



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103076348 A

(43) 申请公布日 2013. 05. 01

(21) 申请号 201210592315. 0

(22) 申请日 2012. 12. 29

(71) 申请人 上海华碧检测技术有限公司
地址 200433 上海市杨浦区国定东路 200 号
4 号楼 105 室

(72) 发明人 李静学 颜景林 郑海鹏

(51) Int. Cl.
G01N 23/20 (2006. 01)

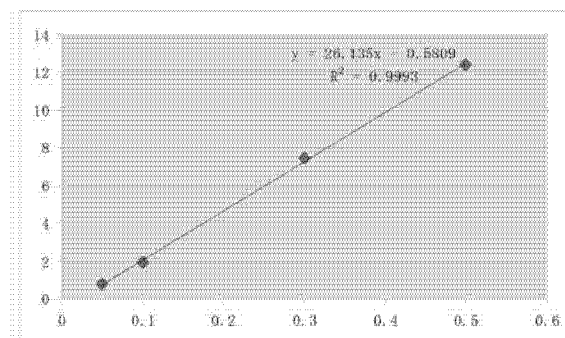
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54) 发明名称

一种样品中石棉含量的检测方法

(57) 摘要

本发明提供了一种样品中石棉含量的检测方法,本发明方法属于石棉检测领域,本发明方法通过使用石棉标准品,加入异丙醇后制成标准液,分别取不同量的标准液,通过 XRD 测出锌基板及石棉衍射强度,对衍射峰强度进行校正,得到标准曲线和标准曲线函数,再根据 XRD 测出的待测样品特征峰值计算出待测样品石棉的含量。本发明方法操作简便、分析精度高、准确度高,改善了基底效应的影响,检测限低,极大地提高了石棉检测的适用范围。



1. 一种样品中石棉含量的检测方法,其特征在于:该方法包括以下步骤:

A、称取一定量石棉标准品,放入研钵中,加入少量异丙醇并进行研磨,研磨后将研钵中的溶剂及石棉全部转移至烧杯中,加入异丙醇,制成溶液,再用超声波振荡器充分分散,最后转移到容量瓶中定容,作为母液;

B、用移液管分别移取 5mL、10mL、30mL、50mL 的母液,用装有玻璃纤维滤膜的量筒式抽滤装置分别进行抽滤,抽滤后滤膜沉积物作为标准曲线试样;

C、将制备好的各个标准曲线试样固定在 X 射线衍射仪样品台上,测量锌基板及石棉衍射峰强度,按公式 $I=I_x*f$ 校正衍射峰强度,并绘制标准曲线,得到标准曲线函数关系,其中

$$f = \frac{-R \ln T}{1 - T^R} \quad T = I_{Zn} / I_{Zn}^0, \quad R = \sin \theta_{Zn} / \sin \theta_x; \quad I_{Zn}^0 \text{ 为承载无试样滤膜的锌基板衍射峰强度, } I_{Zn}$$

和 I_x 分别为承载试样后滤膜的锌基板的衍射峰强度和试样衍射峰强度;

D、称取适量待测样品,放入三角烧瓶中,加入异丙醇,制成待测溶液,用超声波振荡器分散,直至分散均匀,用装有玻璃纤维滤膜的量筒式抽滤装置抽滤,将抽滤后滤膜沉积物烘干后作为 XRD 分析试样;

E、根据 XRD 分析试样测得的特征峰,通过得到的标准曲线函数计算出样品中的石棉含量。

2. 根据权利要求 1 所述的一种样品中石棉含量的检测方法,其特征在于:所述步骤 B 和步骤 E 中的玻璃纤维滤膜为直径 25mm、孔径 0.45um 的玻璃纤维滤膜。

一种样品中石棉含量的检测方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种样品中石棉含量的检测方法。

背景技术

[0002] 石棉是 6 种具有商业用途天然纤维矿物的总称。石棉是指具有高抗张强度、高挠性、耐化学和热侵蚀、电绝缘和具有可纺性的矿物产品。石棉由纤维束组成,而纤维束又由很长很细的能相互分离的纤维组成。石棉可分为蛇纹石石棉(温石棉)和角闪石石棉(铁石棉、青石棉、透闪石石棉、阳起石石棉及直闪石石棉)两类。

[0003] 石棉很早就用于织布,中国周代已能用石棉纤维制作织物,因沾污后经火烧即洁白如新,故有火浣布或火浣布之称。石棉具有高度耐火性、电绝缘性和绝热性,是重要的防火、绝缘和保温材料。目前石棉制品或含有石棉的制品有近 3000 种,主要用于机械传动、制动以及保温、防火、隔热、防腐、隔音、绝缘等方面,其中较为重要的是汽车、化工、电器设备、建筑业等制造行业。

[0004] 石棉可以分解成非常细的纤维,释放后,长时间漂浮于空气中,被吸入的石棉常年积聚在人体内。人体长期暴露于石棉下可以导致以下疾病:肺癌,胸膜癌或腹膜癌,石棉沉着病(肺部石棉纤维结疤)、胃癌、直肠癌,口腔癌,喉癌等。因此,许多国家选择了全面禁止使用这种危险性物质,其他一些国家正在审视石棉的危险。

[0005] 目前,国内外常采用 K 值法和全谱拟合法对石棉进行检测,此类检测方法的样品用量少,快速有效。但是基底效应严重,灵敏度不高,检出限差,只能满足石棉在 1% 以上含量的检测。因此如何降低石棉检测的基底效应的影响,提高灵敏度,降低检测限成为石棉检测领域亟待解决的问题。

发明内容

[0006] 为解决现有石棉检测方法基底效应影响大,灵敏度低,检测限高的问题,本发明提供以下技术方案:

[0007] 一种样品中石棉含量的检测方法,该方法包括以下步骤:

[0008] A、称取一定量石棉标准品,放入研钵中,加入少量异丙醇并进行研磨,研磨后将研钵中的溶剂及石棉全部转移至烧杯中,加入异丙醇,制成溶液,再用超声波振荡器充分分散,最后转移到容量瓶中定容,作为母液;

[0009] B、用移液管分别移取 5mL、10mL、30mL、50mL 的母液,用装有玻璃纤维滤膜的量筒式抽滤装置分别进行抽滤,抽滤后滤膜沉积物作为标准曲线试样;

[0010] C、将制备好的各个标准曲线试样固定在 X 射线衍射仪样品台上,测量锌基板及石棉衍射峰强度,按公式 $I = I_x * f$ 校正衍射峰强度,并绘制标准曲线,得到标准曲线函数关系,

其中 $f = \frac{-R \ln T}{1 - T^R}$, $T = I_{Zn} / I_{Zn}^0$, $R = \sin \theta_{Zn} / \sin \theta_x$; I_{Zn}^0 为承载无试样滤膜的锌基板衍射峰强度, I_{Zn} 和 I_x 分别为承载试样后滤膜的锌基板的衍射峰强度和试样衍射峰强度;

[0011] D、称取适量待测样品，放入三角烧瓶中，加入异丙醇，制成待测溶液，用超声波振荡器分散，直至分散均匀，用装有玻璃纤维滤膜的量筒式抽滤装置抽滤，将抽滤后滤膜沉积物烘干后作为 XRD 分析试样；

[0012] E、根据 XRD 分析试样测得的特征峰，通过得到的标准曲线函数计算出样品中的石棉含量。

[0013] 作为本发明的一种优选方案，所述步骤 B 和步骤 E 中的玻璃纤维滤膜为直径 25mm、孔径 0.45um 的玻璃纤维滤膜。

[0014] 本发明有如下优点：本发明方法操作简便、分析精度高、准确度好，改善了基底效应的影响，检测限低，极大地提高了石棉检测的适用范围。

附图说明

[0015] 图 1 本发明方法得到的标准曲线函数。

具体实施方式

[0016] 下面对该工艺实施例作详细阐述，以使本发明的优点和特征能更易于被本领域技术人员理解，从而对本发明的保护范围作出更为清楚明确的界定。

[0017] 本实施例对某样品中的石棉含量进行检测，具体步骤如下：

[0018] A、称取 10mg 温石棉标准品，放入玛瑙研钵中，加入少量异丙醇并进行研磨，研磨后将研钵中的溶剂及温石棉全部转移至烧杯中，加入 100mL 异丙醇，制成溶液，再用超声波振荡器充分分散，最后转移到 1L 容量瓶中定容，作为母液；

[0019] B、用移液管分别移取 5mL、10mL、30mL、50mL 的母液，用装有直径 25mm、孔径 0.45um 玻璃纤维滤膜的量筒式抽滤装置分别进行抽滤，抽滤后滤膜沉积物作为标准曲线试样；

[0020] C、将制备好的各个标准曲线试样固定在 X 射线衍射仪样品台上，测量锌基板及

温石棉衍射峰强度，按公式 $I = I_x * f$ 校正衍射峰强度，其中 $f = \frac{-R \ln T}{1 - T^R}$ ， $T = I_{zn} / I_{zn}^0$ ， $R = \sin \theta_{zn} / \sin \theta_x$ ； I_{zn}^0 为承载无试样滤膜的锌基板衍射峰强度， I_{zn} 和 I_x 分别为承载试样后滤膜的锌基板的衍射峰强度和试样衍射峰强度，并绘制标准曲线，得到如附图 1 所示曲线，并得到标准曲线函数关系为 $y = 26.135x - 0.5809$ ，相关系数为： $R^2 = 0.9993$ ；

[0021] D、称取 100mg 待测温样品，放入三角烧瓶中，加入 100mL 异丙醇，制成待测溶液，用超声波振荡器分散，直至分散均匀，用装有直径 25mm、孔径 0.45um 的玻璃纤维滤膜的量筒式抽滤装置抽滤，将抽滤后滤膜沉积物烘干后作为 XRD 分析试样；

[0022] E、取六份 XRD 分析实验，分别测得特征峰，通过得到的标准曲线函数计算出其温石棉含量，得到如下表 1 所示结果：

[0023] 表 1 试样分析结果

[0024]

编号	1	2	3	4	5	6	平均值	相对标准偏差
温石棉(%)	3.21	3.11	3.13	3.16	3.18	3.21	3.28	1.30%

[0025] 配制温石棉含量为 0.52% 的标准样品，对多组标准样品进行分析，测得结果如表 2 所示：

[0026] 表 2 标准样品分析结果

[0027]

试样编号	标准值(%)	分析结果
S1	0.52	049
S2	0.52	0.53
S3	0.52	0.51

[0028] 以上数据表明,本发明方法测得的石棉含量结果精密度高、准确度高,完全满足常规测试的要求。

[0029] 以上所述,仅为本发明的具体实施方式之一,但本发明的保护范围并不局限于此,任何熟悉本领域的技术人员在本发明所揭露的技术范围内,可不经创造性劳动想到的变化或替换,都应涵盖在本发明的保护范围之内。因此,本发明的保护范围应该以权利要求书所限定的保护范围为准。

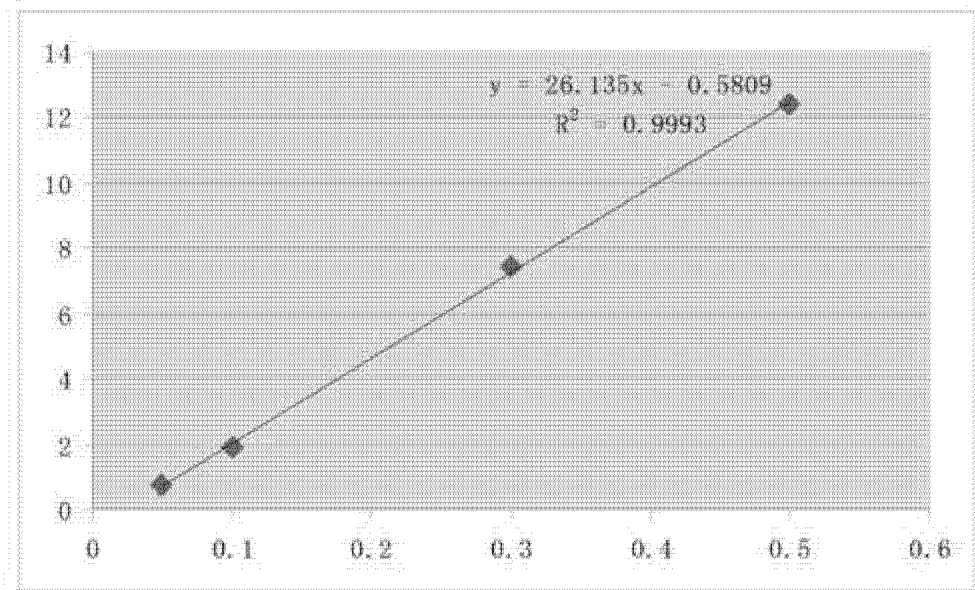


图 1