岛津 XRD 定量检测汽车制品中石棉

XRD-044

摘要： 国标《GB/T 23263-2018 制品中石棉含量测定方法》明确规定，对经确认含有石棉的制品，要利用 X 射线衍射仪进一步对石棉含量进行测定。岛津 X 射线衍射仪开发有石棉专用环境样品台及内嵌“基底标准吸收修正法”运算程序的专业数据处理软件，可有效应对制品中石棉的含量测定。本文以某经确认含有温石棉的刹车片样品，利用岛津 X 射线衍射仪，通过对样品抽滤富集，利用岛津石棉定量专用软件，可一键给出滤膜上石棉的质量。

关键词： 汽车制品　石棉　定性　XRD　岛津

随着人们生活水平的不断提升，私家车逐渐进入千家万户。汽车在带给人们便利出行的同时，其零部件中可能潜藏的健康危害物质也逐渐引起重视。近年来，因汽车零部件中被发现含有微量石棉，导致大规模召回的新闻事件屡见报端。

由于石棉纤维具有耐摩擦和耐高温的特性，因此石棉材料曾普遍用于刹车片、离合器盘等汽车摩擦部件上。石棉还具有保温、隔热等特性，加之价格低廉，在汽缸垫片、排气管垫片等密封材料以及汽车门板、汽车底板中都有其身影。石棉已被医学界证实是一级致癌物质，鉴于石棉潜藏的危害，国内外汽车生产厂家对于石棉检测的要求日趋严格。

针对摩擦材料、密封材料、保温材料等工业制品中石棉检测，国标《GB 23263-2018 制品中石棉含量测定方法》明确规定，联合使用 X 射线衍射仪（XRD）及偏光显微镜（PLM）对制品中是否含有石棉及石棉种类进行定性分析，对经确认含有石棉的制品，要利用 X 射线衍射仪进一步对石棉含量进行测定。

矿物相 X 射线特征衍射峰的强度与物相的含量直接相关，但由于基体吸收的影响，某一待测相的衍射峰强度并不随该物相的重量线性增加。

岛津 X 射线衍射仪配置有石棉专用分析附件及相应的数据处理软件，通过对样品抽滤富集，并利用工作曲线法，可有效应对制品中石棉的含量测定。

实验部分

1.1 仪器

岛津 XRD-7000 型 X 射线衍射仪

1.2 分析条件

表 1　XRD 测试参数

仪器	：	XRD-7000	发散狭缝	：	1°
激发源	：	CuKα, λ=0.15406 nm	防散射狭缝	：	1°
单色化	：	石墨单色器	接收狭缝	：	0.3 mm
管压 / 管流	：	40 kV / 30 mA	步长 / 时间	：	0.02° / 10 s
扫描模式	：	步进扫描 θ/2θ（Step-scan）	角度范围	：	10-70°

结果讨论

2.1 制品中石棉 XRD 定量测试存在的问题

矿物相 X 射线特征衍射峰的强度与物相的含量直接相关，但由于基体吸收的影响，某一待测相的衍射峰强度并不随该物相的重量线性增加。基于石棉耐高温、耐酸碱等特性，可通过对样品进行灰化、研磨、酸洗、抽滤等手段来去除石棉之外的基体物质，进而减少基体吸收效应对线性的影响。

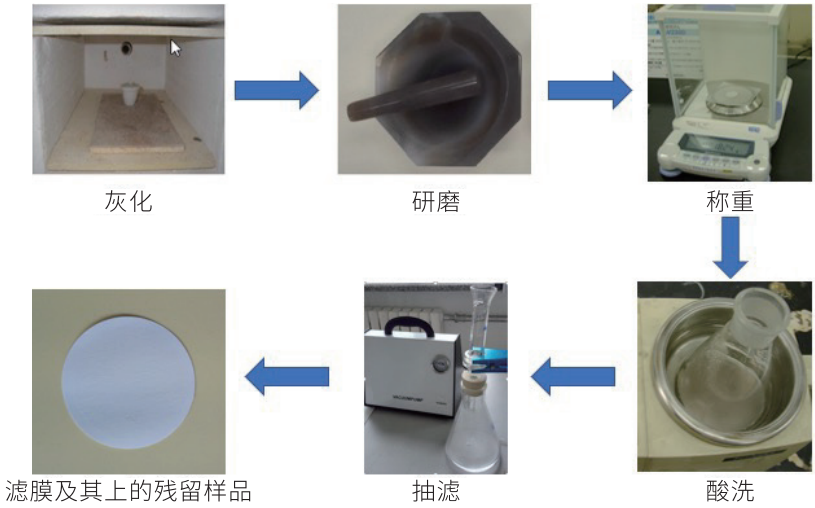

图 1　样品前处理流程图

通过抽滤法将样品中石棉富集到滤膜上，但残留于滤膜上的石棉薄层并非“无限厚”，直接测得的石棉衍射峰强度与质量之间仍不呈线性关系。

2.2 岛津应对方案

岛津 X 射线衍射仪开发有基于“基底标准吸收修正法”的石棉专用测试附件及相应的数据处理软件，可有效解决上述问题。

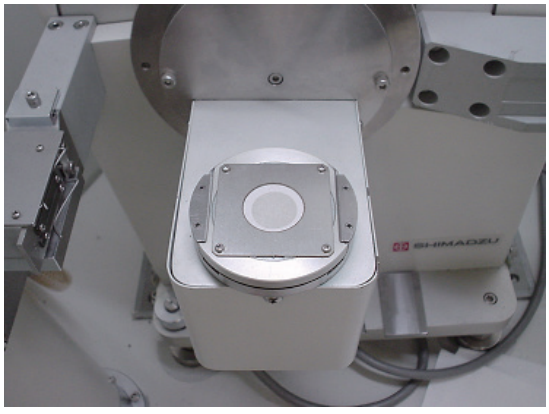

图 2　岛津 XRD 环境样品台

滤膜上的石棉薄层并非“无限厚”，X 射线可穿透石棉薄层及滤膜，置于滤膜底部的锌基板亦会发生衍射效应。滤膜上的石棉质量不同，厚度不一，对 Zn 的衍射信号的吸收程度也必然不同。基板上的石棉层越厚，Zn 衍射峰强度越低，因此，可利用 Zn 衍射峰强度的变化，计算出修正因子 Kf，来修正石棉层厚度对石棉衍射峰强度的影响（详见 GB/T 23263-2009 附录 C）。图 3 对比显示，经过修正后的衍射强度，与质量之间呈现出良好的线性关系。

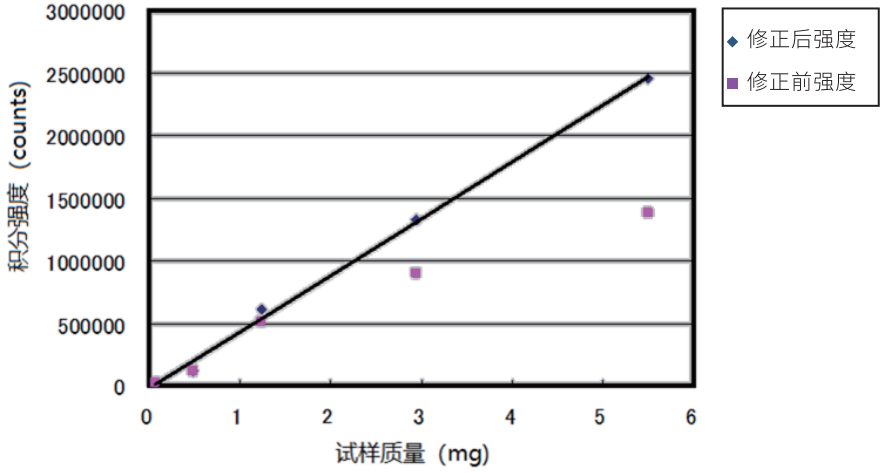

图 3　修正前后衍射强度与质量关系的对比图

2.3 定量分析示例

以温石棉为例，利用抽滤法，将不同质量的温石棉，均匀的分散到滤膜上，并利用岛津 X 射线衍射仪专用附件进行测试；

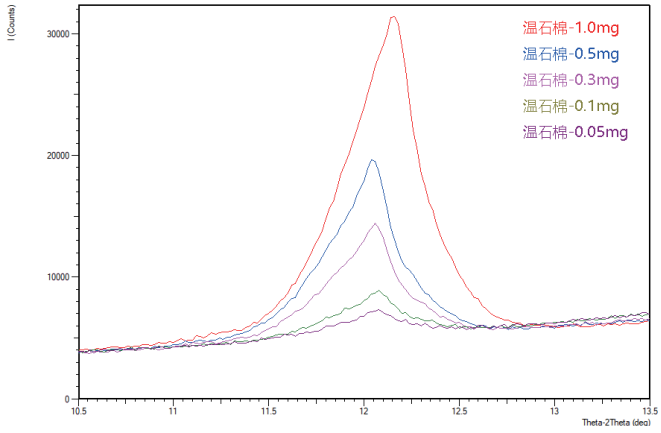

图 4　不同质量温石棉实测衍射谱图叠加

通过岛津基于“标准基底吸收修正法”的专业软件进行强度修正，即可建立工作曲线，如图 5 所示，线性良好;

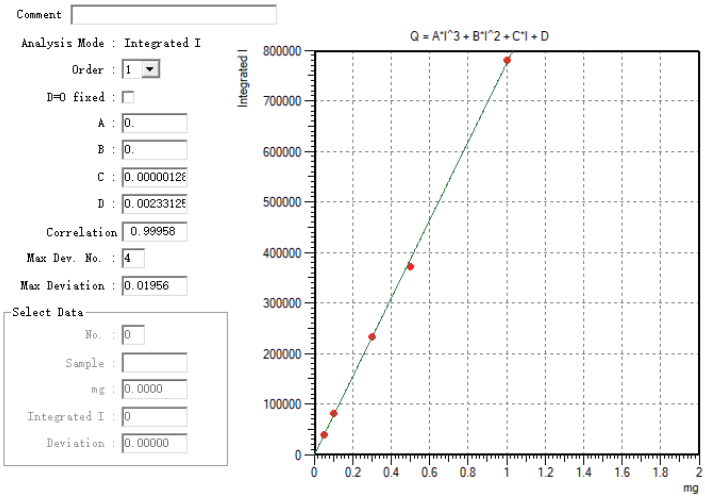

图 5　温石棉工作曲线

对某经确认含有温石棉的刹车片样品，利用前述方法抽滤至滤膜，测得衍射谱图后，利用岛津石棉定量专用软件，调用温石棉工作曲线，即可一键给出滤膜上石棉的质量（图 6 红色方框标示）。

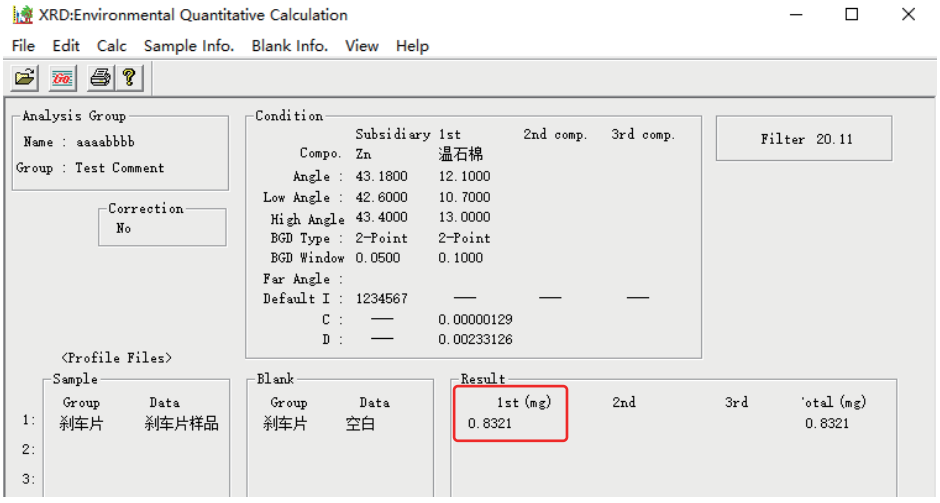

图 6　岛津石棉定量数据处理软件界面

结论

针对制品中石棉含量测定，岛津 X 射线衍射仪开发有石棉专用环境样品台及内嵌“标准基底吸收修正”运算程序的专业数据处理软件，本文以某经定性确认含有温石棉的刹车片样品，利用岛津 X 射线衍射仪，通过对样品抽滤富集，利用岛津石棉定量专用软件，调用温石棉工作曲线，即可一键给出滤膜上石棉的质量。