

ICS 43.100

CCS T26

T/SASJL

吉林省汽车服务工程学会团体标准

T/SASJL 0005-2023

汽车用制动器衬片中铅、镉和总铬的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

Determination of lead, cadmium and total chromium in brake linings
for automobiles—Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2023-11-07 发布

2023-11-07 实施

吉林省汽车服务工程学会发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本标准由吉林省汽车服务工程学会提出并归口。

本标准起草单位：长春工程学院、宿迁学院、吉林省同人检测技术服务有限公司、吉林省产品质量监督检验院、长春市产品质量监督检验院、北方民族大学、奇瑞新能源汽车股份有限公司。

本标准主要起草人：李昱霖、杨乃蒙、朱欣桐、王彦霖、门玉琢、徐学东、于海波、姚雪萍、冀秉魁、吕寅寅、史岩、汤承忠、高嘉淳、刘昊东。

汽车用制动器衬片中铅、镉和总铬的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本标准规定了电感耦合等离子体原子发射光谱法测定汽车用制动器衬片中铅（Pb）、镉（Cd）和总铬（Cr）含量的方法。

本标准适用于汽车用制动器衬片中铅（Pb）、镉（Cd）和总铬（Cr）的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本标准的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本标准。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 23942-2009 化学试剂 电感耦合等离子体原子发射光谱法通则

JC/T 2268 制动摩擦材料中铜及其它元素的测定方法

GB 5085.3 危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别

3 原理

样品经微波消解处理，消解后的溶液用电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定，根据工作曲线确定各元素的含量。

4 试剂与材料

除非另有说明，在分析中仅使用优级纯试剂，试验用水应符合 GB/T 6682 规定的一级水的要求。

4.1 硝酸；

4.2 无绒纸；

4.3 玻璃漏斗；

4.4 定量滤纸；

4.5 水中铅有证标准物质，1000 $\mu\text{g/mL}$ ；

4.6 水中镉有证标准物质，100 $\mu\text{g/mL}$ ；

4.7 水中总铬有证标准物质，1000 $\mu\text{g/mL}$ ；

4.8 铅、镉、总铬标准储备溶液：准确移取浓度为1000 $\mu\text{g/mL}$ 铅标准物质（4.5）、总铬标准物质（4.7）5mL 和浓度为100 $\mu\text{g/mL}$ 镉标准物质（4.6）5mL 于50mL 的容量瓶，用20%硝酸溶液定容，此溶液铅、总铬浓度为100 $\mu\text{g/mL}$ ，镉浓度为10 $\mu\text{g/mL}$ ；

4.9 铅、镉、总铬混合标准工作溶液：准确移取铅、镉、总铬标准储备溶液（4.8）0mL、2mL、4mL、6mL、8mL、10mL 于100mL 的容量瓶，用20%硝酸溶液定容，此溶液铅、总铬浓度为0 $\mu\text{g/mL}$ 、2 $\mu\text{g/mL}$ 、4 $\mu\text{g/mL}$ 、6 $\mu\text{g/mL}$ 、8 $\mu\text{g/mL}$ 、10 $\mu\text{g/mL}$ ，镉浓度为0 $\mu\text{g/mL}$ 、0.2 $\mu\text{g/mL}$ 、0.4 $\mu\text{g/mL}$ 、0.6 $\mu\text{g/mL}$ 、0.8 $\mu\text{g/mL}$ 、1 $\mu\text{g/mL}$ ，现用现配。

5 仪器与设备

- 5.1 台式钻床，配置直径为 3mm 的硬质合金钻头；
- 5.2 分析天平：精度为 0.1mg；
- 5.3 游标卡尺：量程为 0mm-200mm；
- 5.4 电感耦合等离子体原子发射光谱仪（仪器工作条件参见附录）；
- 5.5 微波消解仪，具有可编程控制功能，可对温度、时间（升温时间和保持时间）进行全程监控，具有安全防护机制。

6 样品制备

6.1 采样

6.1.1 清洗

用无绒纸擦拭整个制动器衬片，必要时需反复擦拭，以确保制动器衬片上无任何灰尘和异物，另外，用去离子水冲洗制动器衬片，然后用无绒纸将水吸干。

6.1.2 测量摩擦材料的厚度

没有钢背或蹄铁的制动器衬片只需测量摩擦材料的厚度；

有钢背或蹄铁的制动器衬片可以直接测量摩擦材料的厚度，或者先测量制动器衬片的厚度，然后减去钢背或蹄铁的厚度，以得到摩擦材料厚度。

6.1.3 标记钻头停止点

设置或标记钻头停止点在摩擦材料厚度的一半处。

6.1.4 钻取

钻床主轴转速为 (400 ± 100) rpm。使用直径为 3mm 的硬质合金钻头在距摩擦材料外缘 6mm 以内的整个区域均匀钻孔（钻取深度至标记的钻头停止点），钻取足够的样品（ >5 g）。对于较大的摩擦材料样品，至少每 2cm^2 区域内钻一个孔，以确保取样均匀。下钻速度小于 0.33mm/s ，以钻取均匀一致的样品。

6.2 样品消解

称量混合均匀的样品 0.5g 于消解罐中（精确至 0.1mg），在通风橱中，向消解罐中加入 (10 ± 0.1) mL 硝酸（4.1），待剧烈反应停止后，启动微波消解。设定微波消解程序 5min 内升温至 175°C ，保持 10min。

消解程序结束后，待消解罐冷却至室温，将消解液过滤至 50mL 容量瓶中，超纯水洗涤消解罐和消解盖 3 次，洗液一并过滤至容量瓶中，超纯水定容至刻度。

样品同时称取 3 份进行独立重复试验，同时做空白试验。

7 测定

7.1 绘制标准曲线

在确定的仪器工作条件下，按浓度由低至高依次测定标准工作溶液，绘制标准曲线，各

元素标准曲线的线性相关系数应大于等于 0.999。

7.2 测定样品溶液

将空白溶液和试样溶液分别注入电感耦合等离子体原子发射光谱仪中，测定待测元素分析谱线强度的信号响应值，根据标准曲线得到消解液中待测元素的浓度。

8 结果计算

结果按式（1）计算：

$$X = \frac{(c - c_0) \times V \times n}{m \times 1000 \times 1000} \times 100\% \dots\dots\dots(1)$$

式中：

- X：样品中待测元素的含量，单位为百分含量（%）；
- c：样品试液中待测元素的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；
- c_0 ：空白试液中待测元素的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；
- V：样品溶液的定容体积，单位为毫升（mL）；
- n：试液稀释倍数；
- m：样品质量，单位为克（g）。

测定结果以三个平行样的算术平均值表示，结果保留 2 位有效数字。

9 精密度

在重复条件下，获得的 3 次独立测定结果的相对标准偏差（标准偏差/测量平均值 $\times 100\%$ ）不得大于 20%。

10 检出限

称样量为 0.5g，样品定容体积为 50mL 时，本方法的铅检出限为 0.0040%，镉检出限为 0.0014%，总铬检出限为 0.0036%。

附录 A

(资料性附录)

电感耦合等离子体原子发射光谱仪工作条件

电感耦合等离子体原子发射光谱仪工作条件为：

功率：1300W，冷却气流量：14L/min，雾化器流量：0.8L/min，辅助气流量：0.6L/min，试液提升量：1.0mL/min，分析波长参见表 A.1。

表 A.1 元素参考分析波长

元素	可选用分析波长/nm
Pb	220.353, 261.418, 283.306
Cr	194.227, 253.652
Cd	214.438, 228.802, 226.502

