

火焰原子吸收光谱法测定汽车聚丙烯材料中的铅镉

谭飞, 柳厚斌, 周萍, 卓越, 周昭露*

(招商局检测车辆技术研究院有限公司, 重庆 400000)

摘要: 本文采用火焰原子吸收光谱法建立了测定汽车聚丙烯材料中铅、镉的分析方法, 铅、镉的线性相关系数(R^2)分别为0.999 4、0.999 5; 方法检出限分别为67.6 mg/kg、5.5 mg/kg、精密度分别为0.8%、0.4%、准确度3.0%、1.0%。使用建立的测试方法测试实际样品, 铅、镉加标回收率为91%~103%, 该法可有效测定聚丙烯材料中铅镉的含量, 能够满足检测要求。

关键词: 火焰原子吸收光谱法; 汽车聚丙烯材料; 铅; 镉

中图分类号: O657.31 文献标识码: A 文章编号: 1009-8143(2026)01-0055-04

Doi: 10.3969/j.issn.1009-8143.2026.01.11

Flame Atomic Absorption Spectrometry for the Determination of Lead and Cadmium in Automotive Polypropylene Materials

Tan Fei, Liu Hou-bin, Zhou Ping, Zhuo Yue, Zhou Zhao-lu*

(China Merchants Testing Vehicle Technology Research Institute Co., Ltd., Chongqing 400000, China)

Abstract: A method for analyzing lead and cadmium in automotive Polypropylene materials was established using flame atomic absorption spectroscopy. The linear correlation coefficients (R^2) of lead and cadmium were 0.999 4 and 0.999 5, respectively; The detection limits of the methods were 67.6 mg/kg and 5.5 mg/kg respectively, the precisions were 0.8% and 0.4% respectively, and the accuracies were 3.0% and 1.0% respectively. The actual samples were tested by the established test method. The recovery rates of lead and cadmium spiked were 91% to 103%. This method can effectively determine the content of lead and cadmium in polypropylene materials and meet the detection requirements.

Key words: Flame atomic absorption spectroscopy; Automotive polypropylene materials; Plumbum; Cadmium

引言

近年来我国汽车工业蓬勃发展, 汽车生产量及保有量均大幅度上升, 因此汽车使用过程中及汽车报废后, 汽车所使用的材料是否含有对生态环境和人体健康产生影响的有害物质, 日益受到消费者及环境监管部门的重视^[1-2]。

汽车是非常复杂的产品, 会使用到各种类型的材料, 如钢铁、铝合金、涂料、纤维、橡胶、聚丙烯材料等^[3-4]。聚丙烯材料因具备优异性能、环境友好、

制造成本低等优势, 在汽车领域被广泛运用, 例如用于制造仪表板、后护板、车门内板、座椅等汽车零部件^[4]。

因受制于目前工艺的发展或成本控制等因素, 在制造过程中, 为了达到预定的使用效果, 而不可避免或人为添加含有重金属的材料, 如使用铜铝合金制造汽车发动机轴瓦产品^[5]; 汽车内饰中的皮革材料, 在鞣制过程中使用含有重金属鞣剂^[6-7]; 塑料涂料着色过程使用含有铬酸铅、锌粉、铝粉等无机颜料^[8-10]。

收稿日期: 2025-01-07

第一作者简介: 谭飞(1994—), 男, 硕士/中级工程师, 主要从事汽车零部件及材料理化性能测试工作。E-mail: cjtanfei@cmhk.com

通讯作者简介: 周昭露(1991—), 女, 硕士/高级工程师, 主要从事汽车整车、零部件及材料化学分析。

E-mail: cjzhouzhaolu@cmhk.com

铅镉等重金属对人体和环境危害较大,直接或间接进入人体,在体内富集将会损坏人体器官,如铅会影响人体免疫功能、造血功能、消化功能等,引发肝肾、肠胃以及脑部疾病;镉会影响肾脏功能,引发骨软化痛^[11-13]。针对重金属使用产生的危害性,国家标准 GB/T 30512-2014《汽车禁用物质要求》明确了汽车产品中铅(Pb)、镉(Cd)、汞(Hg)、六价铬(Cr⁶⁺)四种重金属及其化合物的含量限值及检测方法,其中铅为质量分数 $\leq 0.1\%$,镉为质量分数 $\leq 0.01\%$ 。

根据 CNAS-CL01-G001:2024《检测和校准实验室能力认可准则的应用要求》,检测实验室在引入相关检测方法前,应开展相关方法的验证,以确保实现所需方法性能。本文采用火焰原子吸收光谱法对 QC/T 943-2013《汽车材料中铅、镉的检测方法》中测定汽车聚丙烯材料中的铅、镉含量展开方法验证,建立了铅、镉测试方法并测定了聚丙烯材料的铅镉含量。

1 实验部分

1.1 主要仪器与试剂

原子吸收光谱仪:TAS-990F型,谱析。

电子天平:QUINTIX124-1CN型,赛多利斯。

微波消解仪:MARS6型,CEM。

液氮研磨仪:6770-230型,SPEX Sample Prep。

聚丙烯(PP)材料:编号RMA017a,铅(Pb)774±70 mg/kg,镉(Cd)416±38 mg/kg,东莞市精析标物计量科技有限公司。

铅标准溶液:编号246011,1 000±7 μg/mL,北京(国标)检验认证有限公司。

镉标准溶液:编号245030,1 000±7 μg/mL,北京(国标)检验认证有限公司。

硝酸:GR,重庆川东化工(集团)有限公司。

氢氟酸:AR,成都市科隆化学品有限公司。

过氧化氢:30%,AR,成都市科隆化学品有限公司。

1.2 实验方法

1.2.1 标准工作曲线

使用1.1中铅、镉标准溶液配制的储备液,分别配制0.00、0.50、1.00、2.00、4.00、6.00 μg/mL的铅标准溶液;0.00、0.05、0.10、0.15、0.20、0.25 μg/mL的镉标准溶液。

1.2.2 仪器工作条件

火焰原子吸收光谱法测定铅、镉的仪器工作条件,如表1所示,原子吸收光谱仪的火焰类型为空气-乙炔,光源为空心阴极灯。

表1 仪器工作参数

元素	波长/nm	工作灯电流/ mA	光谱带宽/ nm	负高/V	燃气流量/ (mL/min)	燃烧器高度/ mm	燃烧器位置/ mm
铅	283.31	2.0	0.4	356.5	1 500	8.0	0.0
镉	228.80	2.0	0.4	300.0	1 300	8.0	0.0

1.2.3 样品前处理

称取0.10 g左右(精确至0.000 1g)用液氮研磨仪研磨成粒径不超过0.5 mm的粉末样品,于微波消解罐中,加入5 mL浓硝酸、1.5 mL四氟硼酸溶液、1.5 mL过氧化氢,加标回收率试样需再加入一定量的铅、镉标准储备液,同时加入相同体积的消解溶液,按照相同的消解程序随同试样做空白试验。经微波消解后均定容至50 mL,微波消解仪工作条件,如表2所示。

2 结果与讨论

2.1 标准曲线与回归方程

将1.2.1中配制的铅、镉系列标准工作溶液上机测试,以吸光度(A)为纵坐标,浓度(C)为横坐标,建立回归方程并计算线性相关系数(R^2)。

从表3可知,在线性浓度范围内,铅的线性相关系数(R^2)为0.999 4,镉的线性相关系数(R^2)为0.999 5,标准工作曲线线性较好。

表2 微波消解仪工作参数

功率/W	升温速率/(°C/min)	温度/°C	保持时间/min	降温速率/(°C/min)
1 300	6	175	10	6

表3 线性方程与相关系数(R^2)

元素	线性范围/($\mu\text{g/mL}$)	线性方程	线性相关系数(R^2)
铅	0~6	$A=0.0081C+0.0009$	0.9994
镉	0~0.25	$A=0.1971C+0.0005$	0.9995

2.2 方法检出限测试

平行测试1.2.3中的空白溶液8次,测试结果如表4所示。仪器检出限 $IDL=t_{(n-1,0.99)} \times S$,平行测定次数 $n=8$ 时, $t_{(n-1,0.99)}=2.998$;方法检出限 $MDL=IDL \times V/M$,定容体积 V 为50 mL,样品质量 M 为0.1087 g。经计算铅、镉的方法检出限分别为67.6 mg/kg、5.5 mg/kg。

2.3 精密度测试

平行测试6次1.2.3中的样品溶液,结果取平均值,计算精密度(RSD)。从表5可知,经测试铅的精密度为0.8%,镉的精密度为0.4%,满足在重复条件下两次独立测定的精密度 $\leq 10\%$ 的标准要求。

表4 空白溶液平行测试结果

元素	浓度/($\mu\text{g/mL}$)	S /($\mu\text{g/mL}$)	IDL /($\mu\text{g/mL}$)	样品质量/g	MDL /(mg/kg)
铅	0.043;0.115;0.115;0.029;0.029;0.155; 0.043;0.043	0.049	0.147	0.1087	67.6
镉	0.014;0.014;0.008;0.002;0.008;0.008; 0.014;0.008	0.004	0.012		5.5

表5 精密度测试结果

元素	样品质量/g	测试结果/(mg/kg)	平均值/(mg/kg)	RSD /%
铅	0.1024	783.2;777.8;777.8;785.2;788.1;771.5	780.6	0.8
镉		415.5;413.1;412.6;414.6;417.0;413.6	414.4	0.4

2.4 准确度测试

选取一种市面上出售的含有铅、镉的聚丙烯材料,按照1.2.3程序进行前处理,平行测试2次,结果取平均值,铅镉含量测试结果见表6。

从表6可知,铅镉含量测试结果分别为965.5 mg/kg、98.4 mg/kg,测试结果位于样品铅、镉含量标示值 $\pm 10\%$ 的扩展不确定范围内,RD分别为3.0%、1.0%,测试准确度较高。

2.5 实际样品及加标回收率测试

分别从前保险杠总成、后保险杠总成上选取一种聚丙烯材料,按照1.2.3程序进行前处理并同时进行加标回收率测试。样品中铅、镉的加标浓度均为100 $\mu\text{g/mL}$,铅、镉加标量分别为0.2 mL、0.1 mL时,实际样品及加标回收率测试结果见表7。

从表7可知,经测试前保险杠总成中铅含量为120.7 mg/kg、后保险杠中镉含量为42.4 mg/kg,方法

表6 准确度测试结果

元素	样品质量/g	测试结果/(mg/kg)	平均含量/(mg/kg)	RD /%	标示值/(mg/kg)
铅	0.1004	963.3;967.6	965.5	3.0	981
镉		97.7;99.1	98.4	1.0	92.3

表7 实际样品及加标回收率测试

样品总成	元素	样品质量/g	加标前/(mg/kg)	加标量/(mg/kg)	加标后/(mg/kg)	回收率/%
前保险杠总成	铅	0.1029	120.7	194.4	301.2	93
	镉		ND	97.2	88.3	91
后保险杠总成	铅	0.1036	ND	193.1	200.6	103
	镉		42.4	96.5	135.7	97

注:ND表示未检出

加标回收率为91%~103%之间,加标回收率良好,能够满足实际样品测试对结果可靠性的要求。

3 结论

本文采用火焰原子吸收光谱法建立了汽车聚丙烯材料中铅、镉的测量方法并测定了含有铅镉的聚丙烯样品。

在方法线性范围内,两种元素线性相关系数(R^2)良好均在0.999以上,两种元素的方法检出限分别为67.6 mg/kg、5.5 mg/kg,精密度分别为0.8%、0.4%,准确度分别为3.0%、1.0%。

实际样品测试结果表明,两种元素的加标回收率均在90%~110%之间,加标回收率良好。经验证该法可高效、准确地测定汽车聚丙烯材料中的铅镉含量,可为火焰原子吸收光谱法测试汽车聚合物材料铅镉含量的方法开发及测定提供借鉴。

参考文献

- [1] 孟舒. 汽车材料禁用物质存在现状与应对策略[J]. 汽车与新动力, 2023, 6(04): 86-89.
- [2] 杨宁. 报废汽车拆解过程重金属排放特征、危害风险及来源解析[D]. 西南科技大学, 2023.
- [3] 黄瑞丽. 汽车材料的应用及发展研究[J]. 内燃机与配件, 2021, (15): 186-187.
- [4] 蒲又祯, 杨通豪, 杨杰. 聚丙烯材料在汽车零部件上的应用与展望[J]. 塑料科技, 2020, 48(08): 138-141.
- [5] 王祺. 铜铝合金轴瓦材料的连续浇铸工艺及组织性能研究[D]. 北京有色金属研究总院, 2020.
- [6] 陈勇, 李跃东, 朱中举, 等. 微波消解-ICP-OES法测定汽车内饰件中8种重金属[J]. 当代化工, 2021, 50(06): 1509-1512.
- [7] 杨剑. 皮革企业环境污染成因及治理研究[J]. 中国皮革, 2023, 52(11): 22-27.
- [8] 胡娜. 塑料着色过程中颜料分散性对着色质量的影响研究[D]. 北京化工大学, 2019.
- [9] 万日坚, 卢家俊, 李晓增, 等. 微波与电热板消解-ICP-OES法测定汽车涂料中的总铅含量[J]. 浙江化工, 2024, 55(07): 50-54.
- [10] 谷圣军, 董前年, 赵传鹏, 等. 不同包覆处理的铝颜料性能及其对水性汽车涂料附着力的影响研究[J]. 现代涂料与涂装, 2023, 26(06): 18-20+26.
- [11] 窦红宾, 郭唯. 重金属污染及其对水土的危害[J]. 生态经济, 2022, 38(11): 5-8.
- [12] Wang F, Emailprotected E, Emailprotected, et al. A Dual Metal-Organic Framework-Based Electrochemical Biosensor for the Capture and Detection of Cancerous Exosomes[J]. ACS Applied Nano Materials, 2023, 6(19): 18614-18622.
- [13] Xiao L, Zhao Y, Chang G, et al. A 3D phytic acid cross-linked high-porous conductive hydrogel integrating g-C3N4 for electrochemical multiplex sensing of heavy metal ions[J]. Analytica chimica acta, 2023.