

分析電子顕微鏡によるアスベスト等の同定

渡 辺 武 春 朝 来 野 国 彦 神 山 宣 彦
(非常勤研究員)

1 はじめに

環境大気中のアスベスト濃度測定には、作業環境中のアスベスト濃度測定法に準じた光学顕微鏡（位相差又は干渉位相差顕微鏡）による方法が広く用いられている。一方、主として微細なアスベスト繊維を対象とした電子顕微鏡による方法も近年報告されている。当研究所の分析電子顕微鏡は分解能が2Åであり、電子回折もできるが、これらの機能にエネルギー分散型X線分光器（EDX）を付設して元素分析もできる装置とした。

本報告は、大気保全部がアスベスト防止対策の一環として実施した、建物解体作業場周辺の環境調査試料の精度管理のために、分析電子顕微鏡による測定結果をまとめたものである。

2 調査方法

解体建物周辺調査は、解体前に調査対象の建物で使用されていた吹付材について、X線回折法による同定を行い、次いで解体中にメンブランフィルター上に試料を採取した。採取済のフィルターは1/2に切断し、光学顕微鏡法によりアスベスト濃度測定に供し、残り半分を分析電子顕微鏡法によるアスベストの同定用試料とした。

光学顕微鏡では、ロックウールやガラスウールなどの人造鉱物繊維との判別が難しい場合もあり、精度管理の面から分析電子顕微鏡による同定の必要があった。

(1) 試料採取

メンブランフィルター（アセチルアセテート・メンブランフィルター、直径47mm、孔径0.8μm）をオープンフェース型フィルターホルダー（有効ろ過径35mm）に装着し、採じん面を発生源方向に向けて、高さ1.5mに固定した。吸引時間は、フィルターの汚れ具合をみて最長4時間、吸引速度は10ℓ/minとした。

分析電子顕微鏡用の試料は、建物解体の5現場のうち

光学顕微鏡法ではアスベスト濃度の高かった5検体を対象とした。

(2) 標本の作成方法及びアスベスト濃度測定

ア 光学顕微鏡用標本と濃度測定

環境庁の「アスベストモニタリングマニュアル」に依り作成し、計数した。なお、透明化の方法をアセトントリアセチレンを使う方法に変更した。

イ 分析電子顕微鏡用標本

次に示す神山の方法によった。

①採取済のメンブラン・フィルターの1/2をスライドグラス上にアセトン蒸気を用いて固定する。②低温灰化を行いスライドグラス上の残渣をイソプロピルアルコール中に超音波を用いて分散させる。③ニュークリポアフィルター（孔径0.2μm、有効ろ過径16mm）上に④の溶液を吸引ろ過する。⑤ろ過済のろ紙を台紙に固定し、カーボンを厚目に蒸着する。⑥ふた付シャーレにクロロホルムを入れ、その中に金網で作った台を置く。台には、スライドグラス5枚程度をろ紙で包んだものを用いた。更にその金網の上にNi製のメッシュ（MAXTAFORM、200メッシュ、網目は100μm×100μm）を載せる。これに厚目に蒸着した試料を、約3mm角に3～5枚をメスで切取ってメッシュの上に乗せて一昼夜、クロロホルム蒸気内に放置する。⑦ニュークリポアフィルターが溶解除去され、カーボン膜に保持された電子顕微鏡用の試料ができ上がる。

ウ 分析電子顕微鏡による同定

試料中の繊維状物質の同定には、日本電子精製のJEM-1200EX型電子顕微鏡（走査像観察装置付）に、Tracor Northern社製のエネルギー分散型X線分析装置（TN-5400）を付加した分析電子顕微鏡を用いて加速電圧80kVで分析した。繊維状物質の同定は ①形態観察 ②電子線解析 ③EDXによる元素の同定の3要

表1 石綿の化学分析値²⁾

| | Chrysotile | Anthophyllite | Amosite | Tremolite | Actinolite | Crocidolite |
|--------------------------------|-------------|---------------|-----------|-----------|------------|-------------|
| SiO ₂ | 37 - 44 % | 56 - 58 % | 49 - 53 % | 55 - 60 % | 51 - 56 % | 49 - 53 % |
| MgO | 39 - 44 | 28 - 34 | 1 - 7 | 21 - 26 | 15 - 20 | 0 - 3 |
| FeO | 0.0 - 6.0 | 3 - 12 | 34 - 44 | 0 - 4 | 5 - 15 | 13 - 20 |
| Fe ₂ O ₃ | 0.1 - 5.0 | - | - | 0 - 0.5 | 0 - 3 | 17 - 20 |
| Al ₂ O ₃ | 0.2 - 1.5 | 0.5 - 1.5 | - | 0 - 2.5 | 1.5 - 3 | 0 - 0.2 |
| CaO | tr. - 5.0 | - | - | 11 - 13 | 10 - 12 | 0.3 - 2.7 |
| K ₂ O | - | - | 0 - 0.4 | 0 - 0.6 | 0 - 0.5 | 0 - 0.4 |
| Na ₂ O | - | - | tr. | 0 - 1.5 | 0.5 - 1.5 | 4.0 - 8.5 |
| H ₂ O | 12.0 - 15.0 | 1.0 - 6.0 | 2.5 - 4.5 | 0.5 - 2.5 | 1.5 - 2.5 | 2.5 - 4.5 |

素を用いた。

例えば蛇紋岩系のクリソタイトの場合には①と②の要素により、また、角閃石系のクロソドライトやアモサイトの場合には、人工繊維との区別に②の要素の確認により、①、③の要素と併せて、化学組成²⁾(表1)から同定した。

ロックウールの場合には、②の要素により非晶質であることを確かめ、更に①、③の要素から同定した。硫酸カルシウムの場合には①、③の要素で同定できたが、念のために②の要素でも確認した。

なお、硫酸カルシウムはアスベストとは形態が若干異なるので光学顕微鏡でも分別できた。

3 結 果

建物解体工事業場周辺で採取した試料の中、光学顕微鏡法でアスベスト濃度の高かった5検体について繊維状物質を分析電子顕微鏡法により同定した。

繊維状物質については、5,000倍及び20,000倍の倍率で①形態観察を行い、形態確認の後に、②電子線回折 ③EDXスペクトルの順で、1検体ごとに100μm×100μmのメッシュを粒子状物質が均等に分布していることを確認した後に、4メッシュ任意に選び5μm以上並びに5μm未満の繊維、計10繊維について同定した。5検体の概要は次のとおり。

A 産 業

繊維状物質は5μm以下の微細粒子も観察された。EDXスペクトル及び電子線回折からロックウールであった。

B ビ ル

形態観察では長さ20μm以上で太さ約0.5μmのもの、長さ20μm以上で太さ約3μm及び長さ1μm以下で太

さが約0.1μmの3種類の針状繊維が混在した塊状集合体を形成しているために計数できなかった。これらの繊維状物質について電子線回折を行ったところ、太さ3μmの繊維は非晶質であること、それ以外の細い繊維は結晶質であった。次いでEDXスペクトルでは、ロックウール、それ以外の細い繊維は、クロソドライトのピークと一致した。

C ボーリング場

形態観察では、長さ20μm以上で太さが約3μmの繊維と、長さ3μm、太さ0.1μm前後の塊状集合体を数個観察した。また、分析電子顕微鏡では、高い倍率で観察するためにアスベストとは若干形態の異なる繊維状物質も観察したが、これらの繊維状物質は全て非晶質であり、EDXスペクトルからはロックウールの元素組成を示した。なおアスベストとは若干形態を異にする繊維状物質は硫酸カルシウムであった。なお、硫酸カルシウムは光学顕微鏡でも計数しなかった。

D 自動車販売

形態観察から、アスベスト又はロックウールとは若干形態の異なる繊維状物質も観察した。電子線回折では、全て非晶質であり、EDXスペクトルからグラスウールと硫酸カルシウムから構成されていた。

E 工 業

形態観察では長さ1~5μm、太さ0.1~1μmの硫酸カルシウムとロックウールが塊状集合体を構成していた。また電子線回折像では観察した全ての繊維が非晶質でありEDXスペクトルは、硫酸カルシウムとロックウールの元素組成と一致していた。

これらの結果を表2にまとめた。また、各建物解体作業所周辺における代表的な形態観察の写真とEDXスペクトルを写真1~4にまとめた。

表2 測定対象別 繊維状物質の種類

| 測定対象 | アスベスト濃度 (f/l) | 分析電子顕微鏡 による測定 |
|----------|------------------|---------------------|
| A 産 業 | 7.2 | ロックウール |
| B ビ ル | 48.0 | クロンドライト及 びロックウール |
| C ボーリング場 | 8.1 | ロックウール及び 硫酸カルシウム |
| D 自動車販売 | 2.4 | グラスウール及び 硫酸カルシウム |
| E 工 業 | 25.9 | ロックウール及び 硫酸カルシウム |

注) アスベスト濃度は光学顕微鏡法による値である。

4 まとめ

建物解体作業場周辺で採取した浮遊粉じん中の繊維状物質を光学顕微鏡で観察した場合には、アスベストと判別困難なアスベスト類似繊維についても分析電子顕微鏡の場合には光学顕微鏡よりも高倍率の形態観察、電子線

回折及び、EDXスペクトルにより繊維の同定ができた。

光学顕微鏡法はアスベストとアスベスト類似繊維との識別が難しいという難点はあるが、建物解体工事作業場周辺の様に作業工程によって環境大気中へのアスベスト排出量が大幅に変動するものを対象とした調査や交通量によりアスベスト濃度の変動が考えられる交差点周辺における調査など多地点でのデータを短時間で把握することができる等、総合的なモニタリングの面で優れた点も多く今後とも分析電子顕微鏡と併用して、環境大気中のアスベスト濃度を検討して行く計画である。

参考文献

- 1) 神山宣彦: 105 大気中の微小アスベスト粒子の電子顕微鏡による定量(1), 昭和56年度環境保全研究成果集, 環境庁企画調整局 (1981). P105-1~105-14.
- 2) 林 久人: 大気中発がん物質のレビュー 石綿, 初版 日本科学情報センター (1980), 昭和54年度環境庁委託業務報告書, P5.

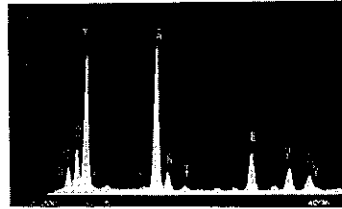
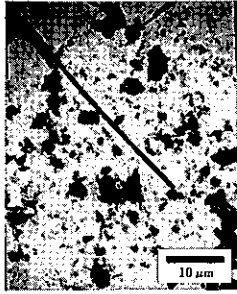


写真1 A産業ビル TEM像(左)とEDXスペクトル(右)

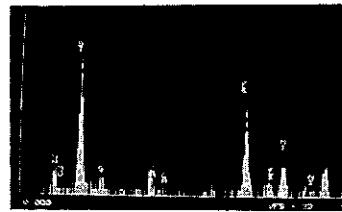


写真2 Bビル TEM像(左)とEDXスペクトル(右)

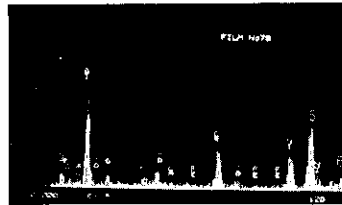


写真3 Cポーリング場のTEM像(左)とEDXスペクトル(右)

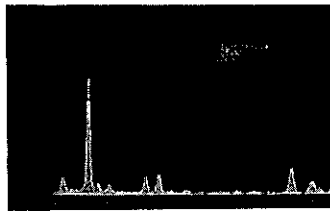
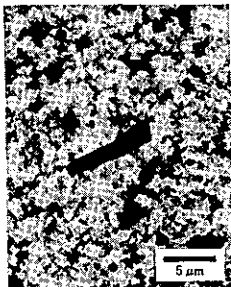


写真4 D自動車販売のTEM像(左)とEDXスペクトル(右)