

JJF

中华人民共和国国家计量技术规范

JJF × × × × - × × × ×

轨道交通客车及动车组地板布中铅、镉有害元素含量测试技术规范

Technical Specification for Testing the Content of Harmful Elements
(Lead and Cadmium) in Floor Coverings of Railway Passenger Cars and
EMUs

(征求意见稿)

× × × × - × × - × × 发布

× × × × - × × - × × 实施

国家市场监督管理总局发布

轨道交通客车及动 车组地板布中铅、 镉等有害元素含量 测试技术规范

Technical Specification
for Testing the Content
of Harmful Elements (Lead
and Cadmium) in Floor
Coverings of Railway
Passenger Cars and EMUs

JJF××××-××××

归口单位：全国铁路专用计量器具计量技术委员会
测试分技术委员会

起草单位：

本规范主要起草人：

参加起草人：

目 录

引 言.....	II
1 范围.....	1
2 引用文件.....	1
3 概述.....	1
4 测试项目.....	1
5 测试条件.....	1
5.1 环境条件.....	1
5.2 试剂与仪器.....	1
6 测试方法.....	3
6.1 电感耦合等离子体发射光谱法.....	3
6.2 X射线荧光光谱快速筛选法.....	4
7 数据处理.....	4
8 测试结果的表达.....	4
附录 A XRF法快速筛选规则.....	6
附录 B 测试记录格式.....	7
附录 C 测试报告内页参考格式.....	8

引 言

JJF 1001-2011《通用计量术语及定义》、JJF 1071-2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》共同构成支撑本规范制修订工作的基础性系列规范。

本规范参考GB 18586-2001《室内装饰装修材料 聚氯乙烯卷材料地板中有害物质限量》、TB/T 3139-2021《机车车辆非金属材料及室内空气有害物质限量》编制。

本规范为首次发布。

轨道交通客车及动车组地板布中铅、镉等有害 元素含量测试技术规范

1 范围

本规范适用于轨道交通客车及动车组地板布中铅、镉的测试。

2 引用文件

本规范引用下列文件：

GB 18586-2001 室内装饰装修材料 聚氯乙烯卷材料地板中有害物质限量

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范；凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本规范。

3 概述

地板布是轨道交通车辆的重要组成部分，作为内装材料铺设于各类车体的地板上，起到美观、防滑和降噪的作用。为了保证地板布的产品性能，其生产过程会添加铅盐或镉盐作为稳定剂。对于可溶性铅、镉的检测要求限值均不超过 $10\text{mg}/\text{m}^2$ 。本规范建立的测试方法主要包括电感耦合等离子体发射光谱法（ICP法）和X射线荧光光谱法（XRF法）。

4 测试项目

测试项目包括地板布种可溶性铅、可溶性镉或铅总量和镉总量。

5 测试条件

5.1 环境条件

环境温度： $(23\pm 5)^\circ\text{C}$ ；相对湿度： $\leq 80\%$ 。

5.2 试剂与仪器

5.2.1 电感耦合等离子体发射光谱法

除非另有说明，在分析中仅使用分析纯的试剂和蒸馏水或相当纯度的水。实验室所用器皿均用稀硝酸浸泡12 h后，用水彻底清洗。

5.2.1.1 通常的实验室设备及电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-AES）。分析元素的光谱线见表1。

表1 元素的分析谱线

元素	波长/nm	元素	波长/nm
Pb	220.351	Cd	226.502

5.2.1.2 硝酸（ ρ 1.42g/mL）。

5.2.1.3 盐酸（ ρ 1.19g/mL）。

5.2.1.4 硝酸（1+1）。

5.2.1.5 盐酸 $c(\text{HCl})=1.0\text{ mol/L}$ 。量取90mL浓盐酸，注入1000 mL水中，摇匀。

5.2.1.6 铅标准贮存溶液，100 $\mu\text{g/mL}$ 。

称取0.1000 g纯铅（铅的质量分数不小于99.95 %）于150 mL烧杯中，加入20 mL硝酸（5.2.1.4），盖上表面皿，低温加热至完全溶解，冷却至室温。移入1000 mL容量瓶中，用去水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含有100 μg 铅。

5.2.1.7 镉标准贮存溶液，100 $\mu\text{g/mL}$ 。

称取0.1000 g纯镉（镉的质量分数不小于99.95 %）于150 mL烧杯中，加入20 mL硝酸（5.2.1.4），盖上表面皿，低温加热至完全溶解，冷却至室温。移入1000 mL容量瓶中，用去水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含有100 μg 镉。

5.2.1.8 铅标准溶液，5 $\mu\text{g/mL}$ 。

移取25mL铅标准贮存溶液（5.2.1.6）于500 mL容量瓶中，加入10 mL硝酸（5.2.1.4），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含5 μg 铅。

5.2.1.9 镉标准溶液，5 $\mu\text{g/mL}$ 。

移取25 mL镉标准贮存溶液（5.2.1.7）于500 mL容量瓶中，加入10 mL硝酸（5.2.1.4），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含5 μg 镉。

5.2.2 X射线荧光光谱快速筛选法

5.2.2.1 X射线荧光光谱仪：包括X射线激发源、可放置样品的测试台、X射线检测器、数据处理器和控制系统，分析条件见表2。

5.2.2.2 分析条件：

X射线管靶材：Rh

积分时间：Live Time 100 s

各元素的分析条件见表2，

表2 各元素分析条件

元素	电压 kV	电流 μ A	主分析线	次分析线	能量 keV	分析范围 keV
铅	50	100	PbLb1	L	12.62	12.38~12.88
镉	50	100	CdKa	/	23.12	22.72~23.52

X射线激发源，带有钨靶、银靶或铑靶的X射线管，功率（可以检测到的能量范围）0keV~40keV，可编程控制，以便选择性地激发样品，简化样品光谱。X射线检测器（检测子系统），具有高灵敏度的充气正比计数器或半导体检测器，将X射线的能量转换为与光子能量相对应的电脉冲装置。滤光片，在某些仪器上需要使用（参照仪器使用说明），用于过滤部分谱线，使激发的谱线更有选择性。仪器可以满足以下表2条件的任何X射线荧光光谱仪均可使用。

6 测试方法

自生产之日起在仓储条件下放置7 d后进行试验。试验所用试样均应在距样品边缘至少50 mm处裁取。

6.1 电感耦合等离子体发射光谱法

6.1.1 试样的制备

使干净的卷材地板布处于平展状态，沿产品宽度方向均匀裁取10 mm×100 mm的长方形试样2块，再将其分别分为10 mm×10 mm10块，分别加入25 mL1 mol/L盐酸溶液，浸泡24 h后，用去离子水定容至50 mL将浸泡液过滤，待测。同时制备空白溶液。

[来源：GB 18586-2001，5.4.3]

6.1.2 校准曲线溶液的制备

分别移取铅标准溶液（5.2.1.8）、镉标准溶液（5.2.1.8）各 0 mL，1.0 mL，2.0 mL，5.0 mL，10.0 mL于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，配成含铅、镉量为0 μ g/mL，0.05 μ g/mL，0.10 μ g/mL，0.25 μ g/mL，0.50 μ g/mL的标准溶液。

6.1.3 测定

启动电感耦合等离子体发射光谱仪，并在测量前至少预热0.5h，按照仪器操作说明使仪器最优化。由低到高测定校准曲线溶液中待测元素的发射光强度。分别以待测元素的浓度为横坐标、分析谱线强度为纵坐标，绘制校准曲线。

测定试样溶液中待测元素的发射光强度，计算机自动由校准曲线计算出待测元素的浓度，以 $\mu\text{g/mL}$ 表示。

6.2 X射线荧光光谱快速筛选法

6.2.1 测试样品制备

用剪刀或刀片将地板布样品，剪切成15 mm*15 mm的样块，使其足够覆盖准直器激发孔径，并保证表面平整、洁净。标准样品和分析样品应在同一条件下制备。

6.2.2 校准曲线的制备

根据仪器操作手册，参照表2参数，建立分析条件。只要有可能，仪器应该连续运转以保持最佳的稳定性。在停机后重新启动仪器，应对仪器进行X光管的老化和初始化。用能量检查样品对仪器进行能量检查，检查峰的出现位置、半峰宽和峰的强度有无变化。

在选定的工作条件下，测定一系列标准样品，原则上使用5个以上的标准样品，测定分析元素的谱线强度，进行基体校正和共存元素校正后，绘制分析元素的谱线强度与含量的关系曲线作为工作曲线，使用该工作曲线，测量样品中的元素含量。

6.2.3 试样测试

将制备好的样品，置于X射线光路中进行测定，样品中被测元素的原子受到高能辐射激发而引起内层电子的跃迁，同时发射出具有一定能量的X射线，利用具有一定能量分辨率的检测器测试样品被测元素所发射出的各种能量特征的X射线。如果检测器在一次测定中不能分辨所有待测元素，则可以通过增加一级和二级滤光片的方法提高元素的选择性，依次或者同时进行试样中各元素的测定。在测定过程中对光谱重叠所产生的荧光强度进行校正。将被测元素的强度信号和工作曲线进行对比，从而获得待测元素的定性和定量结果。当元素含量较低且无干扰时，可选某区间特定谱峰净面积方式获取强度。当目标元素存在干扰时，尽量扣除干扰峰的影响。

7 数据处理

7.1 可溶性铅、镉（ICP法）

试样中重金属含量以 x_1 表示，单位用 mg/m^2 表示，按照公式（1）计算：

$$x_1 = \frac{(a_1 - a_0) \times V}{1000 \times S} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

x_1 ——试样中重金属含量， mg/m^2 ；

a_1 ——在校准曲线上查得的浸泡液重金属元素含量， $\mu\text{g/mL}$ ；

a_0 ——在校准曲线上查得的空白液重金属元素含量， $\mu\text{g/mL}$ ；

V ——浸泡液的定容体积， mL ；

S ——试样的面积， m^2 。

7.2 快速筛选铅、镉总量（XRF法）

根据分析线的相对强度，从工作曲线上求出分析元素的含量。检测结果通过仪器软件计算得到，以 mg/kg 表示，测试结果保留3位有效数字，各元素测量结果小数点的数字保留位数与方法检出限保持一致。快速筛选限值及判定规则见附录A。

注：

- 1 如果分析报告所有元素的测试结果都低于筛选合格限，可判定样品合格，无需进一步用其他方法验证确认。
- 2 如果分析报告部分或全部元素的测试结果高于筛选合格限，则样品需进一步用其他方法验证确认。
- 3 对于非均质样品或与制作工作曲线的标准物质或参考样品形态差异很大的样品，测试结果都需要进一步采取其他方法验证确认，再给出符合性评价。

8 测试结果表达

试验报告应包括下列内容：

——识别样品、实验室和试验日期所需的全部资料；

——所使用的标准；

——结果及其表示；

——测试中发现的异常现象；

——分析条件、主要设备信息；

——对结果可能已产生影响的本标准未作规定的各种操作或任选的操作。

测试记录和测试报告内页参考格式见附录B、附录C。

附录 A

XRF法快速筛选限值的制定

运用 GB18586 (GF-AAS) 法测定铅、镉溶出量，XRF 法测试铅、镉总量，其工作曲线建立的地板布标准曲线，对铅、镉总量和溶出量的相关性进行分析，铅、镉总量和溶出量呈线性相关。将 TB/T 3139-2021 规定的铺地材料限值 10 mg/m^2 代入线性方程换算得到对应的 EDX 铅、镉总量限值，分别为铅 $\leq 73.53 \text{ mg/kg}$ 、镉 $\leq 71.17 \text{ mg/kg}$ ，为便于对铅、镉进行统一管控，向下取整，将 70 mg/kg 设置为 EDX 铅、镉总量限值。依据 GB/T 26125-2011 附录 D 规定，以 30 % 的安全余量作为筛选过程的“处置界限”。最终确定筛选规则为 $P \leq (49-3\sigma) < X$ ，其中 P 为合格，X 为不确定， σ 为分析结果的标准偏差。

根据筛选规则对轨道交通地板布中铅、镉溶出量进行筛选，结果有两种情况。

合格（P）——如果总量测定结果低于设定的最低限，则溶出量结果为合格；

不确定（X）——如果总量测定结果大于设定的最低限，则溶出量结果为不确定，需用本次建立的电感耦合等离子体法（ICP法）或GB 18586（GF-AAS）法进行确认。

附录 B

测试记录格式

编号：

委托单位		报告编号				
样品状态		检测日期				
仪器设备		仪器编号				
检测方法						
环境条件	温度： ℃ 湿度： %RH					
检 测 项 目						
序号	试验项目	试 验 结 果				备注
		1	2	平均值	筛选结果	
1	铅总量， mg/kg					N.D.=未检出 方法检出限=
	镉总量 mg/kg					
2	可溶性铅 mg/m ²	$x_1 = \frac{(a_1 - a_0) \times V}{1000 \times S}$				N.D.=未检出 方法检出限=
			单位	1	2	
		a ₁	μg/mL			
		a ₀	μg/mL			
		V	mL			
		S	m ²			
		x ₁	mg/m ²			
2	可溶性铅 mg/m ²	$x_1 = \frac{(a_1 - a_0) \times V}{1000 \times S}$				N.D.=未检出 方法检出限=
			单位	1	2	
		a ₁	μg/mL			
		a ₀	μg/mL			
		V	mL			
		S	m ²			
		x ₁	mg/m ²			
主检				校核		

附录 C

测试报告内页参考格式

C.1 测试报告内页格式

1. 可溶性铅、镉（ICP法）

产品名称		型号规格	
		样品状态	
委托单位			
收样日期	年 月 日	检测日期	年 月 日
主要仪器设备		检测环境	温度 ℃ 湿度 %
检测方法		判定依据	
测试结果 (mg/m ²)	可溶性铅		
	可溶性镉		
扩展不确定度 U=			

2. 快速筛选铅、镉总量（XRF法）

产品名称		型号规格	
		样品状态	
委托单位			
收样日期	年 月 日	检测日期	年 月 日
主要仪器设备		检测环境	温度 ℃ 湿度 %
检测方法		判定依据	
测试结果 mg/kg	铅		
	镉		
扩展不确定度 U=			