



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103674982 A

(43) 申请公布日 2014. 03. 26

(21) 申请号 201310669884. 5

(22) 申请日 2013. 12. 10

(71) 申请人 上海市建筑科学研究院(集团)有限公司

地址 200032 上海市徐汇区宛平南路 75 号

(72) 发明人 王琼 杨利香 韩云婷 李彦钊

(74) 专利代理机构 上海申新律师事务所 31272
代理人 竺路玲

(51) Int. Cl.

G01N 23/223 (2006. 01)

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种应用 X 荧光熔融法测定建筑材料中重金属含量的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种应用 X 荧光粉末熔融法测定建筑材料中重金属含量的方法,该方法步骤为:将待测样品 $105 \pm 5^\circ\text{C}$ 烘干至恒重并置于干燥器中冷却至室温备用;待测样品经破碎后全部通过 $45 \mu\text{m}$ 方孔筛,灼烧至恒重;取烧失后的试样加入助熔剂,充分混合,然后加入脱模剂置于高频熔样炉,3-4min 升温至所需温度,铸模,脱模,得熔融片;利用 X 荧光光谱仪分析样品熔融片,计算出建筑材料中重金属的含量。本发明的方法快速准确,降低了检验成本,大大提高了检验效率。

1. 一种应用 X 荧光粉末熔融法测定建筑材料中重金属含量的方法,其特征在于,具体步骤为:

(1) 将待测样品 $105 \pm 5^\circ\text{C}$ 烘干至恒重并置于干燥器中冷却至室温备用;

(2) 待测样品经破碎后全部通过 $45 \mu\text{m}$ 方孔筛,灼烧至恒重;

(3) 取烧失后的试样加入助熔剂,充分混合,然后加入脱模剂置于高频熔样炉,3-4min 升温至所需温度,铸模,脱模,得熔融片;

(4) 利用 X 荧光光谱仪分析样品熔融片,计算出建筑材料中重金属的含量。

2. 根据权利要求 1 所述的方法,其特征在于,步骤 (2) 中灼烧条件为: $950 \pm 25^\circ\text{C}$ 下灼烧 15 ~ 20min。

3. 根据权利要求 2 所述的方法,其特征在于,步骤 (2) 中烧失后的试样和助熔剂的稀释比为 1:10 ~ 1:20。

4. 根据权利要求 1 所述的方法,其特征在于,步骤 (3) 中所述助熔剂为分析纯无水四硼酸锂。

5. 根据权利要求 1 所述的方法,其特征在于,步骤 (3) 中所述脱模剂为溴化锂溶液,按照溴化锂:水 = 1:2 质量比配置。

6. 根据权利要求 1 所述的方法,其特征在于,步骤(4)中利用 X 荧光光谱分析方法绘制标准曲线时,选用与分析试样在化学组成、物理状态、表面结构、颗粒大小相一致的标准样品,并使其 SiO_2 、 CaO 、 Al_2O_3 、 Fe_2O_3 、 MgO 的质量百分数范围尽量覆盖测试样品的质量百分数;测试系列标准物质样品的熔片或压片中每种被测元素的谱线净强度,采用回归分析,在测量得到的 X 射线强度与相应已知的被测元素的质量百分数之间建立回归方程。

一种应用 X 荧光熔融法测定建筑材料中重金属含量的方法

技术领域

[0001] 本发明属建筑材料技术领域,具体涉及采用 X 荧光光谱法测定建筑材料中重金属的含量的方法。

背景技术

[0002] 重金属一般以天然浓度广泛存在于自然界中,但由于人类对重金属的开采、冶炼、加工及商业制造活动日益增多,造成不少重金属如铅、汞、镉、钴等进入大气、水、土壤中,引起严重的环境污染;同时随着人类环保意识的增强,对建筑材料的环保性要求也越来越高,重金属含量超标也成为制约建筑材料应用的重要指标。

[0003] 目前,建筑材料中重金属的检测一般采用土壤中重金属的分析方法,即先将样品消解,再利用 ICP 或者原子吸收分光光度计等进行测定。分析操作烦琐,且实验过程中需排除多种元素的干扰,同时由于建筑材料中多数重金属元素为微量或者痕量,给试验的及时性及准确度带来困扰。

[0004] 因此,如何快速准确的测定建筑材料中重金属的含量已成为目前关注的焦点。

发明内容

[0005] 本发明要解决的技术问题是提供一种分析速度快、操作简便、准确率高的应用 X 荧光熔融制片法测定建筑材料中重金属含量的方法。

[0006] 为解决上述问题,本发明采取以下技术方案:

[0007] 一种应用 X 荧光粉末熔融法测定建筑材料中重金属含量的方法,其特征在于,具体步骤为:

[0008] (1) 将待测样品 $105 \pm 5^\circ\text{C}$ 烘干至恒重并置于干燥器中冷却至室温备用;

[0009] (2) 待测样品经破碎后全部通过 $45 \mu\text{m}$ 方孔筛,灼烧至恒重;

[0010] (3) 取烧失后的试样加入助熔剂,充分混合,然后加入脱模剂置于高频熔样炉,3-4min 升温至所需温度,铸模,脱模,得熔融片;

[0011] (4) 利用 X 荧光光谱仪分析样品熔融片,计算出建筑材料中重金属的含量。

[0012] 步骤 (2) 中灼烧条件为: $950 \pm 25^\circ\text{C}$ 下灼烧 15 ~ 20min。

[0013] 步骤 (2) 中烧失后的试样和助熔剂的稀释比为 1:10 ~ 1:20。

[0014] 步骤 (3) 中所述助熔剂为分析纯无水四硼酸锂。

[0015] 步骤 (3) 中所述脱模剂为溴化锂溶液,按照溴化锂:水 =1:2 质量比配置。

[0016] 步骤 (4) 中利用 X 荧光光谱分析方法绘制标准曲线时,选用与分析试样在化学组成、物理状态、表面结构、颗粒大小相一致的标准样品,并使其 SiO_2 、 CaO 、 Al_2O_3 、 Fe_2O_3 、 MgO 的质量百分数范围尽量覆盖测试样品的质量百分数;测试系列标准物质样品的熔片或压片中每种被测元素的谱线净强度,采用回归分析,在测量得到的 X 射线强度与相应已知的被测元素的质量百分数之间建立回归方程。

[0017] 本方法快速准确,降低了检验成本,大大提高了检验效率。

具体实施方式

[0018] 实施例：

[0019] (1) 采用四分法将通过 4.75mm 筛的样品缩分至 100g, 置于烘箱中于 $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ 下烘干至恒量, 再放置于干燥器中冷却至室温；

[0020] (2) 将烘干试样进行研磨, 使其全部通过孔径为 $45\ \mu\text{m}$ 方孔筛, 充分混匀, 然后将样品放置于已灼烧恒重的瓷坩埚内, 然后置于高温炉在 $(950 \pm 25)^\circ\text{C}$ 下灼烧 15 ~ 20min, 取出坩埚置于干燥器内, 冷却至室温, 称重, 反复灼烧直至恒重；

[0021] (3) 称取灼烧过的试样和助熔剂 (无水四硼酸锂, 分析纯), 精确至 0.0001g, 试样和助熔剂的稀释比为 1:10 ~ 1:20, 充分混合后, 加入 3 滴脱模剂 (溴化锂:水=1:2 质量比溶液), 置于高频熔样炉, 为防止液滴飞溅, 一般 3min 从室温升到所需温度, 按氧化、升温、恒温、摇摆程序全部熔解试样, 得到均匀熔融物；

[0022] (4) 将熔融物倒入铸模中, 排除底部气泡 (若气泡排除不干净, 将影响测量结果的准确性), 熔融物逐渐冷却成玻璃熔片后脱模, 玻璃熔片的分析表面应平滑、无裂缝等缺陷, 否则重新熔片成型；

[0023] (5) 利用 X 荧光光谱仪分析样品熔融片时, 标准曲线绘制时, 标准物质宜选用与分析试样在化学组成、物理状态、表面结构、颗粒大小相一致的标准样品, 并使其 SiO_2 、 CaO 、 Al_2O_3 、 Fe_2O_3 、 MgO 等的质量百分数范围尽量覆盖测试样品的质量百分数；

[0024] (6) 测试系列标准物质样品的熔片或压片中每种被测元素的谱线净强度, 应采用回归分析, 在测量得到的 X 射线强度与相应已知的被测元素的质量百分数之间建立回归方程。必要时, 可对谱线重叠和基体效应的影响进行校正。

[0025] 表 1 和表 2 分别为利用上述方法对自选建筑材料中重金属含量测定结果和自选建筑材料中重金属含量测定重复性试验结果。

[0026] 表 1 自选建筑材料中重金属含量测定 m/m%

[0027]

材料名称	Fe	Mn	Cr	Zn	Cu	Zr	Pt	Pd	Au
材料 1	1.73	0.116	0.0183	0.0142	0.0125	0.0093	0.0058	0.0042	0.0036
材料 2	7.60	0.679	0.209	0.0196	0.0069	/	0.0059	/	/
材料 3	0.384	0.0112	0.0091	0.0043	/	/	/	/	/
材料 4	2.50	0.145	0.0273	0.0173	0.0145	0.0144	0.0056	/	/

[0028] 表 2 自选建筑材料中重金属含量测定重复性试验 m/m%

[0029]

材料名称	Fe	Mn	Cr	Zn	Cu	Zr	Pt	Pd	Au
材料 1	1.726	0.116	0.0183	0.0142	0.0125	0.0093	0.0058	0.0042	0.0036

材料 2	7.55	0.678	0.209	0.0196	0.0069	/	0.0059	/	/
材料 3	0.384	0.0112	0.0091	0.0043	/	/	/	/	/
材料 4	2.496	0.145	0.0273	0.0173	0.0145	0.0144	0.0056	/	/

[0030] 通过以上试验数据（表 1、表 2）表明，本方法利用 X 射线荧光法分析建筑材料中重金属含量的精密度、准确度能够满足日常科研及生产的技术要求。与化学法相比，本方法大大缩短了试样的分析周期，具有操作简便、易于掌握等优点。本方法不仅简化了常规化学方法测定建筑材料中重金属的繁杂的分析过程，降低检验成本，而且大大提高了检验效率，可以及时为科研及建材生产提供重金属含量数据，从而更好的进行科学研究和生产。

[0031] 以上所述为本发明的较佳实施例而已，但本发明不应该局限于该实施例所公开的内容。所以凡是不脱离本发明所公开的原理下完成的等效或修改，都落入本发明保护的范围内。