

试验报告

为验证 《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》规定的试验方法和技术指标是否可行，大纲起草小组在中车青岛四方机车车辆股份有限公司对地板布中铅、镉有害元素含量测试进行了现场试验，对其试验数据进行了分析。

1 环境条件

环境温度：22℃ 湿度：50 %。

2 试验试剂及对象

铅标准贮存溶液，100 $\mu\text{g/mL}$ ；

镉标准贮存溶液，100 $\mu\text{g/mL}$ ；

地板布标准片。采用与地板布生产厂家合作方式，在现有地板布配方的基础上加入目标元素，制备地板布标准片，其中目标铅元素采用加入硬脂酸铅的方式制备，目标镉元素采用加入硬脂酸镉的方式制备，共制备5款不同浓度梯度的橡胶地板布标准片。

3 主要仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES)、能量色散X射线荧光光谱仪(EDX)

4 规范中相应的试验方法

ICP-OES法：配置浓度分别为铅、镉量为0 $\mu\text{g/mL}$ ，0.05 $\mu\text{g/mL}$ ，0.10 $\mu\text{g/mL}$ ，0.25 $\mu\text{g/mL}$ ，0.50 $\mu\text{g/mL}$ 的标准溶液，对铅、镉混合标准溶液进行测定，以质量浓度(x)为横坐标，光谱强度(y)为纵坐标绘制标准工作曲线。

EDX快速筛选法：将定值好的5款地板布标准片上机进行测试，分别以铅、镉总含量标准值为横坐标，荧光测试强度为纵坐标，绘制标准工作曲线。

5 试验结果

5.1 ICP-OES 法分析可溶性铅、镉溶方法验证

5.1.1 ICP-OES法线性方程及检出限

对铅、镉混合标准溶液进行测定，以质量浓度(x)为横坐标，光谱强度(y)为纵坐标绘制标准工作曲线，依据IUPAC定义计算得出方法检出限，对空白溶液进行11次测定，其3倍标准偏差为方法检出限。铅、镉元素的线性范围、线性回归方程、线性相关系数和检出限见表1。由表1可知，各元素质量浓度在(0~0.5) mg/L内线性良好，相关系数均达到0.999，铅检出限为0.0050mg/L(0.25 mg/m^2)，镉检出限为0.0014mg/L(0.07 mg/m^2)，结果表明该法具有良好的线性关系和高灵敏度，满足轨道交通地板布中有害物质限量的测试要求。

表1 线性范围、线性方程和检出限

元素	线性范围 (mg/L)	线性方程	相关系数	检出限 (mg/L)	检出限 (mg/m ²)
Pb	0~0.50	$y = 2446x - 4.09$	0.999	0.005	0.25
Cd	0~0.50	$y = 27639x - 17.74$	0.999	0.0014	0.07

5.1.2 ICP-OES 法精密度与加标回收试验

称取7份已知可溶性铅、镉浓度为0的样品，按规范对样品进行前处理，加入0.6mL浓度为10mg/L的铅、镉储备溶液，铅、镉加标理论浓度均为0.120mg/L，计算7个样品的相对标准偏差（n=7）得到本方法的精密度，用其平均值计算回收率，样品测定结果的相对标准偏差（n=7）及平均加标回收率见表2。由表2可知，铅的相对标准偏差（RSD）为4.55%，镉的相对标准偏差（RSD）为5.03%，均小于10%。加标回收率在98.33%~100.83%之间，在标准要求的80%~120%范围内。结果表明该法精密度好，准确度高。

表2 精密度和加标回收试验结果（n=7）

元素	加标1 (mg/L)	加标2 (mg/L)	加标3 (mg/L)	加标4 (mg/L)	加标5 (mg/L)	加标6 (mg/L)	加标7 (mg/L)	平均值 (mg/L)	RSD (%)	回收率 (%)
Pb	0.114	0.115	0.112	0.116	0.124	0.126	0.121	0.118	4.55	98.33
Cd	0.115	0.115	0.117	0.118	0.125	0.131	0.124	0.121	5.03	100.83

5.2 EDX 快速筛选法方法验证

5.2.1 有值样品验证

为验证EDX快速筛选的适用性，设计如下独立试验进行验证，筛选地板布铅、镉有值样品，用EDX测总量，同时用ICP-OES和GF-AAS测定溶出量，根据判定规则进行分析确认。理论预测结果参照公式 $C = K \cdot S$ ，通过相关性曲线斜率与铅、镉元素浓度计算。其中C为铅、镉溶出量；K为铅、镉总量和溶出量线性相关的直线斜率；S为实际测试过程中地板布的铅、镉总量。具体结果见表3。

表3 铅、镉溶出量预测结果与有值样品实测结果对比

元素	斜率	EDX总量 (mg/kg)	ICP-OES溶出量 (mg/m ²)		AAS溶出量 (mg/m ²)	
			预测值	实测值	预测值	实测值
Pb	0.1360	65.7	8.94	7.82	8.94	7.74
Cd	0.1405	45.7	6.42	5.96	6.42	6.26

由表3可知，各元素理论预测结果与实际测试结果相对误差在2.49%~13.42%之间，平均相对误差为8.90%，说明预测结果与实际测试结果吻合性良好，理论预测准确度较高。

6 规范可行性结论

通过本实验，《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》规定的方法，对地板布中可溶性铅镉（ICP法）及铅镉总量（EDX法）进行了试验，其所有分项的试验结果均能满足规定的要求，说明规范的试验方法和计量技术指标是科学合理并切实可行的。