



中华人民共和国国家标准

GB/T 23263—2009

制品中石棉含量测定方法

Determination of asbestos in products

2009-03-09 发布

2009-11-05 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
制品中石棉含量测定方法
GB/T 23263—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 32 千字
2009年6月第一版 2009年6月第一次印刷

*

书号: 155066·1-37084 定价 21.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前 言

本标准与 JIS A 1481—2008《建材制品中石棉含量测试方法》的一致性程度为非等效。

本标准附录 A、附录 B、附录 C 均为规范性附录。

本标准由中国建筑材料联合会提出。

本标准由全国非金属矿产品及制品标准化技术委员会(SAC/TC 406)归口。

本标准负责起草单位:咸阳非金属矿研究设计院。

本标准参加起草单位:华尔卡密封件制品(上海)有限公司、西安地质矿产研究所。

本标准主要起草人:雷建斌、冯梅、侯弘、尚兴春、侯立兵。

本标准为首次发布。

制品中石棉含量测定方法

1 范围

本标准规定了运用粉末 X 射线衍射仪及偏光显微镜测定制品中石棉含量的试验方法。

本标准适用于建筑材料、摩擦材料、密封材料、保温材料和非金属矿物中石棉含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB 10736 工作基准试剂 氯化钾

GB/T 15896 化学试剂 甲酸

HG/T 2892 化学试剂 异丙醇

3 术语、符号及单位

3.1 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1.1

石棉 **asbestos**

在构成岩石的矿物中,属于蛇纹石类的纤维状硅酸盐矿物(温石棉)以及属于角闪石类的纤维状硅酸盐矿物(铁石棉、蓝石棉、透闪石、阳起石及直闪石)。

3.1.2

蛭石 **vermiculite**

云母类膨润性粘土矿物。结构层间含有水合镁层,但是通常多含有层间结构含钾较多的水黑云母,这些矿物总称为蛭石。

3.1.3

纤维状粒子 **fiber particle**

长径比为 3 以上的粒子。

3.1.4

一次分析试样 **the first analysis sample**

对试样进行粉碎或者加热处理,在一定的条件下过筛。

3.1.5

二次分析试样 **the second analysis sample**

对一次分析试样进行甲酸处理,供定量分析使用。

3.1.6

三次分析试样 **the third analysis sample**

取二次分析试样中残渣率超过 0.15 的部分,供定量分析使用。

3.1.7

浸渍液 **dipping liquid**

显微镜定性分析用于浸泡试样的液体。

3.1.8

无尘水 no dust water

将纯净水或者蒸馏水用 $0.45\ \mu\text{m}$ 的棉绒过滤布过滤后的水。

3.1.9

标准试样 standard sample

以蛭石为原料,用于喷涂的分析材料。使纯蛭石中含有 0.5% 的透闪石和 0.8% 的温石棉。

3.1.10

残渣率 leavings rate

二次分析试样量[残渣量]与一次分析试样量的比率。

3.1.11

量减少率 quantity reduction rate

经过加热处理后的一次分析试样减少量与总试样量的比率。

3.1.12

积分强度 integral intensity

指定的 X 射线衍射峰的面积积分值。

3.2 符号和单位

符号和单位见表 1。

表 1 符号和单位

符 号	名 称	单 位
$n_{D,25}$	25 °C 时的折射率	—
M_1	X 线定量分析时一次分析试样的质量	mg
M_2	X 线定量分析时二次分析试样的质量	mg
M_3	X 线定量分析时三次分析试样的质量	mg
A_s	根据标准曲线读出的二次分析试样的石棉质量	mg
C_i	单个分析试样的石棉含量(质量分数)	%
C_r	单个三次分析试样的石棉含量(质量分数)	%
C	制品中的石棉含量(质量分数)	%
r	量减少率(加热处理后的一次分析试样量/试样量)	—
V	积分强度(仅限蛭石)	计算值
σ	10 次测试的积分 X 线强度标准偏差	—
a	标准曲线的斜率	—
C_k	石棉含量的检出下限	%
C_t	石棉含量的定量下限	%

4 试验方法及原理

4.1 试验方法概要

本标准中规定的制品中石棉含量的试验方法是首先用粉末 X 射线衍射仪及偏光显微镜进行定性分析,确认是否含有石棉,然后对于被定为“含有石棉”的试样(喷涂用蛭石族除外),根据 X 衍射分析方法,进行石棉的定量分析。对于喷涂用蛭石族中是否含有石棉的测试是通过比较标准试样与被测试样的衍射强度来进行分析。

测定方法概要如下(如图 1~图 3):

- 从制品中采集分析用的适量的试样。
- 根据制品的基质进行粉碎或者加热处理,然后制备一次分析试样。

- c) 用粉末 X 射线衍射仪及偏光显微镜的分散染色法进行定性分析,确认一次分析试样中是否含有石棉。如果一次分析试样是喷涂材料,并且通过粉末 X 射线衍射仪检测出样品中含有蛭石时,则应根据喷涂用蛭石的定性分析方法来分析样品中是否含有石棉(如图 1 及图 3)。
- d) 当检测出试样中含有石棉后(喷涂用蛭石族除外),将一次分析试样用符合 GB/T 15896 规定的甲酸处理,制备二次分析试样。
- e) 残渣率在 0.15 以下时,基于基础标准吸收修正法,用 X 射线衍射分析方法来分析二次分析试样,计算出石棉的含量。
- f) 残渣率超过 0.15 时,制备三次分析试样,基于基础标准吸收修正法,用 X 射线衍射分析方法来计算石棉的含量(如图 2)。

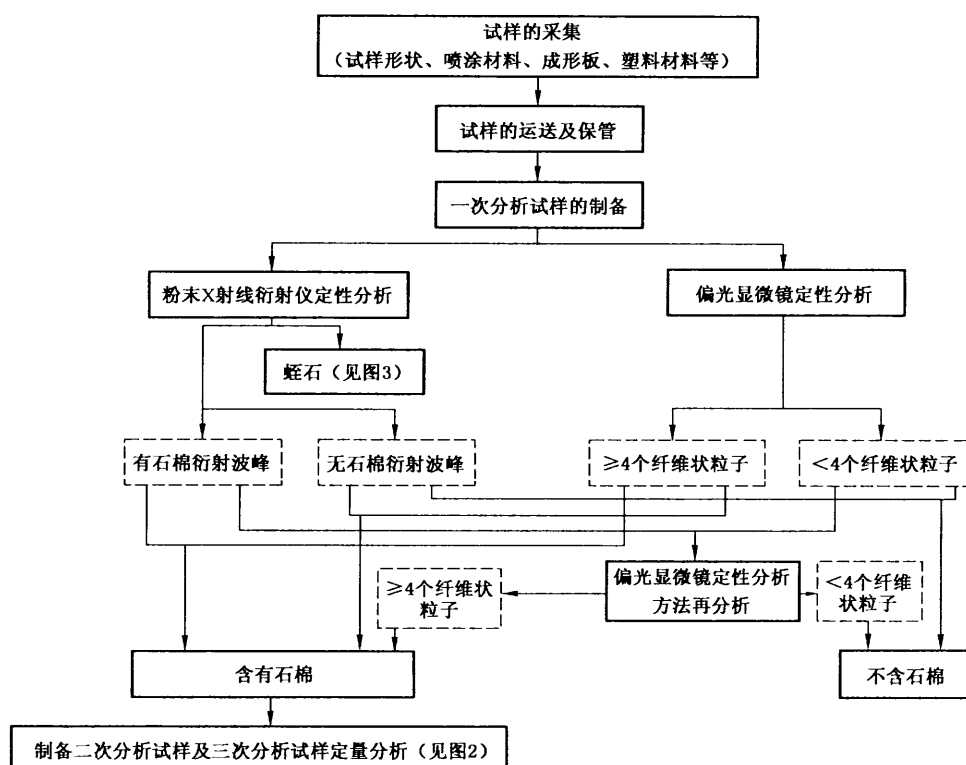


图 1 制品中石棉含量定性分析方法流程图

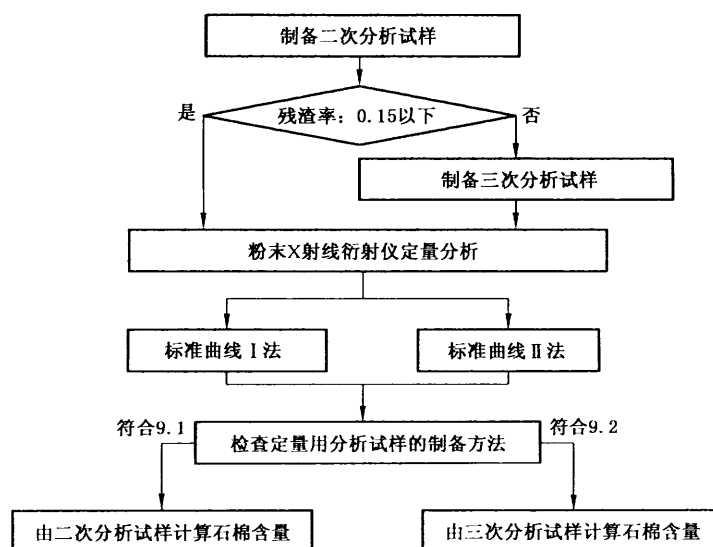


图 2 制品中石棉含量定量分析方法流程图

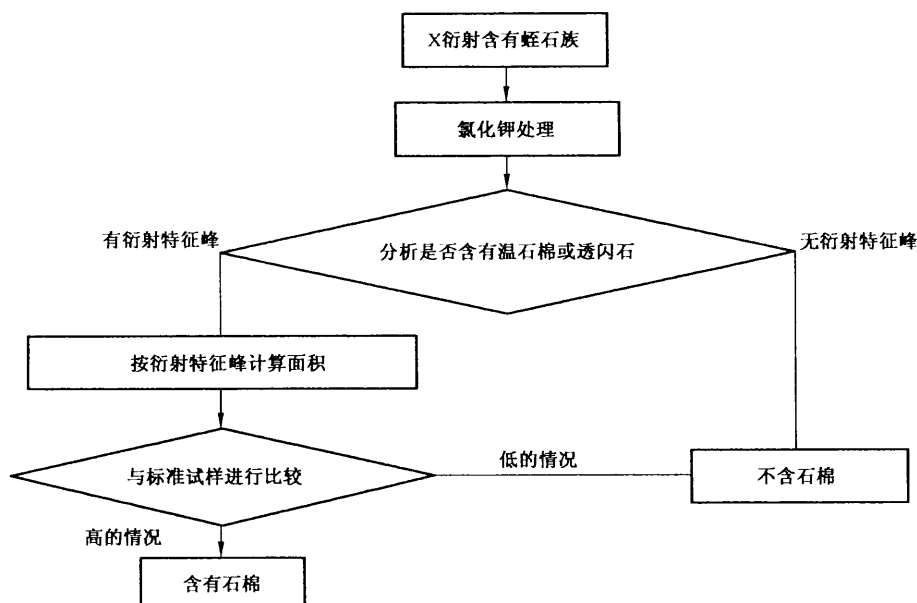


图3 喷涂用蛭石的定性分析流程图

4.2 试验方法原理

4.2.1 定性分析方法

4.2.1.1 定性分析中使用的偏光显微镜分散染色法是根据试样的形状及试样的折射率用颜色的变化来判断是否含有石棉。

4.2.1.2 定性分析中的X衍射分析方法是当X射线照射到石棉上时,每种石棉会有自己的特征峰,根据这个特征峰来判断试样中是否含有石棉。

4.2.2 定量分析方法

石棉的X射线衍射特征峰是由所含石棉的量决定的,所以通过分析试样的X射线衍射特征峰与已知含量的石棉所产生的特征峰进行对比,就可以确定制品中石棉的含量。

试样基质也会影响X射线衍射特征峰,所以在制备分析试样时,要采取一些修正方法。

在运用粉末X射线衍射仪进行定量分析时,有内标准法以及标准添加法。这些方法在石棉分析方面精度不太好,但是可以作为判断大致的石棉含量的方法使用。

5 试样的采集

5.1 试样的采集方法

5.1.1 采集试样时采集者必须采取一定的防护措施,保证自己不会吸入石棉粉尘。

5.1.2 在生产现场采集时,要保持现状,用锋利的刀子等采集试样,同时注意石棉粉尘的飞散。

5.1.3 从制品中采集试样时,要按批次有代表性地采集。

5.1.4 试样的大小要能够代表被测定的制品。比如对于喷涂材料、保温材料等柔软的材料,要保证取样每一处有 10 cm^3 大小,从3处不同的地方分别采集试样;对于板状的较硬的材料,要保证取样每一处有 10 cm^2 大小,从3处不同的地方分别采集试样。

5.2 试样的运送及保管

将试样从采集地运送到分析处的时候,要防止石棉粉尘的飞散,将其放入密闭容器运送。

5.3 试样的采集记录

为了识别所采集的试样,需记录以下必要的项目:

- a) 制品名称；
- b) 采集部位及地点；
- c) 试样信息：形状、材质、试样面积、试样量、采集方法及采集年月日；
- d) 采集者。

6 一次分析试样的制备方法

6.1 无机成分试样的一次分析试样制备方法

6.1.1 从3处采集的无机成分试样中，等量提取分析用试样，分别放入粉碎设备中进行粉碎。如果所采集的试样为硬质试样，则用刀子、刨刀等削刮侧面，将刮下的部分放入粉碎设备。粉碎设备可以使用研钵（磁性研钵、玛瑙研钵、铝研钵等）或超离心刀、振动研磨、球磨机等。

6.1.2 将粉碎好的试样用孔径为425 μm~500 μm的筛子过筛。重复粉碎及过筛步骤，直到所有的试样都通过筛孔。将过筛后的试样混合在一起作为一次分析试样，从中再提取X衍射分析用的试样3份和偏光显微镜分析用的试样1份。

注1：为了避免石棉带来的污染，粉碎和过筛时使用通风橱。

注2：粉碎程度及粉碎时间会影响到石棉纤维的形态，要避免过度粉碎，采用多次粉碎多次过筛的方法。

6.2 有机成分试样的一次分析试样制备方法

6.2.1 从3处采集的含有较多有机成分的试样中等量提取分析用试样，分别放入已知质量的磁性坩埚中，称量每个试样和坩埚的质量 m_a 。

6.2.2 将盛有试样的坩埚放入温度为450℃±10℃的高温炉中，保温1 h。然后关闭高温炉电源，使试样在高温炉中冷却至室温。

注：也可以使用低温灰化装置将有机成分灰化。

6.2.3 分别称量每个试样和坩埚高温处理后的质量 m_b 。然后按照6.1的规定制备一次分析试样。按照公式(1)计算量减少率 r 。

$$r = \frac{m_b - m_c}{m_a - m_c} = \frac{m}{m_0} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_a ——加热处理前试样及坩埚的质量，单位为克(g)；

m_b ——加热处理后试样及坩埚的质量，单位为克(g)；

m_c ——坩埚的质量，单位为克(g)；

m_0 ——加热处理前试样的质量，单位为克(g)；

m ——加热处理后试样的质量，单位为克(g)。

7 基于一次分析试样的定性分析方法

7.1 粉末X射线衍射仪定性分析法

7.1.1 将一次分析试样均一旦平整地放置到试样皿中。试样皿为带有孔或者坑的金属板或者玻璃板。

7.1.2 对盛有试样的试样皿按照附录A规定的定性分析条件进行X衍射定性分析。

7.1.3 根据X衍射图，确认在一次分析试样中是否出现了如图4~图8所示的石棉（温石棉、铁石棉、蓝石棉、透闪石/阳起石、直闪石）或者如图9~图10所示的蛭石族（水黑云母、蛭石）的特征峰。并将其结果运用到7.2和第9章中规定的分析中去。

注：透闪石和阳起石很难通过X射线衍射方式进行区分，所以分析时可以将它们归为同一类。

7.1.4 当在7.1.3中确认有蛭石族衍射特征峰时，应按照7.3的规定进行分析。

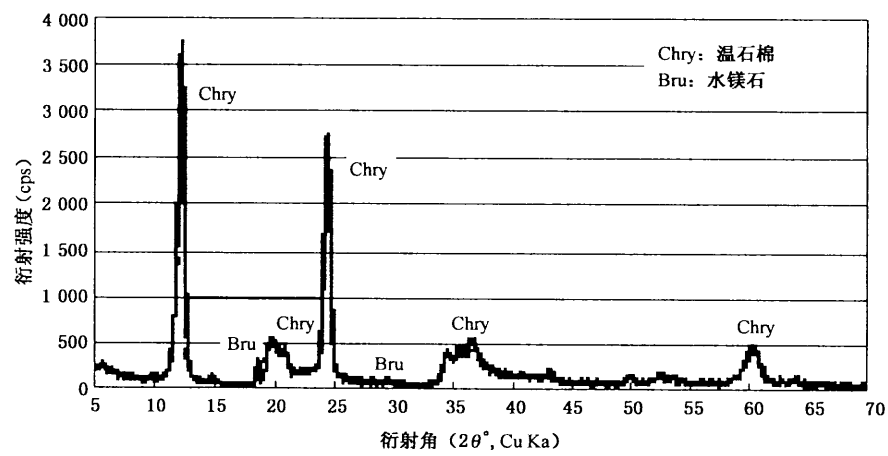


图 4 温石棉 X 射线衍射图

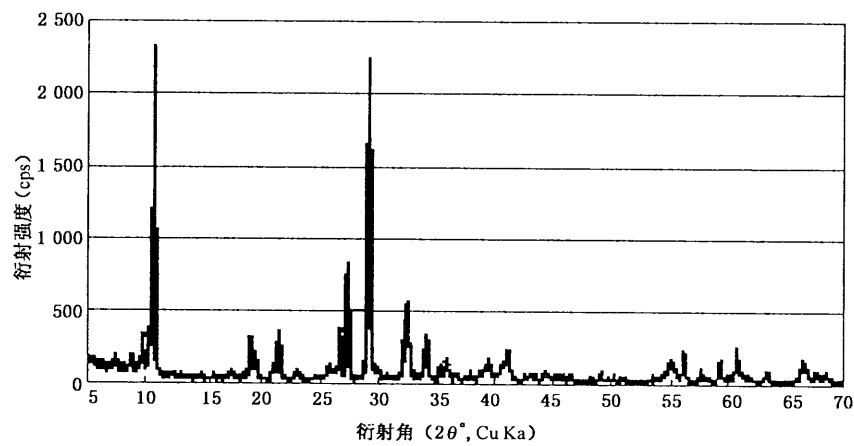


图 5 铁石棉 X 射线衍射图

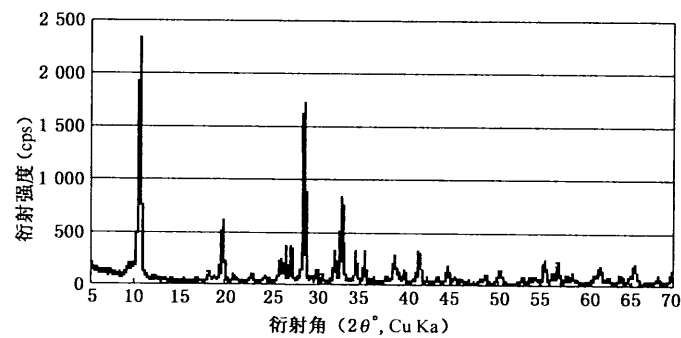


图 6 蓝石棉 X 射线衍射图

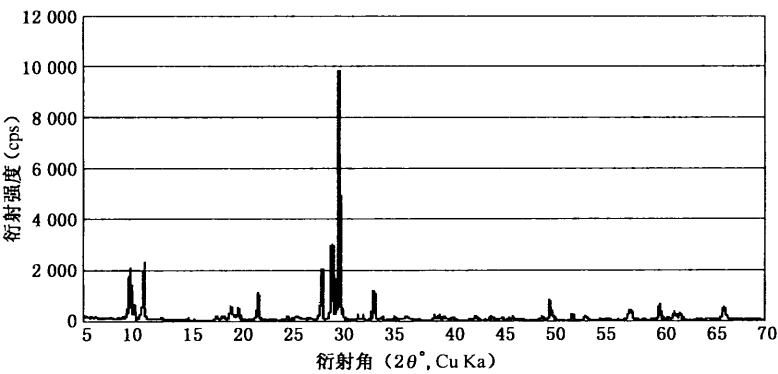


图 7 透闪石/阳起石 X 射线衍射图

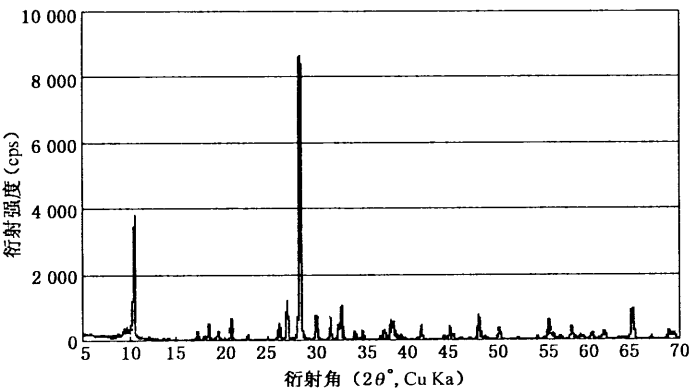


图 8 直闪石 X 射线衍射图

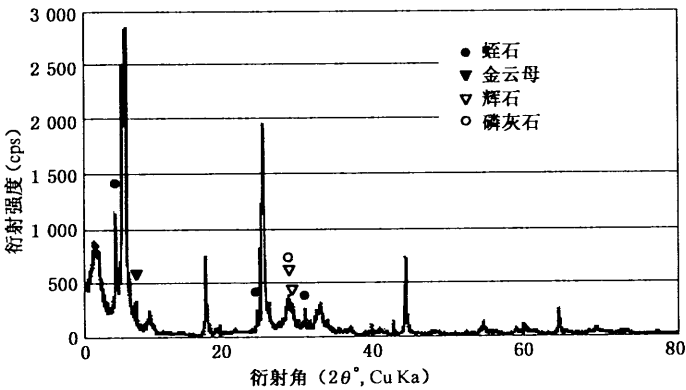


图 9 水黑云母 X 射线衍射图

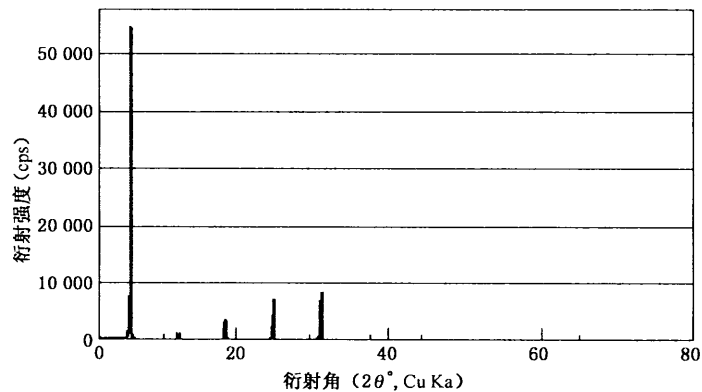


图 10 蛭石 X 射线衍射图

7.2 偏光显微镜定性分析法

7.2.1 样本的制备

7.2.1.1 出现石棉的 X 衍射特征峰的情况

如果在 7.1.3 中出现石棉的特征峰(图 4~图 8)时,按以下步骤制备样本:

- a) 在容量为 50 mL 的具塞试管中加入一次分析试样 10 mg~20 mg、纯净水 20 mL~40 mL,剧烈振荡后,转移到容量为 50 mL 的三角烧杯中。
- b) 将磁子放入三角烧杯中。在用磁力搅拌器搅拌的同时,用微量移液器吸取样本液体 10 μ L~20 μ L。
- c) 将样本液体滴入已擦拭干净的载玻片上的圆形注入导板内,将载玻片连同圆形注入导板一起置于 100 $^{\circ}$ C $\pm$ 10 $^{\circ}$ C 的加热板上进行干燥。干燥后,移走圆形注入导板。
- d) 根据 7.1.3 所出现的特征峰确定石棉的种类,再根据表 2 所示的相应石棉的敏感色,选择合适折射率的浸渍液。
- e) 在载玻片上滴上 3 滴~4 滴所选择的浸渍液,然后在上面盖上盖玻片,作为偏光显微镜定性分析的样本。
- f) 重复步骤 b)~步骤 e),制备 3 个分析样本。在各自的载玻片上写上分析试样的编号。

表 2 石棉的分散色

石棉种类	折射率 $n_{D,25}$	分散色
温石棉	1.550 ^b	红紫~蓝
铁石棉	1.680 ^b	粉红
	1.700	蓝
蓝石棉	1.680 ^b	大体上(橙)~红褐
	1.690 ^b	粉红
	1.700	蓝
透闪石/阳起石 ^a	1.605	金黄
	1.620 ^b	红紫
	1.640	蓝
直闪石	1.605	金黄
	1.618 ^b	红紫
	1.640	蓝

^a 根据各折射率的分散色来判断是透闪石还是阳起石比较困难,所以在分析上作为同一种类处理。

^b 表示各石棉敏感色的折射率。

7.2.1.2 没有出现石棉的 X 衍射特征峰的情况

如果 7.1.3 中没有出现石棉的特征峰时,按以下步骤制备样本:

- a) 按照 7.2.1.1 步骤 a)~步骤 c)制备好带有样本的载玻片。
- b) 根据 5.3 及 7.1 得到的信息,分别从显示表 2 的敏感色折射率($n_{d,25} = 1.550, 1.618, 1.620, 1.680$ 及 1.690 5 种)中选择可能含有的石棉所对应的浸渍液。

另外,如果在显示敏感色折射率的浸渍液中没有检测出石棉,对这个结果进行再确认的时候,选择表 2 中敏感色以外的其他折射率的浸渍液(见 7.2.2.5)。

- c) 在载玻片上滴上 3 滴~4 滴所选择的浸渍液,然后在上面盖上盖玻片作为样本。分别制备 3 个这样的样本。在载玻片上写上各分析试样的编号。

7.2.2 测定方法

7.2.2.1 将 7.2.1.1 或 7.2.1.2 制备的样本放到偏光显微镜的载物台上。偏光显微镜的规格应符合附录 B 的规定。

7.2.2.2 在物镜 10 倍下确认粒子是否分散均匀。

7.2.2.3 对于在 7.2.2.2 已确认分散均匀的样本,将物镜调到 40 倍,确认是否存在表 2 的分散色所对应的纤维。

7.2.2.4 在偏光显微镜 10 倍目镜下,移动视野并计数,直至目镜计数器的直径为 $100\ \mu\text{m}$ 的圆内存在的所有含有纤维状粒子的合计数达到 1 000 为止,记录显示表 2 的分散色的石棉的种类及粒子数。

注:鉴定分散色时,使用显微镜配套的分析器,如果将分析器旋转 90° 以上,可以更容易地确认发色状态。

7.2.2.5 如果在 7.1.3 中出现石棉衍射特征峰,则根据石棉种类分别对 3 个样本进行 7.2.2.1~7.2.2.4 的操作。如果在 7.1.3 中没有出现石棉衍射特征峰,则根据可能使用的石棉种类分别对 3 个样本进行 7.2.2.1~7.2.2.4 的操作。如果通过对 7.2.1.2 中显示敏感色折射率的浸渍液进行分析没有检出石棉时,则根据可能存在的石棉的种类,用表 2 所示的敏感色以外的折射率的浸渍液各做 3 个样本,同样进行 7.2.2.1~7.2.2.4 的操作,对这个结果进行再确认。

7.3 以喷涂用蛭石族为对象的定性分析方法

7.3.1 氯化钾处理试样

7.3.1.1 将一次分析试样 1.0 g 放入烧杯,倒入 100 mL 符合 GB 10736 规定的浓度为 1 mol/L 的氯化钾水溶液,并使其均匀分散。

7.3.1.2 在 $70\ ^\circ\text{C}$ ~ $80\ ^\circ\text{C}$ 的温度下将烧杯静置 1 h。

7.3.1.3 静置后,用离心分离机使其离心沉淀,采集沉淀物并用蒸馏水将其充分洗净。

7.3.1.4 将此沉淀物放在温度为 $100\ ^\circ\text{C} \pm 10\ ^\circ\text{C}$ 的干燥设备中充分干燥。

7.3.2 分析方法

7.3.2.1 将在 7.3.1 中得到的经过氯化钾处理的试样均匀地放入试样皿中,且与试样皿的面平齐。

7.3.2.2 将盛有试样的试样皿按表 A.2 规定的条件进行 X 衍射定性分析,观察是否出现如图 4 所示的温石棉或图 7 所示的透闪石/阳起石的衍射特征峰,且衍射角从 2° 开始测量。

7.3.2.3 如果出现类似温石棉及透闪石/阳起石的衍射特征峰时,求出经过 7.3.1 处理的 3.1.10 所规定的标准试样与氯化钾处理试样的温石棉及透闪石/阳起石的特征峰面积,判断是否含有温石棉及透闪石/阳起石。

8 是否含有石棉的认定方法

8.1 如果在 X 衍射定性分析结果中,出现了图 4~图 8 所示的石棉衍射特征峰,无论其强弱,只要出现了一个或一个以上特征峰,同时在偏光显微镜的定性分析结果中,三个样本合计 3 000 个粒子中,石棉

的纤维状粒子在 4 个或 4 个以上,则认为该试样中含有石棉。接着制备第 9 章所述的二次分析试样或三次分析试样,按第 10 章进行 X 衍射定量分析。

8.2 如果在 X 衍射定性分析结果中,没有出现图 4~图 8 所示的石棉衍射特征峰,但在偏光显微镜的定性分析结果中,三个样本合计 3 000 个粒子中,石棉的纤维状粒子达到 4 个或 4 个以上,则认为该试样中含有石棉。接着制备第 9 章所述的二次分析试样或三次分析试样,按第 10 章进行 X 衍射定量分析。

8.3 如果在 X 衍射定性分析结果中,虽然出现了图 4~图 8 所示的石棉衍射特征峰,但是在偏光显微镜定性分析结果中,三个样本合计 3 000 个粒子中,石棉的纤维状粒子不满 4 个,则按照 7.2.2 的偏光显微镜定性分析方法再次进行分析。

进行再分析时,以出现衍射波峰的石棉及其他可能使用的石棉作为对象,利用一次分析试样,按照 7.2.1.2 制成新样本进行分析。

再分析的结果中,如果石棉纤维状粒子仍不满 4 个,则认为该试样中不含石棉。如果石棉纤维状粒子在 4 个或 4 个以上,则认为该试样中含有石棉,按照 8.1 进行定量分析。

8.4 如果在 X 衍射定性分析结果中,没有出现图 4~图 8 所示的石棉衍射特征峰,并且偏光显微镜定性分析结果中三个样本合计 3 000 个粒子中,石棉纤维状粒子不满 4 个,则认为该试样中不含石棉。

注:与温石棉的 X 衍射特征峰相同的矿物有蛇纹石(叶蛇纹石,利蛇纹石)、绿泥石及高岭土矿物(高岭石,埃洛石)。与铁石棉及蓝石棉拥有同样 X 射线衍射角度($9^{\circ}\sim 10^{\circ}$)的有滑石。

8.5 对于喷涂用蛭石族,如果经过氯化钾处理的一次分析试样没有出现石棉的 X 衍射特征峰或者特征峰的积分强度小于标准试样的积分强度,则认为该试样不含石棉。其他情况都认为该试样中含有石棉。

9 定量用二次分析试样及三次分析试样的制备方法

9.1 二次分析试样的制备方法

9.1.1 首先测量好制备二次分析试样用的直径 25 mm 的氟树脂胶粘玻璃纤维过滤网(以下简称滤网)的质量和基础标准物质的 X 射线衍射强度。

9.1.2 将一次分析试样 100 mg(M_1)进行精确称量后,放入三角烧杯,加入 20% 的甲酸 20 mL,无尘水 40 mL,用超声波洗净器分散 1 min。

9.1.3 将三角烧杯放入温度为 $30^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ 的恒温槽内,搅拌 30 s,静置 90 s,重复以上操作 6 次。

9.1.4 用装有直径 25 mm 的玻璃滤网的抽取过滤装置进行抽取过滤。使用与 X 射线衍射仪的试样台直径相同的抽取过滤装置及滤网。

注:滤网可以使用银膜过滤网。

9.1.5 干燥后,称量滤网上收集到的试样的质量(M_2),作为二次分析试样。

9.1.6 重复 9.1.2~9.1.5 步骤,制备另外两个二次分析试样。

9.1.7 进行二次分析试样的制备时,当残渣率(M_2/M_1)超过 0.15 时,按照 9.2 制备三次分析试样。

9.2 三次分析试样的制备方法

9.2.1 取 9.1 制备的二次分析试样 10 mg~15 mg,溶解在无尘水中。

9.2.2 用已知质量的氟树脂胶粘玻璃纤维滤网进行抽取过滤,干燥。

9.2.3 干燥后进行称量(M_3),作为三次分析试样。

9.2.4 三次分析试样制备时的注意事项:

——对于将一次分析试样按照 6.2.2 规定的高温处理条件进行高温处理后质量会减少的无机成分试样,也可以用高温处理后的一次分析试样来制备二次分析试样。

——如果二次分析试样的量不足以用作三次分析试样时,再按照二次分析试样的制备方法在同样

条件下将一次分析试样制成二次分析试样,再制备三次分析试样。

10 基于基础标准吸收修正法的 X 衍射定量分析方法

10.1 标准曲线的绘制

10.1.1 标准曲线 I 法

10.1.1.1 先测量绘制标准曲线时所需的滤网的质量及 X 射线衍射强度。

10.1.1.2 分别称取石棉标准试样 0.1 mg、0.5 mg、1.0 mg、3.0 mg、5.0 mg,装入 5 个三角烧杯中,在这些三角烧杯中分别加入 20% 的甲酸 0.02 mL、0.1 mL、0.2 mL、0.6 mL、1.0 mL,无尘水 0.04 mL、0.2 mL、0.4 mL、1.2 mL、2.0 mL,用超声波洗净器分散 1 min。

10.1.1.3 放入温度为 $30\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的恒温槽内,搅拌 30 s,静置 90 s。重复以上操作 6 次。

10.1.1.4 用装有直径 25 mm 的玻璃滤网的抽取过滤装置抽取过滤后的东西作为标准曲线试样。

10.1.1.5 将制备好的各标准曲线试样固定在 X 衍射分析仪的试样台上,测量基底标准板以及相关 X 射线衍射强度,按照附录 C 的基础标准吸收修正法绘制标准曲线。注意金属基底标准板的主衍射强度 I_{zn}^0 需在装有滤网的状态下事先测量好。

注:金属基板可以使用锌或铝中的一种。

10.1.2 标准曲线 II 法

10.1.2.1 先测量绘制标准曲线时所需的滤网的质量及 X 射线衍射强度。

10.1.2.2 精确称量 10 mg 的石棉标准试样放入 500 mL 的烧杯中,加入符合 HG/T 2892 规定的异丙醇 100 mL~150 mL 搅拌,再用超声波洗净器进行充分分散。然后转移到 1 000 mL 的烧瓶中,继续加入异丙醇直至满 1 000 mL,作为母液。

注:1 mL 母液相当于含有 0.01 mg 试样。

10.1.2.3 用移液管分别从母液中取出 5 mL、10 mL、30 mL、50 mL、100 mL 的悬浊液各 3 份,分别放入三角烧杯中。注意取液时应先充分摇晃装有母液的烧瓶,之后马上用移液管吸取。

注:长时间静置的母液中,分散石棉有可能发生沉淀,需要通过目视来判断石棉是否分散均匀。

10.1.2.4 在取出的各溶液中分别加入甲酸 0.01 mL、0.02 mL、0.06 mL、0.1 mL、0.2 mL,搅拌 1 min。

10.1.2.5 放入温度为 $30\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的恒温槽内,搅拌 30 s,静置 90 s,重复以上操作 6 次。

10.1.2.6 用装有直径 25 mm 的玻璃滤网的抽取过滤装置抽取过滤后的东西作为标准曲线试样。

10.1.2.7 将制备好的各标准曲线试样固定在 X 衍射分析仪的试样台上,测量基底标准板以及相关 X 射线衍射强度,按照附录 C 的基础标准吸收修正法绘制标准曲线。注意金属基底标准板的主衍射强度 I_{zn}^0 需在装有滤网的状态下事先测量好。

10.2 定量分析步骤

10.2.1 将按照第 9 章制备的二次分析试样或三次分析试样固定在粉末 X 射线衍射仪的试样台上。

10.2.2 在绘制标准曲线相同条件下,测量基底标准板和石棉的 X 射线衍射强度,通过基础标准吸收修正法进行 X 衍射分析。

10.2.3 通过 10.1 绘制的标准曲线计算出相关石棉的质量,求出石棉的含量。

10.2.4 重复 10.2.1~10.2.3 步骤,再进行另外两个二次分析试样或三次分析试样的测定。

10.3 石棉含量的计算

10.3.1 二次分析试样石棉含量的计算

单个二次分析试样的石棉含量由公式(2)算出,制品中的石棉含量由公式(3)算出。

如果二次分析试样是用按照 6.2 所述的有机成分试样的一次分析试样的制备方法所制备的,则用量减少率 r 来修正。

$$C_i = \frac{A_s}{M_1} \times r \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$C = \frac{C_1 + C_2 + C_3}{3} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- C_i ——单个试样的石棉含量(质量分数),%, (C_1 、 C_2 和 C_3);
- A_s ——从标准曲线读取的二次分析试样的石棉质量,单位为毫克(mg);
- M_1 ——一次分析试样的称量值,单位为毫克(mg);
- r ——量减少率,不发生量减少时 $r=1$;
- C ——制品中石棉的含量(质量分数),%。

10.3.2 三次分析试样石棉含量的计算

单个三次分析试样的石棉含量由公式(4)算出,制品中石棉含量由公式(3)算出。

如果三次分析试样是用按照 6.2 所述的高温处理方法制备的二次分析试样所制备的,则用量减少率 r 来修正。

$$C_r = \frac{A_{s1} \times (M_2/M_3)}{M_1} \times r \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- C_r ——高温处理过的情况下单个分析试样的石棉含量(质量分数),%;
- A_{s1} ——从标准曲线读取的三次分析试样的石棉质量,单位为毫克(mg);
- M_1 ——一次分析试样的称量值,单位为毫克(mg);
- M_2 ——二次分析试样的称量值,单位为毫克(mg);
- M_3 ——三次分析试样的称量值,单位为毫克(mg);
- r ——量减少率,不发生量减少时 $r=1$ 。

10.4 标准曲线的检出下限及定量下限

将绘制标准曲线时制备的最小标准试样($0.01 \text{ mg/cm}^2 \sim 0.1 \text{ mg/cm}^2$),用粉末 X 射线衍射仪重复测量 10 次,求出 X 射线积分强度的标准偏差。

标准曲线的检出下限由公式(5)算出,定量下限由公式(6)算出。

$$C_k = \frac{\sigma/\alpha}{M_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

$$C_t = \frac{3\sigma/\alpha}{M_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

- C_k ——检出下限,%;
- C_t ——定量下限,%;
- σ ——X 射线积分强度的标准偏差;
- α ——标准曲线的斜率;
- M_1 ——一次分析试样的称量值(100 mg)。

11 测试结果报告

报告中应包含以下内容:

- a) 试样的采集过程(按照 5.3);
- b) 试样的粉碎方法;
- c) 使用的测试器材及测试结果,包括:

- 粉末 X 射线衍射仪定性分析(包括石棉的种类以及存在与石棉类似衍射角度的其他结晶物质);
- 偏光显微镜分散染色法定性分析(包括使用的浸渍液及分析室的温度);
- 定量分析(包括残渣率及降低残渣率的方法);
- d) 测试日期;
- e) 测试机构;
- f) 本标准编号。

附录 A

(规范性附录)

测定石棉时的粉末 X 射线衍射仪的技术条件

A.1 定性分析条件

测定石棉时粉末 X 射线衍射仪的定性分析条件应符合表 A.1 规定。也可以通过能够与本装置保持同等检出精度的装置来测试。

表 A.1 粉末 X 射线衍射仪的定性分析条件

设定项目	测试条件
对阴极	铜(Cu)
管电压/kV	40
管电流/mA	30~40
单色化(K_{β} 线的去除)	Ni 过滤网或石墨单色器
满刻度/cps	1 000~2 000
时间常数/s	1
扫描速度/(°/min)	1~2
发散狭缝/(°)	1
散射狭缝/(°)	1
受光狭缝/mm	0.3
扫描范围(2θ)/(°)	5°~70°

A.2 定量分析条件

测定石棉时粉末 X 射线衍射仪的定量分析条件应符合表 A.2 规定。使用旋转试样台的定量物质的 X 射线衍射积分强度(积分值)定为 2 000 次以上。也可以通过能够与表 A.2 装置保持同等检出精度的装置来测试。

表 A.2 粉末 X 射线衍射仪的定量分析条件

设定项目	测试条件
X 线对阴极	铜(Cu)
管电压/kV	40
管电流/mA	30~40
单色化(K_{β} 线的去除)	Ni 过滤网或石墨单色器
扫描速度	连续扫描/(°/min)
	跳跃扫描
	1/8~1/16
	0.02°×10 s~0.02°×20 s
时间常数/s	1
发散狭缝/(°)	1
散射狭缝/(°)	1
受光狭缝/mm	0.3
扫描范围(2θ)/(°)	包括定量衍射线前后 2°~3°左右

附 录 B
(规范性附录)
偏光显微镜的规格

测定制品中是否含有石棉所用的偏光显微镜的规格如下：

- a) 备有透射照明光源(卤素 100 W 以上),聚光器带有对应相位差及分散物镜的光圈。
- b) 载物台应能安装标准型载玻片一块以上,并能通过移动观察到载玻片的所有位置。
- c) 物镜为分散染色体观察用分散物镜,配有 10 倍(开口数 0.25)及 40 倍(开口数 0.75)镜头。
- d) 物镜转换器应能同时装上 c)所规定的物镜。
- e) 目镜应配有 10 倍或 15 倍镜头,并且配有计数用的目镜计数器(如果是双目镜显微镜,只要其中一个目镜有目镜计数器即可)。

附 录 C (规范性附录)

石棉相关基础标准吸收修正法

- C.1 在装好预定的滤网的状态下,先测好基底标准金属板(锌:Zn)的衍射线强度 I_{Zn}^0 。
- C.2 对于载有堆积了 0.05 mg~5 mg 石棉的标准曲线用滤网的锌标准板,同样需测量锌(Zn)和定量物质的二个衍射线强度 I_{Zn} 和 I_m 。
- C.3 装有收集了 0.05 mg~5 mg 石棉的标准曲线用过滤器的锌标准板的衍射线强度 I_{Zn} ,比只装有滤网时有所减少。求出减少率 $T(=I_{Zn}/I_{Zn}^0)$,根据公式(C.1)算出修正系数 K_f 。

$$K_f = \frac{-R_\theta \ln T}{1 - T^{R_\theta}} \quad \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

R_θ ——锌板的衍射角($\sin\theta_{Zn}$)与定量物质的衍射角($\sin\theta_m$)的比($R_\theta = \sin\theta_{Zn}/\sin\theta_m$)。

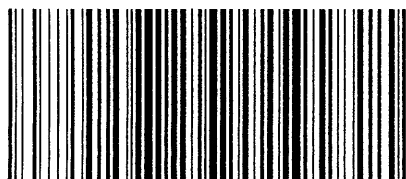
- C.4 堆积有 0.05 mg~5 mg 石棉的标准曲线用滤网的衍射线强度 I 根据公式(C.2)算出。

$$I = I_m \times K_f \quad \dots\dots\dots (C.2)$$

式中:

I_m ——定量物质的衍射强度。

- C.5 以 0.05 mg~5 mg 的标准曲线石棉量作为横轴,各衍射线强度 I 为纵轴绘制标准曲线。



GB/T 23263-2009

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-37084

定价: 21.00 元