

## 4.5.1.3 液体色漆

液体色漆中“可溶性”镉的总含量按照第4.5.1.1和第4.5.1.2所得结果之和计算：

$$C_{Ca_3} = C_{Ca_1} + C_{Ca_2} \dots\dots\dots(10)$$

式中： $C_{Ca_3}$ 与3.5.1.3中的相同。

## 4.5.1.4 粉末状色漆

按4.5.1.1所规定的计算方法加以适当修改即可得粉末状色漆中“可溶性”镉的总含量。

## 5 试验报告

试验报告至少应包括下列内容：

- a. 受试产品的类型和名称；
- b. 注明参照本国家标准；
- c. 按 GB 9760第6章分离产品的固体部分所使用的方法(方法 A、B 或 C)；
- d. 萃取所用的溶剂或混合溶剂；
- e. 试验结果以产品的质量百分比表示如下(二者择一)：

液体色漆的颜料部分的“可溶性”镉含量，液体色漆的液体部分镉含量和液体色漆中“可溶性”镉的总含量；

粉末状色漆中“可溶性”镉的总含量；

- f. 试验日期。

## 附加说明：

本标准由全国涂料和颜料标准化技术委员会归口。

本标准由上海市涂料研究所负责起草。

本标准主要起草人熊俊华、柏晓逸。



GB 9758.4-1988

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-25487

定价: 8.00 元



## 中华人民共和国国家标准

GB 9758.4—88

# 色漆和清漆 “可溶性”金属含量的测定

## 第4部分:镉含量的测定 火焰原子吸收光谱法和极谱法

Paints and varnishes—Determination of “soluble” metal content—  
Part 4: Determination of cadmium content—Flame atomic absorption  
spectrometric method and polarographic method

1988-08-26 发布

1989-04-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国  
国家标准  
色漆和清漆 “可溶性”金属含量的测定  
第4部分:镉含量的测定 火焰原子  
吸收光谱法和极谱法  
GB 9758.4—88

\*  
中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045  
网址 www.bzcb.com  
电话:68523946 68517548  
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*  
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 12 千字  
1989年6月第一版 2005年9月第二次印刷

\*  
书号:155066·1-25487 定价 8.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68533533

#### 4.4.1.2 极谱测量

分别将各标准参比溶液(4.4.1.1)转移至极谱池中,先使氮气(4.2.4)通过装有碱溶液(4.2.3)的洗气瓶后,再通过标准溶液以除去每一溶液中的空气。

在电压为 $-0.5\sim-2.5\text{ V}$ ,灵敏度为 $2\times 10^{-8}\text{ A/mm}$ 的条件下电解极谱池中的溶液,半波电势为 $-1.45\sim-1.50\text{ V}$ ,测量波高。

#### 4.4.1.3 标准曲线

以标准参比溶液镉的浓度(以 $\mu\text{g/mL}$ 计)为横坐标,相应的波高减去空白试验溶液波高的值为纵坐标绘制曲线。

注:该标准曲线适用于受试产品的固体部分中“可溶性”镉含量为 $0.015\%\sim 0.15\%(m/m)$ 的产品。当镉含量为 $0.0015\%\sim 0.015\%(m/m)$ 时,极谱法检测不出。

#### 4.4.2 试验溶液

##### 4.4.2.1 液体色漆中的颜料部分和粉末状色漆

按 GB 9760第8.2.3条规定的方法制备溶液。

##### 4.4.2.2 色漆的液体部分

按 GB 9760第9.3条规定的方法制备溶液。

#### 4.4.3 测定

将准确测量过体积的每个试验溶液(4.4.2)分别转移到各烧杯中,以使产生的波高将在标准曲线的范围内。

对每个烧杯中的溶液作如下处理:

加2 mL 硫酸(4.2.1)并蒸发至冒白烟。如果残渣有色,则用过氧化氢(4.2.2)氧化,直至无色。将其转移到25 mL 容量瓶中,加碱溶液(4.2.3)至刻度,并充分摇匀。转移溶液到极谱池中,按4.4.1.2规定,脱去空气、电解和测量波高。

#### 4.5 结果的表示

##### 4.5.1 计算

##### 4.5.1.1 液体色漆的颜料部分

按 GB 9760第8.2.3条所规定方法得到的盐酸萃取物中“可溶性”镉的质量按式(6)计算:

$$m_0 = \frac{a_1 - a_0}{10^6} \cdot \frac{V_1}{V_3} \times 25 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:  $a_0$ 、 $a_1$ 、 $m_0$ 和  $V_1$ 与3.5.1.1中的相同;

$V_3$ ——试验所取盐酸和乙醇萃取液等分试样的体积, mL。

液体色漆的颜料部分“可溶性”镉的含量按式(7)计算:

$$C_{\text{Cd}_1} = m_0 \cdot \frac{10^2}{m_1} \cdot \frac{P}{10^2} = \frac{m_0 \cdot P}{m_1} \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:  $C_{\text{Cd}_1}$ 、 $m_1$ 和  $P$ 与3.5.1.1中的相同。

##### 4.5.1.2 色漆的液体部分

按 GB 9760第9.3条规定方法所得到的溶液(萃取物)中镉的质量按式(8)计算:

$$m_2 = \frac{b_1 - b_0}{10^6} \cdot \frac{V_2}{V_4} \times 25 \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:  $b_0$ 、 $b_1$ 、 $m_2$ 和  $V_2$ 与3.5.1.2中的相同;

$V_4$ ——试验所取溶液的等分试样的体积, mL。

液体色漆的液体部分镉的含量按式(9)计算:

$$C_{\text{Cd}_1} = \frac{m_2}{m_3} \times 10^2 \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:  $C_{\text{Cd}_1}$ 和  $m_3$ 与3.5.1.2中的相同。

- 4.2.1 硫酸:约98%(m/m)(密度 $\rho$ 约为1.84 g/cm<sup>3</sup>)。
- 4.2.2 过氧化氢:约30%(m/m)的溶液。
- 4.2.3 碱溶液:溶解27 g氯化铵和0.05 g明胶于水中,并加入32 mL氨水溶液[约33%(m/m),密度 $\rho$ 约为0.880 g/cm<sup>3</sup>],用水稀释至500 mL,并充分摇匀。
- 4.2.4 氮气:装在钢瓶中。
- 4.2.5 每升含1 g镉的标准储备溶液:有以下两种配制方法:
- 将准确含有1 g镉的一安瓿标准镉溶液,移入1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,并充分摇匀。
  - 准确称取1 g(准确至1 mg)金属镉于1 000 mL容量瓶中,以最少量的浓盐酸(比重约为1.18 g/cm<sup>3</sup>)溶解,用水稀释至刻度,并充分摇匀。  
1 mL此标准储备溶液含1 mg镉。
- 4.2.6 每升含10 mg镉的标准溶液:用移液管吸取10 mL标准储备溶液(4.2.5)于1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,并充分摇匀。此溶液应在使用的当天配制。  
1 mL此标准溶液含10  $\mu$ g镉。

### 4.3 仪器

- 4.3.1 合适的带记录仪的极谱仪。
- 4.3.2 测量电极:滴汞电极。
- 4.3.3 参比电极:铂电极或饱和甘汞电极。
- 4.3.4 辅助电极:钨电极或铂电极。
- 4.3.5 洗气瓶。
- 4.3.6 移液管:具有适当的容量。
- 4.3.7 滴定管:容量为10 mL。
- 4.3.8 容量瓶:容量为25 mL。

### 4.4 操作步骤

#### 4.4.1 标准曲线的绘制

##### 4.4.1.1 标准参比溶液的配制

这些溶液应在使用的当天配制。

由滴定管(4.3.7)分别向7个100 mL烧杯中注入标准镉溶液(4.2.6),其注入体积如表2所示。

表 2

| 标准参比溶液<br>No. | 标准镉溶液(4.2.6)的体积<br>mL | 标准参比溶液中镉的相应浓度<br>$\mu$ g/mL |
|---------------|-----------------------|-----------------------------|
| 0             | 0                     | 0                           |
| 1             | 1.0                   | 0.4                         |
| 2             | 2.0                   | 0.8                         |
| 3             | 4.0                   | 1.6                         |
| 4             | 6.0                   | 2.4                         |
| 5             | 8.0                   | 3.2                         |
| 6             | 10.0                  | 4.0                         |

注:0号为空白试验溶液。

分别对每个烧杯中的溶液作如下处理:

加2 mL硫酸溶液(4.2.1)蒸发至冒白烟,若残渣有色,则用过氧化氢(4.2.2)氧化,直至无色。将硫酸完全蒸发,并将残渣溶解在碱溶液(4.2.3)中,将其转移到25 mL容量瓶中,加碱溶液至刻度,并充分摇匀。

## 中华人民共和国国家标准

# 色漆和清漆 “可溶性”金属含量的测定 第4部分:镉含量的测定 火焰原子 吸收光谱法和极谱法

UDC 667.6  
:667.61

GB 9758.4—88  
ISO 3856.4—1984

Paints and varnishes—Determination of “soluble” metal content—  
Part 4: Determination of cadmium content—Flame atomic absorption  
spectrometric method and polarographic method

本标准等同采用国际标准ISO 3856.4—84《色漆和清漆——“可溶性”金属含量的测定——第4部分:镉含量的测定——火焰原子吸收光谱法和极谱法》。

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了测定色漆和清漆中“可溶性”镉含量的方法。

本标准适用于“可溶性”镉含量约为0.05%~5%(m/m)的色漆。

在有争执情况下,火焰原子吸收光谱法(AAS)(第3章)作为仲裁方法使用。经有关双方商定可使用其他方法。在第4章中给出了极谱法。

### 2 引用标准

GB 6682 实验室用水规格

GB 9760 色漆和清漆 液体或粉末状色漆中酸萃取物的制备

### 3 火焰原子吸收光谱法

#### 3.1 原理

将试验溶液吸入到乙炔/空气火焰中,测量镉空心阴极灯发射的选择谱线,波长在228.3 nm处的吸收。

#### 3.2 试剂和材料

分析时,只能使用分析纯的试剂,并只能使用GB 6682中规定的纯度至少为3级的水。

3.2.1 盐酸: $c(\text{HCl})=0.07 \text{ mol/L}$ ,应与GB 9760中制备试验溶液所使用的盐酸完全相同。

3.2.2 乙炔:装在钢瓶中。

3.2.3 压缩空气(由空气压缩机供给)。

3.2.4 每升含1 g镉的标准储备溶液:有以下两种配制方法:

a. 将准确含有1 g镉的一安瓿标准镉溶液移入1 000 mL容量瓶中,用盐酸溶液(3.2.1)稀释至刻度,并充分摇匀。

b. 称取含有1 g镉(准确至1 mg)的规定纯度的水溶性镉盐于1 000 mL容量瓶中,用盐酸(3.2.1)溶解,并稀释至刻度,充分摇匀。

1 mL此标准储备溶液含1 mg镉。

3.2.5 每升含10 mg镉的标准溶液:用移液管吸取10 mL标准储备液(3.2.4)于1 000 mL容量瓶中,用

中华人民共和国化学工业部1988-07-01批准

1989-04-01实施