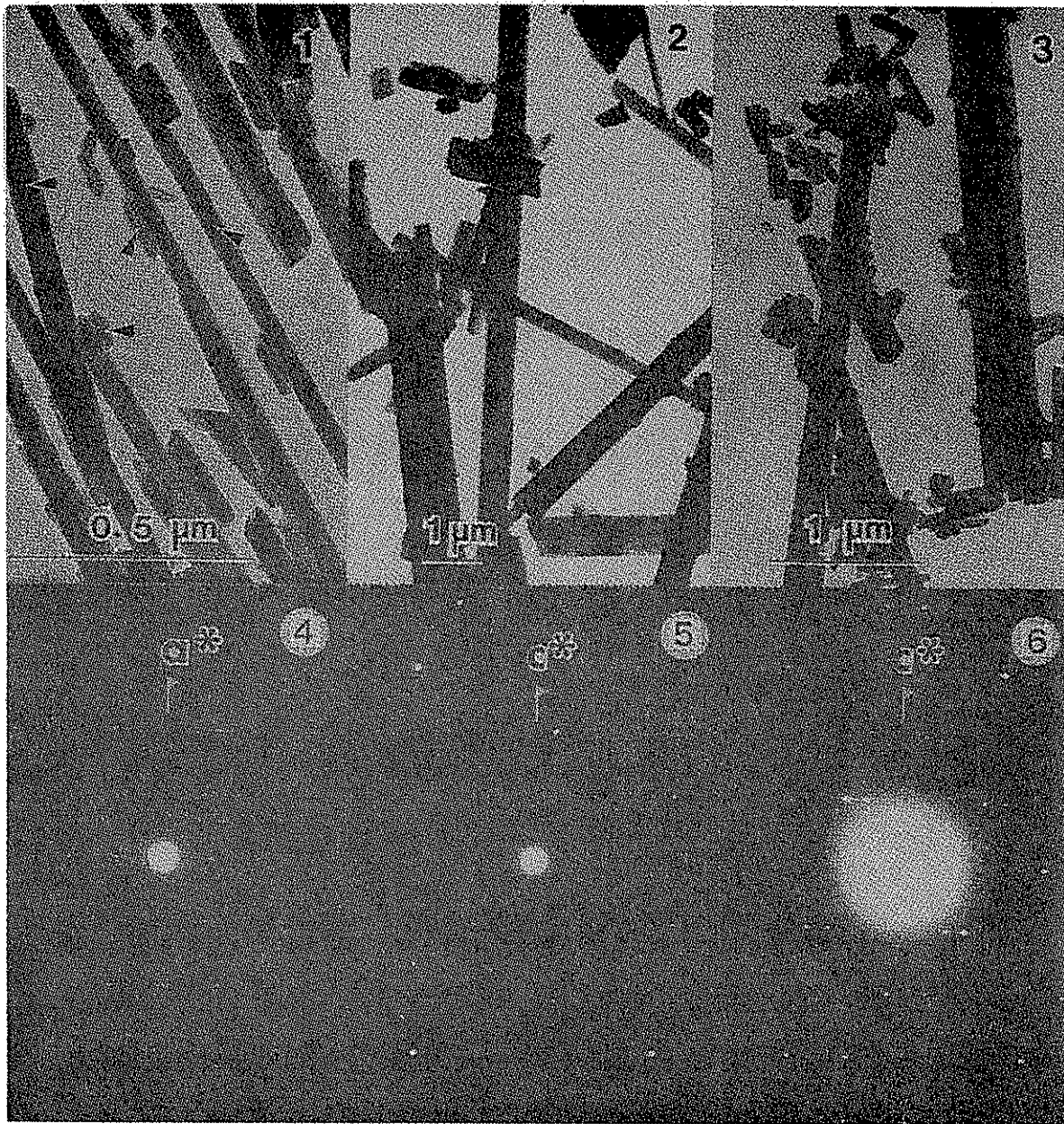


図17 アスベストの形態と電子回折パターン

ソタイルと角閃石族のアスベストの区別ができるだけで、角閃石族内のアモサイトやクロソドライトの区別は形態からは不可能である。図17(1~3)で分かるように、クリソタイルは、矢印で示すような中空管状である点が、角閃石族と識別するポイントになる。ただし、クリソタイルに似た中空管状の形態の繊維状鉱物にハロイサイトがある(図18)。これは、アスベストではないが、天然に広く存在している粘土鉱物の一種で、クリソタイルと誤認する可能性がある。ハロイサイトには、4万倍程度の高倍率の観察で、中空部の他に管状方向に沿った空隙が認められるが、クリソタイルには認められないことから、クリソタイルとハロイサイトの区別を行うことができる。クリソタイルがMgとSiを成分としているのに対し、ハロイサイトは、AlとSiを成分としているので、Mg、Alを検出することによって両者をより確実に区別することができる。

(2) 電子線回折

クリソタイル、アモサイト及びクロソドライトの電子線回折(ED)パターンを、図17(4~6)に、また表2には、アスベストの鉱物学的データを示してある。角閃石族のアスベストは、アンフィソライトを除いていずれも単斜晶系に属し、互いに良く似た格子定数を持っているので、EDパターンによる相互の区別は難しい。通常アスベスト繊維は支持膜に平行に並ぶので、EDパターンには繊維軸方向の周期が必ず出現する。クリソタイルの繊維軸(X)の周期は5.3Åで、角閃石族アスベストの繊維軸(Z)の周期と一致する。図17(4~6)の上下軸方向の周期が、各繊維軸方向の周期(5.3Å)を示し、互いに一致している。しかし、クリソタイルのEDパターンは、繊維軸の周期が角閃石と一致するが、その他のb、c軸方向の周期が異なるので、角閃石族アスベストとは容易に識別することができる。なお、参考のためにアスベスト類似の繊維状鉱物の形態写真とそのEDパターンを図19(1~12)及び図20(1~8)に示してある。

(3) EDXスペクトル

電子線を細く絞って繊維に照射して得られるEDX(エネルギー分散X線)スペクトルは、アスベストの種類ごとに特徴のあるスペクトルパター

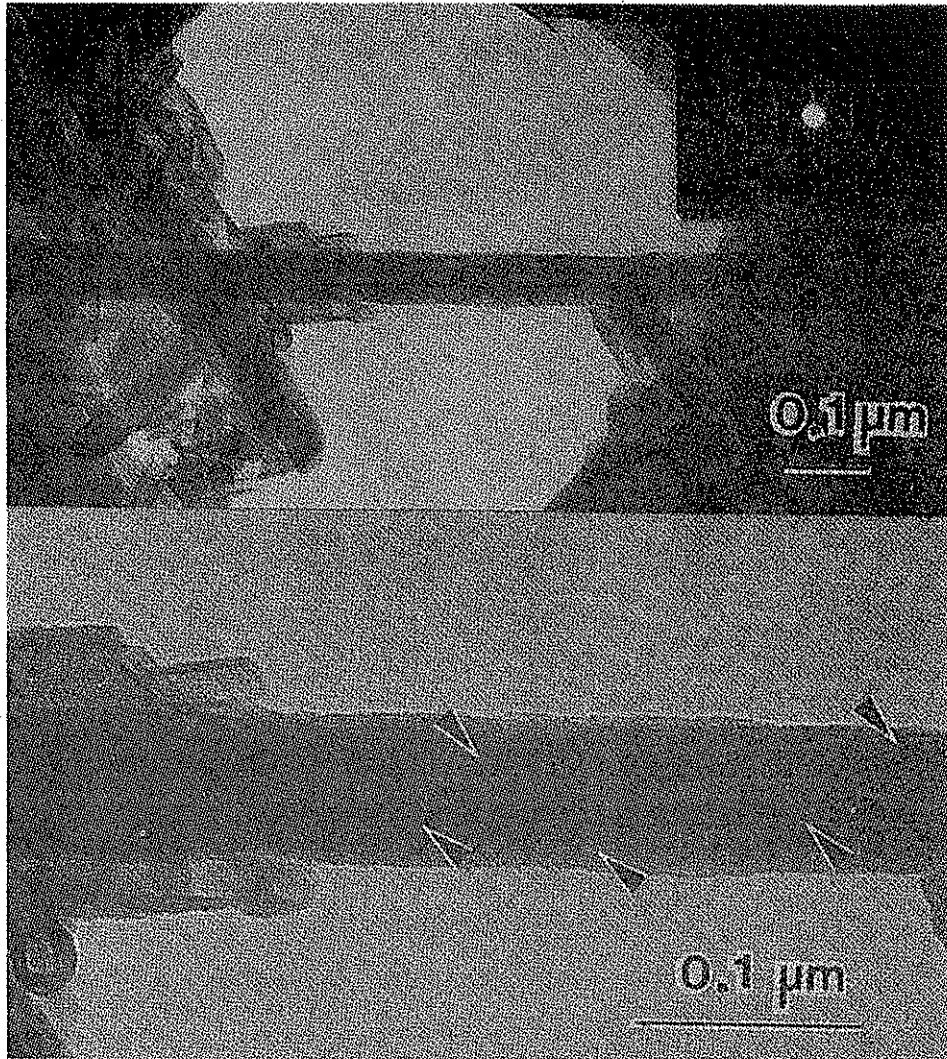


図18 パロイサイトの形態

矢印は繊維の中に見られる空隙である。