

ポリビニルアルコール (PVA)処理を用いた X線回折法による石綿定量分析法の改良

中島亜矢子・山崎誠・志水友梨

福岡市保健環境研究所環境科学部門

1. はじめに

福岡市保健環境研究所では従来から石綿使用事業所の敷地境界空気中濃度、建築物解体・石綿除去工事に伴う周辺空気中濃度および市有建築物の吹付け材石綿含有定性試験を行ってきた。平成 17 年 6 月の石綿による健康被害についての新聞報道以降、石綿の検査依頼が急増したが、吹付け材の定性試験で含有が明らかになった場合の定量試験については、当時保健環境研究所では設備が整っておらず実施できなかった。平成 18 年 6 月に X 線回折装置を導入し同年 9 月からは建材中石綿の定量分析も実施できるよう環境を整えた。検査における定量結果の安定性と職員の安全性をより一層確保するため分析法の改良を検討したので報告する。

2. X線回折法による定量分析法の改良

平成 17 年 6 月 22 日付け基安化発第 0622001 号および JIS A1481 による石綿の定量試験方法では、粉碎試料をふっ素樹脂バインダグラスファイバーフィルタでろ過、乾燥したものを試料として X 線回折装置にかけると規定されている。試料は機種によっては測定時に傾く場合もある。また検量線作成用標準試料は通常繰り返し使用される。試料は乾燥状態にあるため、風や衝撃による剥離、飛散が心配されるが、JIS で示された分析法には対策は何も示されていない。そこで、フィルタ上に捕集された試料の剥離、飛散を防止する目的で分析法の改良を検討した。

1) 試料の固定方法

剥離防止のため、ろ過した試料をポリビニルアルコール (PVA) でコーティングし固定することを試みた。吸引ろ過が終了したところで、駒込ピペットを用いて市販の洗濯糊を 10 倍希釈した PVA 水溶液を一滴さらに加え、自然落下でろ過を終え、そのまま乾燥した。
(以上の操作について、以後「PVA 処理」と略す。)

2) PVA の回折ピーク

亜鉛製基底標準板と同じ亜鉛製基底標準板に PVA 溶液を垂らして乾燥させたものについてそれぞれ X 線回折を測定した。その結果 $2\theta=20$ 度付近にブロードなピークが現れたのみで、石綿の分析に支障はなかった。
(図 1, 図 2)

3) X線回折強度への影響

クリソタイルを含む試料について PVA 処理する前後で回折強度を比較した。その結果 PVA 処理による影響はなかった。(図 3)

4) 飛散防止効果の確認

公定法による処理だけのクロシドライトを含む試料と、PVA 処理を追加した同様の試料を測定用ホルダにセットし、スライドグラスの上で下向きにタッピングし、それぞれのスライドグラスについて分散染色法で検鏡した。その結果、PVA 未処理のものではクロシドライト繊維の剥離が認められたが、PVA 処理したものは繊維の剥離は全くなかった。(図 4)

5) 問題点

PVA 処理した試料は時間が経つと、フィルタが亜鉛製基底標準板に付着して剥がれにくくなることがある。亜鉛製基底標準板は繰り返し使う必要があるが、無理に剥がそうとするとフィルタ上の試料により新たな汚染が生じる恐れがある。そのため測定済の試料については速やかに剥がす必要がある。

3. まとめ

PVA 処理したサンプルについては、フィルタが剥がれ難くなるという問題点はあるが、石綿の分析には支障がなく、石綿の剥離、飛散防止効果があり安定性および安全性確保の対策の一つとして有効であることがわかった。



図1 PVA 溶液を滴下した亜鉛標準基板

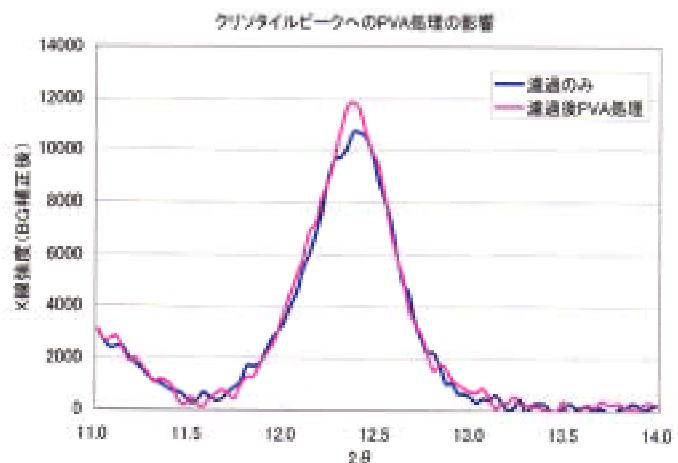


図3 ひる石にクワリタイルが約 3%含まれたサンプル 100mg を処理したもの

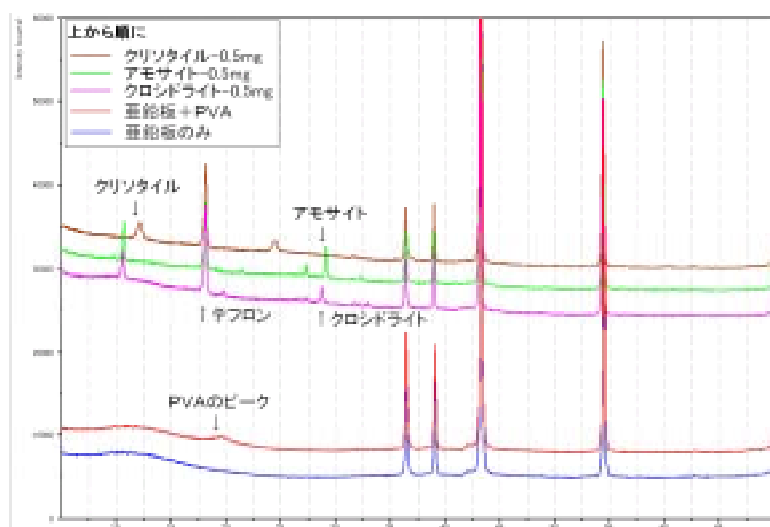
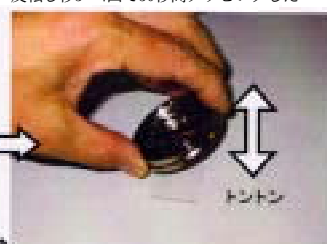


図2 PVA の回折ピーク

試料ホルダーにセットしたクロシドライト
0.1mg を捕集したフィルター



試料ホルダーをスライドガラスの上で斜めに
反転し秒3〜4回で30秒間タッピングした



10 倍の対物レンズを使用し屈折率 1.680 の
分散染色液でカバーガラス全面を鏡した



認められたクロシドライト繊維



図4 PVA 処理による飛散防止効果の確認