



中华人民共和国国家标准

GB/T 35097—2018

微束分析 扫描电镜-能谱法 环境空气中石棉等无机纤维状颗粒 计数浓度的测定

**Microbeam analysis—Scanning electron microscopy with energy dispersive
X-ray spectrometry—Determination of numerical concentration of
inorganic fibrous particles in ambient air**

(ISO 14966:2002, Ambient air—Determination of numerical concentration of
inorganic fibrous particles—Scanning electron microscopyp method, MOD)

2018-05-14 发布

2019-04-01 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	I
引言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 分析原理	3
5 仪器和材料	3
6 样品采集和保存	4
7 样品分析	5
8 结果计算	13
9 测量结果不确定度	14
10 分析结果发布	15
附录 A (资料性附录) 多样品分析结果的合并计算	16
附录 B (资料性附录) 空气采样数据记录表示例	17
附录 C (规范性附录) 扫描电镜和能谱仪的调节与校准	18
附录 D (资料性附录) 扫描电镜样品分析纤维计数记录格式示例	19
附录 E (资料性附录) 试样滤膜上纤维密度函数的纤维计数泊松分布及变动性	20
附录 F (资料性附录) 检测报告示例	23

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 14966:2002《环境空气 无机纤维状颗粒计数浓度的测定 扫描电镜法》。

本标准与 ISO 14966:2002《环境空气 无机纤维状颗粒计数浓度的测定 扫描电镜法》(英文版)的主要技术性差异及其原因如下:

- 根据中文表达习惯,为突出本标准主要目标分析物,在原标题“无机纤维”前,增加了“石棉等”三个字;
- 原标准在多处解释方法检出限。中文版将这部分内容和原“方法性能”一章中相关内容精简合并纳入到第 1 章“范围”,并在第 1 章增加了浓度测定范围等内容;
- 删去了参考文献,增加了“规范性引用文件”一章;
- 删去了“术语和定义中”的若干与检测方法关联不太紧密的词条,并将词条重新排序;
- 根据实际操作经验,在标准正文中简化了样品采集和采样膜预处理步骤,删去了核孔膜先行镀金和等离子灰化相关内容;
- 删去了原附录 A 和附录 C 内容,将采样记录表示例和检测报告示例从标准正文中移到附录,对附录重新进行了排序;
- 将原“方法性能”一章中测量不确定度内容单独设为第 9 章“测量不确定度”。为便于读者理解,增加了具体计算方法和解释性内容。

本标准由全国微束标准化技术委员会(SAC/TC 38)提出并归口。

本标准起草单位:国家环境分析测试中心。

本标准主要起草人:董树屏、李玉武、殷惠民、任立军、杜祯宇。

引 言

石棉纤维及其他无机纤维以其特有的优良化学物理特性被广泛应用于建筑、绝缘、保温、密封、摩擦材料等领域。目前在某些地区和某些领域,对石棉纤维材料的使用进行了限制。但它仍然广泛存在于人们的生活、生产活动中。研究表明,进入人体内的石棉纤维致癌性几率极大。

石棉等无机纤维进入人体有多种途径,其中通过呼吸进入是最主要的方式。生物学研究表明,石棉纤维致癌性与纤维的长度、直径以及纤维在生物体环境中抗分解的能力相关。一般认为,长度小于 $5\ \mu\text{m}$ 的纤维的潜在致癌性非常低,直径大于 $3\ \mu\text{m}$ 的纤维难以被吸入人体。本标准中将可计数测纤维定义为纤维的长度要超过 $5\ \mu\text{m}$,宽度范围从观察极限到 $3\ \mu\text{m}$,且长宽比大于 $3:1$ 。因此,本方法需要记录所有被测纤维的长度和直径。

根据目前的科学观点,硫酸钙不会对人体造成损害,所以应将这类纤维与其他无机纤维区别开,不包括在最后的結果中。但需要测量硫酸钙纤维计数浓度,因为高浓度的这类纤维使可能存在的石棉纤维结果有负偏差。有些情况下,这些样品甚至应放弃。

对环境空气中石棉等无机纤维浓度进行规范性检测,对于环境空气质量和人们生活环境的评估十分重要。石棉在环境空气中含量很低,只占其中悬浮颗粒物总量的数万分之几至数千分之几,目前一般采用电子显微镜-能谱仪法测定。对于宽度小于 $0.2\ \mu\text{m}$ 的纤维,此方法检测和鉴别结果具有很大的不确定性。可根据采样现场周边已知源或疑似源(如块状建筑材料、保温材料等)的分析结果进行确认,以降低鉴别结果的不确定性。除了纤维区分非常困难的情况,用本方法测得的结果与ISO 10312:1995附录E中利用透射电镜测量纤维的方法测得结果基本一致。

如果采用普通扫描电镜,对于宽度小于 $0.2\ \mu\text{m}$ 的纤维的测定和区分具有局限性。如果采得的样品中宽度小于 $0.2\ \mu\text{m}$ 的纤维占主导地位,建议使用场发射枪扫描电子显微镜或透射电镜方法(按照ISO 10312的要求)进行测量。

微束分析 扫描电镜-能谱法 环境空气中石棉等无机纤维状颗粒 计数浓度的测定

1 范围

本标准规定了利用扫描电镜测量环境空气中石棉等无机纤维状颗粒计数浓度的方法。此方法同时利用 X 射线能谱分析技术(EDX)分析纤维状颗粒的元素组成,并根据此数据区分石棉纤维、硫酸钙纤维和其他无机纤维。

本标准适用于环境空气中石棉等无机纤维状颗粒计数浓度的测定,也适用于建筑物内空气中石棉等无机纤维状颗粒计数浓度的检测。例如含石棉建筑材料拆除更换后,空气中残留石棉纤维状颗粒浓度的测定。

如果检测时未发现纤维(纤维根数为 0),此时其 95%置信区间上限为 2.99 根。如果每平方厘米样品膜上通过 1.0 m³ 空气,用扫描电镜分析这张膜上 1.0 mm² 面积,即通过被分析面积膜的空气体积为 0.010 m³ 时,检出限大约是 300 根/m³ 纤维。

滤膜试样上的纤维状颗粒浓度检测范围大约在 3 根/cm²~200 根/cm²。空气中的浓度值(纤维根数/m³)取决于采样体积,可计算得出。

注 1: 在检出限计算过程中,不用考虑滤膜上纤维本底值。经验证明,与上述检出限相比,未使用过的滤膜本底值可以忽略不计。

注 2: 环境空气中测得的石棉纤维(长度大于 5 μm)浓度一般小于 1 000 根/m³,绝大多数情况下小于 100 根/m³。因此,单次测量的石棉纤维的数量通常很少,所以应根据石棉纤维和其他无机纤维的总量来表示检出限和测量不确定度(见第 9 章)。

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 27025 检测和校准实验室能力的通用要求(GB/T 27025—2008,ISO/IEC 17025:2005,IDT)

HJ/T 194 环境空气质量手工监测技术规范

HJ 618 环境空气 PM_{2.5} 和 PM₁₀ 的测定重量法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

石棉 asbestos

一类硅酸盐矿物,属于蛇纹石或闪石类,具有石棉状的晶型和特性,经碾碎加工,非常容易制成长、细、可弯曲且结实的纤维状物质。

注: 主要石棉类型的美国化学文摘资料来源索引号如下:温石棉(12001-29-5),青石棉(12001-28-4),铁石棉(12172-73-5),直闪石(77536-67-5),透闪石(77536-68-6),阳起石(77536-66-4)。