

# アスベスト分析における前処理時間の短縮を目的とした低温灰化条件の検討

大気圏部 ○中村 周平

## 1. はじめに

低温灰化法は、減圧下で酸素に高周波出力（以下、「出力」という）を加えることによって、分子状酸素から電子、原子を分離させプラズマ状態の酸素をつくり、これを有機物と反応させ、有機物の除去を行う方法である。アスベストモニタリングマニュアル第4.0版では、電子顕微鏡法の前処理法として、低温灰化法が記載されており、電子顕微鏡法は、位相差顕微鏡法より多くの時間を要するため、分析時間を短縮するには前処理である低温灰化の時間短縮が求められる。

今回、低温灰化時間の短縮を目的に高周波出力、酸素流量の条件を変更し、低温灰化前後のフィルターの形状、アスベスト繊維数の変化から低温灰化装置の最適処理条件を検討した結果を報告する。

## 2. 測定方法

### 2.1 低温灰化前の標本の観察

低温灰化を行う標本は、標準試料としてアスベスト（クリソタイル）繊維水溶液を濾過したフィルターの採じん面を下にしてスライドガラスに載せ、アセトン蒸気で透明化処理した後、カバーガラスをかけた作製した。これを位相差顕微鏡でアスベスト繊維の計数を行い、その画像を電子データとして保存した。

### 2.2 低温灰化法

観察した標本のカバーガラスを外し、高周波出力、酸素流量の設定条件を変えて低温灰化を行った。出力、酸素条件については表1に示すとおりである。

表1 出力、酸素流量条件

出力(W)		100	150	200	300
酸素流量 (mL/min)	メーカー推奨値 (出力値の1/3の値)	35	50	65	100
	メーカー推奨値の約2倍 (出力値の2/3の値)	65	100	135	200

### 2.3 低温灰化後の標本の観察

フィルターが完全に消失した時間を計測するため、フィルターが低温灰化によって完全に消失したかどうかの判断を、低温灰化後のフィルターの外観を目視にて確認し、さらに分散染色法を用いて確認した。分散染色法は、低温灰化によってフィルターが消失すると、アスベスト繊維が露出し、浸液が繊維に行き渡ることから、分散色を示すことから、フィルターの消失を確かめるため行った。

低温灰化後の標本表面形状の変化、低温灰化前後のアスベスト繊維数の変化を検討するために、位相差顕微鏡を用いて、標本表面の孔の有無等の変化を観察し、また低温灰化前に観察した視野と同視野で、同じ繊維を観察し、繊維が低温灰化前後で消失・変化するか観察を行った。

## 3. 結果

### 3.1 低温灰化によるフィルターの消失時間

低温灰化によるフィルターの消失時間を検討した結果を表2に示す。出力を100Wに設定して低温灰化を行うと60分かかるが、150Wでは30分、200Wでは15分、300Wでは10分でフィルターが完全に消失したことから、高出力にすることで、低温灰化時間を短縮できることが分かった。これは、出力を上

げること、プラズマ化される酸素量が増えるため、反応速度が上がり低温灰化時間が短縮されたと考えられる。また、酸素流量を出力値のそれぞれ3分の1、3分の2の値に設定し低温灰化を行ったが、いずれの出力でも酸素流量の違いによるフィルターの消失時間の差は見られなかった。

### 3. 2 低温灰化後の標本表面形状観察

出力を300W、酸素流量を出力値の3分の2の値(200 mL/min)に設定し低温灰化を行ったところ、20~50 μm程度の多角形又は円形の孔が多数確認された。しかし、同一出力で酸素流量を出力値の3分の1の値(100 mL/min)に設定し灰化を行ったところ、孔は確認されなかった。

また、出力を100W、150W、200Wに設定した場合、酸素流量が出力値の3分の2、3分の1いずれの値に設定した場合においても低温灰化後の孔は確認されなかった(表3)。

出力を300W、酸素流量を出力値の3分の2の値(200 mL/min)に設定し、低温灰化を行った時に孔が多数生じたのは、出力、酸素流量をあげることで、プラズマ化される酸素量が増えたため、フィルターとの反応が急激に進み、孔が生じたと考えられる。孔が多数生じることで、繊維と孔の輪郭が重なることもあり、これに起因する計数誤差が生じる可能性がある。

### 3. 3 低温灰化前後の繊維数の変化

出力を150~300Wにあげて低温灰化を行っても、出力を100Wに設定して低温灰化を行った時とほぼ同じ割合のアスベストが残存することが分かった(表4)。また、出力300W、酸素流量200 mL/minの設定条件で低温灰化を行い、孔が生じた部分でも、アスベスト繊維が残存することが確認された。

## 4 まとめ

出力を150、200、300Wに上げて低温灰化を行っても、出力を100Wに設定して、低温灰化を行った時とほぼ同じ割合のアスベストが残存することが確認され、出力を上げることで低温灰化時間を短縮できることが分かった。また、酸素流量を変更させ低温灰化を行ったが、低温灰化時間に差は見られず、出力300W、酸素流量200 mL/minの設定条件で低温灰化を行うと、孔が確認された。今回、フィルターが消失する時間を基に、低温灰化条件の検討を行ったが、アスベスト除去工事現場等で大気を実際に捕集した試料は有機繊維、粒子等測定の影響要因となる物質も多く存在する。今後、この結果を参考に、状況に応じた設定条件を検討した上で、低温灰化装置を活用することが望まれる。

表2 低温灰化によるフィルターの消失時間

設定条件		指標	60分	45分	30分	20分	15分	10分	5分
100W	35 mL/min	外観	消失	残存	-	-	-	-	-
		分散染色繊維	有り	-	-	-	-	-	-
	65 mL/min	外観	消失	残存	-	-	-	-	-
		分散染色繊維	有り	-	-	-	-	-	-
150W	50 mL/min	外観	消失	消失	消失	残存	-	-	-
		分散染色繊維	-	有り	有り	-	-	-	-
	100 mL/min	外観	消失	消失	消失	残存	-	-	-
		分散染色繊維	-	有り	有り	-	-	-	-
200W	65 mL/min	外観	-	-	消失	消失	消失	残存	-
		分散染色繊維	-	-	有り	有り	有り	-	-
	135 mL/min	外観	-	-	消失	消失	消失	残存	-
		分散染色繊維	-	-	有り	有り	有り	-	-
300W	100 mL/min	外観	-	-	-	-	消失	消失	残存
		分散染色繊維	-	-	-	-	有り	有り	-
	200 mL/min	外観	-	-	-	-	消失	消失	残存
		分散染色繊維	-	-	-	-	有り	有り	-

表3 低温灰化後の標本表面形状観察結果

設定条件		孔の有無
100W	35 mL/min, 60分灰化	無
	65 mL/min, 60分灰化	無
150W	50 mL/min, 30分灰化	無
	100 mL/min, 30分灰化	無
200W	65 mL/min, 15分灰化	無
	135 mL/min, 15分灰化	無
300W	100 mL/min, 10分灰化	無
	200 mL/min, 10分灰化	有 直径(20~50 μm)

表4 低温灰化前後の繊維数の差、残存割合

設定条件		低温灰化前の繊維数(本)	低温灰化後の繊維数(本)	低温灰化前後の繊維数の差(本)	低温灰化前後の繊維の残存割合(%)
100W	35 mL/min, 60分灰化	48	45	3	93.7
	65 mL/min, 60分灰化	34	32	2	94.1
150W	50 mL/min, 30分灰化	51	48	3	94.1
	100 mL/min, 30分灰化	53	50	3	94.3
200W	65 mL/min, 15分灰化	51	49	2	96.0
	135 mL/min, 15分灰化	35.5	33.5	2	94.3
300W	100 mL/min, 10分灰化	64	62	2	96.8
	200 mL/min, 10分灰化	46	43	3	93.4