

岛津 XRD 定性检测汽车制品中石棉典型两例

XRD-043

摘要：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，目前国内各大汽车生产厂家对制品中石棉检测的要求日趋严格。本文以送检的两组典型刹车片样品为例，利用岛津 X 射线衍射仪进行了测试，通过样品衍射谱图与纯石棉特征衍射谱图的叠加比对，即快速的确认了其中一组样品中含有温石棉；对于组分复杂、存在谱峰重叠干扰的第二组样品，通过对照 ICDD-PDF 卡片库进行全谱物相鉴定，确认了该样品疑似温石棉特征峰是高岭石的特征峰而非温石棉。类似的思路及步骤，可供业内人士借鉴参考。

关键词：汽车制品 石棉 定性 XRD 岛津

石棉，是天然的纤维状硅酸盐类矿物质的总称，具有耐摩擦和耐高温的特性，可以满足制动衬片及离合器盘和衬垫的工况要求，加之其价格低廉，因此石棉材料曾普遍用于制动衬片、垫片、密封材料、隔热垫等汽车部件上。

石棉已被医学界证实是一级致癌物质，研究发现，极其微小的石棉元纤维能在大气和水中悬浮数月之久，而一旦被吸入到人肺中，经过 20 到 40 年的潜伏期，很容易导致肺部纤维化，并进而诱发恶性肿瘤。

鉴于石棉潜藏的危害，目前国内绝大部分汽车生产厂家已淘汰了石棉工艺，对于石棉检测的要求日趋严格，各个车企会结合自身的要求整理出相关的检测标准作为零部件供应商的准入条件之一。但石棉常与其它矿物伴生，如滑石、云母和白云石等，汽车零部件生产过程中会使用矿物填料，仍存在引入石棉的隐患。

矿物晶体都具有其特征衍射谱图，当样品中含有多种物相时，其衍射谱图是各物质自身特征衍射谱图的机械叠加；作为天然硅酸盐矿物，石棉也具有其特征衍射谱图，因此，可利用 X 射线衍射仪（XRD）对制品中是否含有石棉进行鉴定。

通常，可通过样品衍射谱图与纯石棉的特征衍射谱图叠加比对，或依据石棉的几个特征衍射峰出峰角度，即可简单、快速对制品中是否含有石棉进行判定；但当样品中组分复杂时，可能会带来谱峰重叠干扰的问题，譬如，绿泥石、高岭石、埃洛石等矿物与温石棉出峰情况相近，往往会给实际分析工作带来困扰，甚至造成误判，需要予以注意。

本文以送检的两组典型刹车片样品为例，利用岛津 X 射线衍射仪进行了测试，并对其中是否含有石棉的判定思路进行了展示，相关过程可为业内人士提供借鉴。

■ 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° / 4 s
扫描模式	: 步进扫描 θ/2θ (Step-scan)	角度范围	: 10-70°

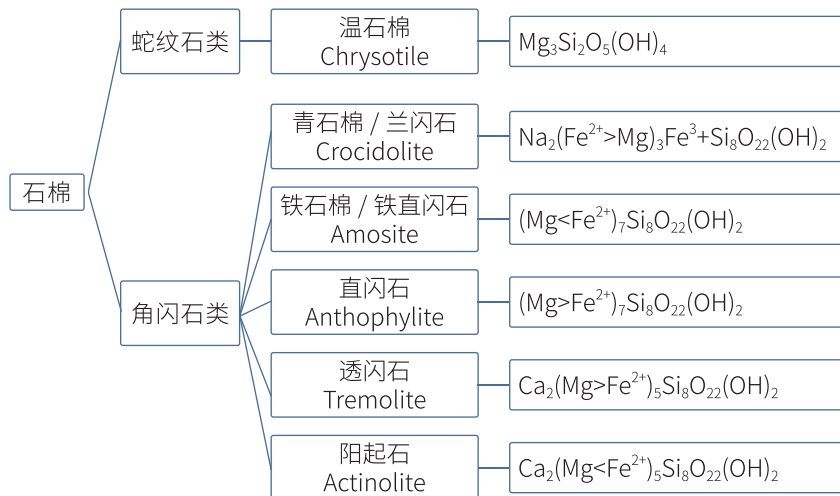
1.3 样品处理

分别将两组刹车片样品破碎并充分研磨后，取适量放于铝样品池，轻轻压平，直接放入 XRD 仪器中测试。

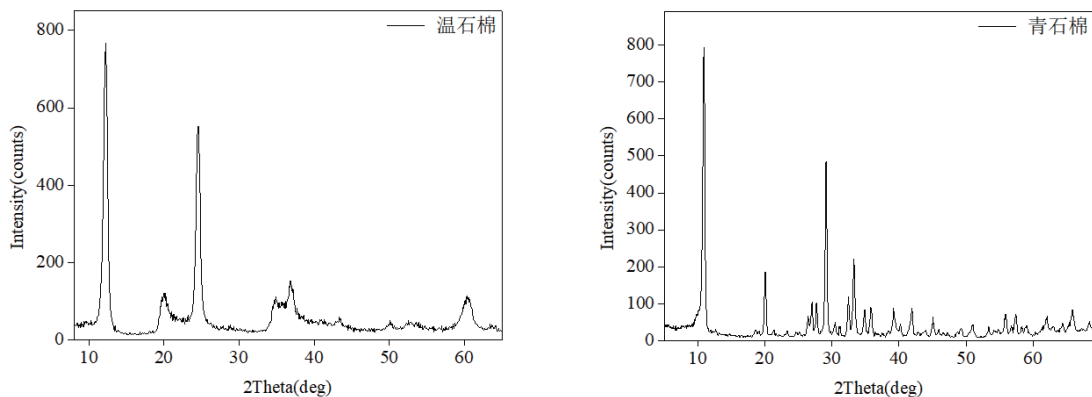
■ 结果讨论

2.1 六大类纯石棉衍射谱图

石棉，是天然的纤维状硅酸盐类矿物质的总称，分为蛇纹石石棉和角闪石石棉两大类，其中蛇纹石石棉又称温石棉，角闪石类石棉由于含有钠、钙、镁和铁成分不同又可分为青石棉、铁石棉、直闪石石棉、透闪石石棉、阳起石石棉等五种。



利用岛津 X 射线衍射仪分别对六大类纯石棉进行测试，测得各类石棉特征谱图见图 1。



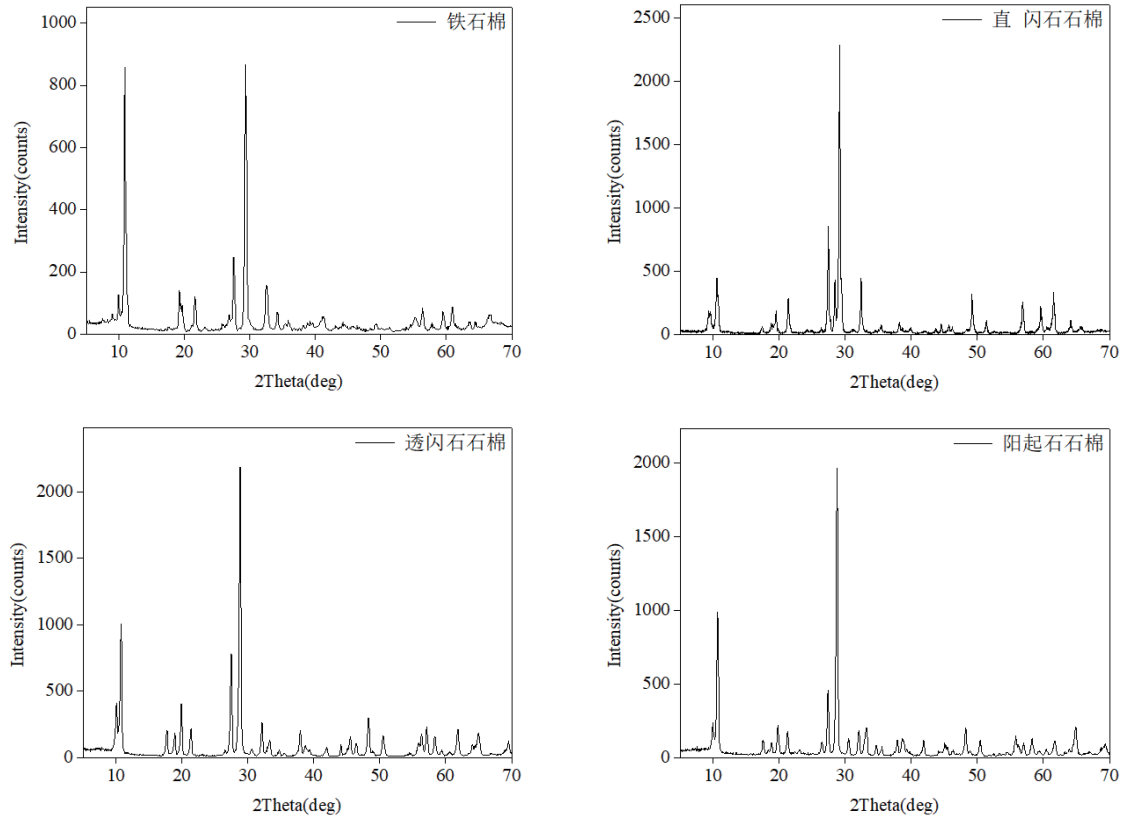


图1 六大类纯石棉特征衍射谱图

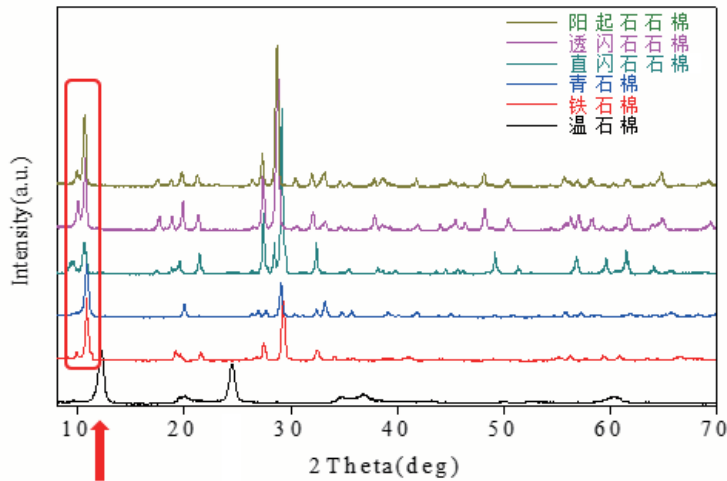


图2 六大类纯石棉特征衍射谱图叠加显示

将六大类纯石棉衍射谱图叠加显示，可见温石棉在 2θ 为 12.05° 附近有较强的衍射峰（见图2红色箭头标示处），铁石棉、青石棉等角闪石类石棉在 2θ 为 10.5° 附近有较强的衍射峰（见图2红色方框标示处）；这几个角度位置，在进行石棉定性分析时，应予以重点关注。

2.2 示例 1- 检出石棉

某待检刹车盘样品，经粉碎、高温灰化、研磨后，取适量粉末置于铝制样品池，轻轻压平后，利用岛津X射线衍射仪进行测试，测得的谱图与温石棉纯品衍射谱图叠加显示，如图3所示。

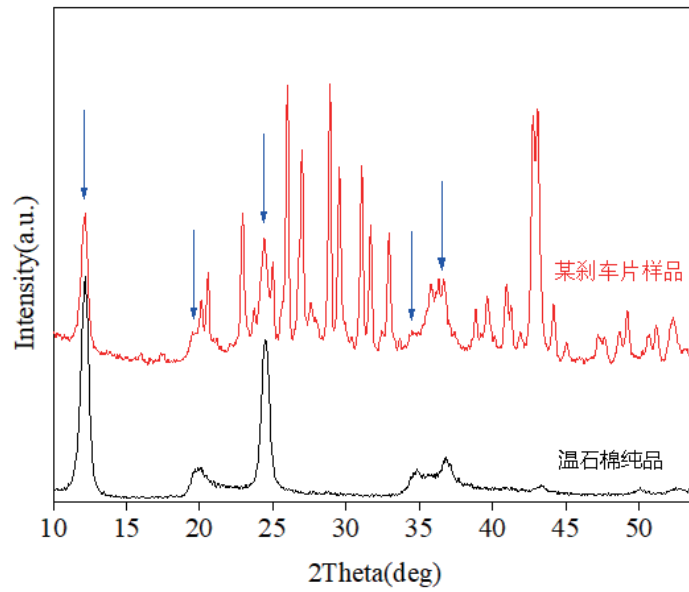


图3 某刹车片样品实测谱图与温石棉纯品衍射谱图叠加

如蓝色箭头标示处，该刹车片样品部分衍射峰的角度位置与温石棉标准品的主要衍射峰一致，说明该样品中含有温石棉。

2.3 示例 2- 不含石棉

同样方法，完成另一组刹车盘样品的谱图测试；如前文所述，首先重点关注 10.5°、12.05°等角度，样品局部精扫衍射谱图见图 4。

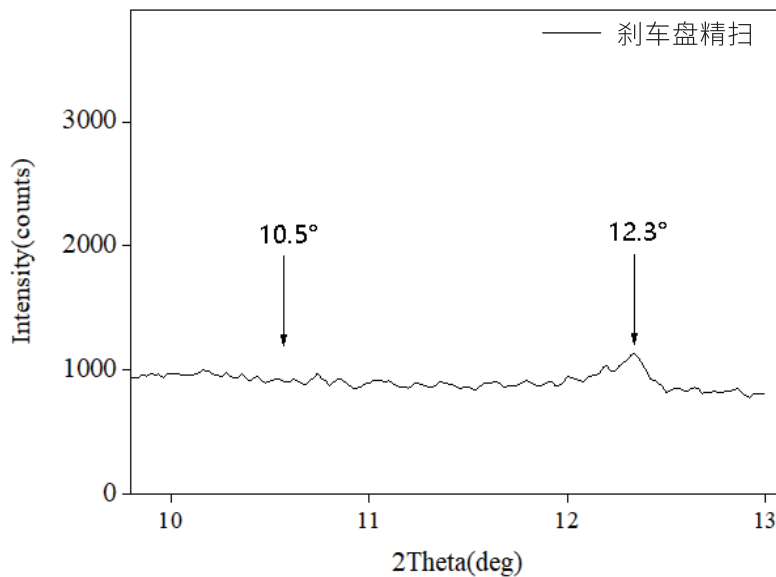


图4 某刹车盘局部精扫衍射谱图

图 4 显示，10.5°附近未出峰，说明样品中不含有五种闪石类石棉；在 12.05°附近也没有明显衍射峰，但在 12.3°处有一小弱峰；那该样品是否含有微量的温石棉？

进一步对样品进行全谱扫描，并对照 ICDD-PDF 卡片库完成物相鉴定，结果见图 5。

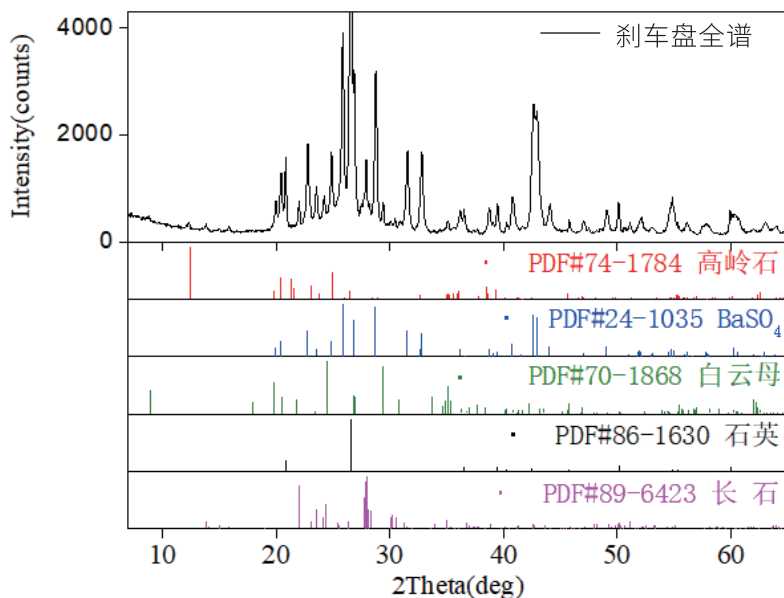


图5 某刹车盘全谱扫描及物相鉴定结果

物相鉴定结果显示，样品中含有 BaSO₄、石英、白云母、长石和高岭石等物相；这些矿物常作为填料加入刹车盘，起到调节摩擦性能的作用。12.3°处小弱峰为高岭石的特征峰（图5红色方框标示），再取三次样品粉末，使用偏光显微镜直接观察，也未找到石棉纤维。判定该样品并不含有石棉。

■ 结论

本文以送检的两组典型刹车片样品为例，利用岛津 X 射线衍射仪进行了测试，通过样品衍射谱图与纯石棉特征衍射谱图的叠加比对，即快速的确认了其中一组样品中含有温石棉；对于组分复杂、存在谱峰重叠干扰的第二组样品，通过对照 ICDD-PDF 卡片库进行全谱物相鉴定，结合偏光显微镜确认了该样品疑似温石棉特征峰是高岭石的特征峰而非温石棉。类似的思路及步骤，可供业内人士借鉴参考。

岛津应用云

