



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2731—2010

非金属矿中石棉的定性方法 X 射线衍射-显微镜观察法

Identification of asbestos in nonmetal minerals—
X-radial diffraction instrument-microscope observation method

2010-11-01 发布

2011-05-01 实施

中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局、中华人民共和国广东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：胡晓静、赵景红、任玉伟、陈新、蒋晓光、盛向军、郑红衣、仇薪越、王琦、曾泽、卢琪、谢琰、聂东锐、钟志光。

本标准为首次发布的出入境检验检疫行业标准。

非金属矿中石棉的定性方法

X 射线衍射-显微镜观察法

1 范围

本标准规定了鉴别非金属矿中石棉矿物和石棉的 X 射线衍射-偏光显微镜(或电子显微镜)观察方法。
本标准适用于天然非金属矿(粉状滑石、天然水镁石、菱镁矿、白云石、膨润土、海藻石、方解石、高岭土、橄榄石、绿泥石等)中石棉(闪石石棉、蛇纹石石棉)的鉴定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 2007.1 散装矿产品取样、制样通则 手工取样方法
JJG 629 多晶 X 射线衍射仪操作规程

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

石棉 asbestos
石棉是一类发育成纤维状的硅酸盐矿物集合体的通称。

3.2

蛇纹石石棉 serpentine, chrysotile
蛇纹石石棉是镁的含水硅酸盐类矿物,主要成分有二氧化硅、氧化镁和结晶水。

3.3

角闪石类石棉 amphibole
角闪石类石棉为含镁铁钠钙的硅酸盐类矿物,包括青石棉(Crocidolite)(亦称蓝石棉或紫石棉)、铁石棉(Actinolite)、直闪石石棉(Anthophyllite)、透闪石石棉(Tremolite)和阳起石石棉(Actinolite)。

4 方法提要

非金属矿(包括粉状滑石、海藻石、天然水镁石、菱镁石、白云石、膨润土、方解石、高岭土、橄榄石、绿泥石等)中石棉的鉴别采用 X 射线衍射测定与偏光显微镜(或电子显微镜)观察相结合的方法进行。首先,用 X 射线衍射仪进行测定,通过晶面间距 d 值、衍射角和衍射峰强度,鉴别是否含有某种石棉矿物。然后,对被拟定为“含有某种石棉矿物”的样品,进行偏光显微镜(或电子显微镜)镜下观察,确认其是否含有石棉。

5 仪器与设备

5.1 X 射线粉末衍射仪。

- 5.2 偏光显微镜或电子显微镜。
- 5.3 玛瑙研钵。
- 5.4 筛子(45 μm)。

6 试样制备

按 GB/T 2007.1 制备试样,试样需研磨全部通过 45 μm 筛子,样品分布要均匀,保存在干燥器中备用。

7 分析步骤

7.1 分析试料片制备

将试样置于玻璃板样品槽中,用玻璃片压实,压力适度,样品表面光滑平坦,压制平滑的试料片用于测定。

7.2 仪器测定条件

本标准采用分段扫描:

第一段扫描范围(2θ): $5^{\circ}\sim 60^{\circ}$,主要用于非金属矿的鉴别,判断该非金属矿的矿物组成和结构。

采样间隔 0.02 s,积分时间 0.1 s,测角仪扫描速度为 $4^{\circ}/\text{min}$,其他测定条件和技术参数应满足附录 A 的技术要求。

第二段扫描范围(2θ): $10.2^{\circ}\sim 10.9^{\circ}$,主要用于闪石石棉矿物的鉴别。

采样间隔 0.02 s,积分时间 0.1s,测角仪扫描速度为 $0.24^{\circ}/\text{min}$,其他测定条件和技术参数应满足附录 A 的技术要求。

第三段扫描范围(2θ): $10^{\circ}\sim 13^{\circ}$ 和 $23^{\circ}\sim 26^{\circ}$,主要用于蛇纹石石棉矿物的鉴别,同时也可用于闪石石棉矿物的进一步确定。

采样间隔 0.02 s,积分时间 0.1 s,测角仪扫描速度为 $0.1^{\circ}/\text{min}$,其他测定条件和技术参数应满足附录 A 的技术要求。

7.3 X-射线衍射测定方法

7.3.1 定性测定

将制好的试料片放入 X 射线衍射仪中,按仪器测定条件,分三段分别对试料片进行扫描,得到分析试样的衍射数据和谱图。将分析试样谱图与相应标准图谱对照,判断矿物种类,同时观察是否在闪石石棉矿物和蛇纹石石棉矿物的特征 2θ 角处出现谱峰,将待测样品的 X 射线衍射数据(2θ 角, d 值等)与石棉矿物的标准 X 射线衍射数据(2θ 角, d 值等)(参见附录 B)对比,鉴别试样中是否含有石棉矿物,同时鉴别试样中石棉矿物的种类。

7.3.2 测定次数

每个试样应该用同样方法制作 5 个试料片,观察 5 次测定数据和谱图的吻合情况,如果存在较大差异,应再增加 5 个试样。

7.3.3 初筛结果判断

如果 X 射线衍射仪图谱在闪石石棉矿或蛇纹石石棉矿特征 2θ 角处出现谱峰,其对应 d 值与石棉

矿物标准 d 值相符,可初步判断存在石棉矿物,同时鉴别石棉矿物的种类。是否含有石棉,需要在偏光显微镜或电子显微镜下进一步观察。

7.4 偏光显微镜鉴定方法

7.4.1 水浸薄片的制备

将少量的试样分散于载玻片上,盖上盖玻片后,用滴管在盖玻片周围滴入少量水,轻轻晃动,使粉体颗粒在盖玻片下分布均匀,厚度适中。重复制备 5 个水浸薄片,待测定。

7.4.2 测定方法

将制好的 5 个水浸薄片测试样品分别放在偏光显微镜载物台上,在正交偏光系统下,从低倍物镜至高倍物镜的顺序观察,只要在一个试样中发现有长纤维状的物体,同一切面干涉色有所不同,且可以看到解理,可确定该样品中存在石棉。

注:若没有偏光显微镜,也可以用电子显微镜通过调整观测倍数观察。如果在测试样品中发现有纤维状物体,且能保证纤维状物体不是人为加工过程混入的棉絮等,也可以初步判定可能含有石棉。

8 结果判定

8.1 如果在 X 射线衍射测定结果中,未出现石棉矿物特征衍射峰和衍射数据,则判定该试样中不含石棉矿物。

8.2 如果在 X 射线衍射测定结果中,出现了某种石棉矿物特征衍射峰和衍射数据(与附录 B 中数据比较),则可判定存在石棉矿物,鉴别石棉矿物的种类。该石棉矿物是否为石棉,需要进一步在偏光显微镜或电子显微镜下观察,如果发现有结晶成纤维状的矿物,则判定该矿物试样含有石棉,如果未发现有纤维状矿物存在,则判定该试样不含有石棉。

附 录 A
(规范性附录)
X 射线衍射仪技术要求和测定条件

A. 1 X 射线衍射仪技术要求

- A. 1. 1 检定方法按 JJG 629 进行。
- A. 1. 2 测角仪测角准确度优于 $0.02^{\circ}(2\theta)$ 。
- A. 1. 3 仪器分辨率优于 60%。
- A. 1. 4 综合稳定率优于 $\pm 1\%$ 。

注：建议使用带有半定量软件的 X 射线衍射仪。本标准半定量测定结果均来自 BRUKER D8 中 evo 半定量分析软件。

A. 2 X 射线衍射仪测定石棉矿物的技术条件

见表 A. 1。

表 A. 1 X 射线衍射仪测定石棉矿物的技术条件 (铜靶, 固体探测器)

工作电压/kV	30~45	接受狭缝/mm	0.1
工作电流/mA	30~60	扫描速度(2θ)/[(°)/min]	0.1~4
发散狭缝/mm	1	采样间隔(2θ)/s	0.02
散射狭缝/mm	1	扫描范围(2θ)/(°)	5~64

附 录 B
(资料性附录)
石棉矿物的标准 X 射线衍射数据

表 B.1 石棉矿物的标准 X 射线衍射特征数据

温石棉(蛇纹石石棉)			铁石棉		
$2\theta/^{\circ}$	d/nm	I/cps	$2\theta/^{\circ}$	d/nm	I/cps
12.02	0.736 0	100	10.45	0.845 0	60
19.44	0.456 0	25	29.06	0.307 0	100
24.30	0.366 0	50	32.66	0.274 0	100
36.64	0.245 1	30	34.32	0.261 0	80
60.40	0.153 1	30	36.18	0.248 0	80
分子式	$\text{Mg}_{12}\text{Si}_8\text{O}_{20}(\text{OH})_{18}$		分子式	$\text{Fe}_7\text{Si}_8\text{O}_{22}(\text{OH})_2$	
青石棉			直闪石石棉		
$2\theta/^{\circ}$	d/nm	I/cps	$2\theta/^{\circ}$	d/nm	I/cps
10.62	0.833 0	10	9.72	0.910 0	8
19.88	0.446 0	6	10.70	0.826 0	9
28.96	0.308 0	10	27.60	0.323 0	7
33.18	0.269 8	8	29.36	0.304 0	10
65.74	0.141 9	6	56.82	0.161 9	6
分子式	$\text{Na}_2\text{Fe}_5\text{Si}_8\text{O}_{22}(\text{OH})_2$		分子式	$(\text{Mg}\cdot\text{Fe}^{2+})_7\text{Si}_8\text{O}_{22}(\text{OH})_2$	
透闪石石棉			阳起石石棉		
$2\theta/^{\circ}$	d/nm	I/cps	$2\theta/^{\circ}$	d/nm	I/cps
10.52	0.840 0	10	10.52	0.840 0	8
28.68	0.311 0	9	28.48	0.313 0	10
33.12	0.270 3	8	33.28	0.269 0	9
64.72	0.143 9	7	37.76	0.238 0	7
94.48	0.104 9	6	64.86	0.143 8	8
分子式	$\text{Ca}_2\text{Mg}_5\text{Si}_8\text{O}_{22}(\text{OH})_2$		分子式	$\text{Ca}_2\text{Mg}_5\text{Si}_8\text{O}_{22}(\text{OH})_2$	

注：2θ 为衍射角，d 为晶面间距，I 为衍射峰相对强度。

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
非金属矿中石棉的定性方法
X 射线衍射-显微镜观察法
SN/T 2731—2010

*

中国标准出版社出版
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

*

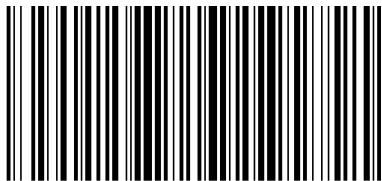
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字

2011年3月第一版 2011年3月第一次印刷

印数 1—1 600

*

书号: 155066 • 2-21717 定价 16.00 元



SN/T 2731-2010