ГОСТ Р 50279.1—92
(ИСО 6713—84)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МАТЕРИАЛЫ ЛАКОКРАСОЧНЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ МЕТАЛЛОВ. ПРИГОТОВЛЕНИЕ КИСЛЫХ ЭКСТРАКТОВ ИЗ ЛАКОКРАСОЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ В ЖИДКОЙ ИЛИ ПОРОШКОВОЙ ФОРМАХ

Издание официальное

БЗ 11—92/1141

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МАТЕРИАЛЫ ЛАКОКРАСОЧНЫЕ

Методы определения содержания металлов. Приготовление кислых экстрактов из лакокрасочных материалов в жидкой или порошковой формах

ГОСТ Р 50279.1—92

Paints and varnishes. Test methods of metals content. Preparation of acid extracts from paints in liquid or powder form

(ИСО 6713—84)

ОКСТУ 2310

Дата введения 01.07.93

0. ВВЕДЕНИЕ

Настоящий стандарт следует применять вместе с соответствующей частью ГОСТ Р 50279.3 — ГОСТ Р 50279.9.

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает методы приготовления кислых экстрактов, необходимых в качестве испытуемых растворов для определения содержания «растворенного» металла в лакокрасочных и относящихся к ним материалах в жидкой или порошковой формах.

Кислые экстракты готовят в растворе соляной кислоты с концентрацией 0,07 моль/л, т. к. эта концентрация приближенно соответствует уровню кислотности в желудке.

Настоящий стандарт не следует применять для высушенных или измельченных лакокрасочных пленок (см. ГОСТ Р 50279.2).

МЕРЫ ПРЕДОСТОРОЖНОСТИ:

Методы, приведенные в настоящем стандарте, сложны и поэтому работа с ними должна проводиться лицами, имеющими достаточный опыт работы по этим аналитическим методам. Адекватная точность может быть получена, если будут строго выполняться все тонкости процессов разделения и экстрагирования.

2. ССЫЛКИ

ГОСТ 1770 «Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия».

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1993

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта России

ГОСТ 6709 «Вода дистиллированная. Технические условия».

ГОСТ 9980.2 «Материалы лакокрасочные. Отбор проб для испытаний».

ГОСТ Р 50279.2. «Материалы лакокрасочные. Методы определения содержания металлов. Приготовление кислых экстрактов из высушенных лакокрасочных пленок».

ГОСТ Р 50279.3. «Материалы лакокрасочные. Методы определения содержания металлов. Определение содержания «растворенного» свинца. Метод пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии и спектрофотометрический метод с использованием дитизона».

ГОСТ Р 50279.3 — ГОСТ Р 50279.9 «Материалы лакокрасочные. Методы определения содержания металлов».

3. ОПРЕДЕЛЕНИЯ

3.1. Пигмент — полностью измельченный материал, нерастворимый в выбранном экстрагирующем растворителе (п. 6.2).

3.2. Содержание «растворенного» металла в жидкой краске — содержание металла в пигменте, растворенном в разбавленной кислоте определенной концентрации, плюс общее содержание металла в жидкой части краски.

Примечание. В настоящем стандарте используют раствор соляной кислоты с концентрацией 0,07 моль/л.

3.3. Содержание «растворенного» металла в порошковой краске — содержание металла в краске, растворенной в разбавленной кислоте определенной концентрации (см. примечание к п. 3.2).

4. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

4.1. Разбавляют соответствующим растворителем образец жидкого испытуемого материала, а затем центрифугированием отделяют пигментную часть образца. В зависимости от типа пленкообразующего испытуемого материала для отделения пигмента используют три метода (п. 6.4).

4.2. Экстрагируют раствором соляной кислоты концентрацией 0,07 моль/л отделенный пигмент при соотношении масса пигмента: объем соляной кислоты 1 : 15 в соответствии с п. 8.2, за исключением определения содержания «растворенного» свинца, если общее содержание свинца в краске (п. 8.3.1.5) соответствует или превышает 1% по массе. В этом случае экстрагируют отделенный пигмент по массе при объемном соотношении между содержащим свинец пигментом в образце и соляной кислотой 1 : 1000 в соответствии с п. 8.3.

Примечание. В настоящем стандарте принято, что количество свинца в содержащем свинец пигменте составляет 60% по массе. Это соответствует содержанию свинца в большинстве свинцовых кронов (п. 8.3.2.1).

4.3. Испаряют досуха жидкую часть испытуемого материала, полученного центрифугированием (п. 4.1). Готовят осадок для анализа сухим озолением и экстрагированием золы азотной кислотой.

4.4. Для порошковых красок экстрагирование испытуемого материала проводят по п. 4.2 без предварительного выделения пленкообразующего (разд. 7).

5. ОТБОР ПРОБ

Представительный образец испытуемого продукта отбирают по ГОСТ 9980.2.

6. ОТДЕЛЕНИЕ ПИГМЕНТА ИЗ ОБРАЗЦА ЖИДКОЙ КРАСКИ

6.1. Приготовление испытуемого образца

Образец для испытания исследуют и готовят по ГОСТ 9980.2. При наличии поверхностной пленки ее максимально удаляют. Образец тщательно перемешивают и, в случае необходимости, фильтруют через сито с размером отверстий не менее 150 мкм для удаления всех остатков пленки и других посторонних включений.

6.2. Реактивы

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ!

При выборе растворителей для использования возможно выделение токсичных и других опасных веществ, поэтому необходимо соблюдать соответствующие меры предосторожности.

Выбирают растворитель, который оказывает оптимальное воздействие на выделение пигментов. Выбранный растворитель необходимо зарегистрировать и затем указать в протоколе в соответствии с требованиями ГОСТ Р 50279.3 -ГОСТ Р 50279.9.

Ниже приведен перечень соответствующих растворителей или их смесей.

а) Для органоразбавляемых лакокрасочных материалов, печатных красок и аналогичных продуктов

Метод А:

Смесь толуола и этанола (4+1) для красок естественной сушки.

Смесь ксилола и 1-бутанола (9+1) для красок горячей сушки.

Толуол для хлоркаучуковых красок.

Бутанон [метилэтилкетон (МЭК)] для нитроцеллюлозных материалов.

б) Для эмульсионных красок на основе водных полимерных дисперсий

Метод Б:

Ацетон

1,1,1-трихлорэтан

Тетрагидрофуран

в) Для пластизолей и органозолей на основе поливинилхлорида (ПВХ), его сополимеров и для красок на основе неводных полимерных дисперсий —

Метод В:

Тетрагидрофуран

Циклогексанон

Циклогептанон

6.3. Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование и стеклянная посуда, а также:

6.3.1. Центрифуга лабораторная с пробирками из инертного материала вместимостью 50 или 100 мл. Предпочтительно использовать центрифугу, работающую при относительном центробежном ускорении 100 км/с^2.

6.3.2. Шкаф сушильный вентилируемый, поддерживающий температуру (105±2)°С.

6.3.3. Сосуд стеклянный, закрытый пробкой, вместимостью не менее 2 л.

6.4. Проведение испытания

6.4.1. Метод А

Взвешивают с погрешностью не более 10 мг несколько (см. примечание 1) пробирок для центрифуги. Добавляют 10- 20 г (см. примечание 2) подготовленного образца в каждую пробирку, избегая загрязнения стенок и краев пробирок. Сразу после этого взвешивают пробирки с содержимым с погрешностью не более 10 мг. Приблизительно наполовину заполняют пробирки выбранным растворителем и тщательно перемешивают стеклянной палочкой. Тщательно промывают каждую палочку растворителем, добавляя весь растворитель в соответствующие пробирки. Уравнивают противоположные пробирки по массе с погрешностью не более 0,1 г, добавляя растворитель, и следят за тем, чтобы поддерживался одинаковый рабочий уровень. Центрифугируют до полного разделения на жидкость и пигментный осадок. Сливают отделившуюся жидкость из всех пробирок, входящих в «комплект» (см. примечание 1) в сосуд (п. 6.3.3).

В каждую пробирку добавляют растворитель и тщательно перемешивают, как указано выше, следя за тем, чтобы пигментный осадок был полностью размешан. Повторяют центрифугирование и переливают жидкость в тот же сосуд. Снова добавляют растворитель, центрифугируют и сливают жидкость в третий раз, обращая внимание на то, чтобы пигментный осадок был полностью размешан. Для окончательной обработки пигментного остатка и ускорения сушки вместо выбранного растворителя используют ацетон. Добавляют ацетон и перемешивают, следя за тем, чтобы весь остаток пигмента был размешан. Центрифугируют и пере-

ливают жидкость в закрытый стеклянный сосуд, как было указано ранее. Сосуд с собранными экстрактами сохраняют для проведения испытания по разд. 9.

После того, как убедились, что избыток ацетона испарился, помещают пробирки в сушильный шкаф с температурой (105±2)°С минимум на 3 ч. Затем удаляют из шкафа, переносят в эксикатор, охлаждают до температуры окружающей среды и взвешивают каждую пробирку с содержимым с погрешностью не более 10 мг. Снова помещают пробирки с содержимым в сушильный шкаф минимум на 1 ч, охлаждают в эксикаторе и повторно взвешивают. Повторяют операции нагревания, охлаждения и взвешивания до тех пор, пока результаты двух последовательных взвешиваний не будут отличаться друг от друга не более чем на 10 мг. Рассчитывают содержание пигмента в краске в процентах, по массе лакокрасочного материала.

Проверяют, легко ли можно разломить пигментный осадок, чтобы узнать, полностью ли извлечено пленкообразующее. Если осадок пигмента находится в связанном состоянии, то испытание следует повторить на первичном образце, используя более подходящий растворитель или смесь растворителей.

Примечания:

1. Последовательные процедуры кислотного экстрагирования выполняют дважды, поэтому берут достаточное количество краски и пробирок, чтобы получить не менее 10 г пигмента. Количество пробирок (обычно четыре), необходимое для каждого образца, называется «комплектом».

2. Масса испытуемого лакокрасочного материала зависит от вместимости используемых пробирок и ожидаемого содержания пигмента в краске.

6.4.2. Метод Б

Выполняют разделение по методике, приведенной в п. 6.4.1, но используют ацетон для первичной и окончательной обработки и выбранный растворитель для пяти промежуточных обработок пигментного осадка.

6.4.3. Метод В

Разделение выполняют по п. 6.4.1, используя массу образца, которую можно разбавить растворителем в соотношении 1 : 10. Это соотношение необходимо для получения реальной скорости осаждения. Тщательно перемешивают до тех пор, пока полимер не перейдет из диспергированного в растворенное состояние, с кратковременным подогревом при необходимости.

6.5. Контрольный испытуемый раствор

Готовят смесь растворителей в пропорциях, необходимых для разделения (п. 6.4), и оставляют для использования в качестве контрольного раствора для определения по разд. 9.

7. ОБРАБОТКА ПОРОШКОВЫХ КРАСОК

Так как не требуется предварительного отделения пигмента от пленкообразующего (п. 4.4), то экстрагируют испытуемую часть (разд. 5) используя метод по п. 8.2 или 8.3. Если материал не диспергируется в соляной кислоте, то следует добавить определенный объем подходящего смачивающего вещества.

8. КИСЛОТНОЕ ЭКСТРАГИРОВАНИЕ ОТДЕЛЕННОГО ПИГМЕНТА И ПОРОШКОВЫХ КРАСОК

Примечание. Масса пигмента, взятого для экстрагирования, может быть уменьшена, например, из-за относительно высокого содержания «растворенного» металла. В этом случае объем экстрагирующей жидкости необходимо изменить таким образом, чтобы сохранилось установленное соотношение пигмента и экстрагирующей жидкости.

8.1. Подготовка отделенного пигмента

Собирают высушенный пигмент, полученный по п. 6.4, из всех пробирок одного «комплекта», тщательно измельчают, поместив между двумя листами лощеной бумаги, слегка надавливая или прокатывая валком, не допуская перетира. Измельчают до тех пор, пока пигмент сможет просеиваться через сито с размером отверстий 500 мкм (см. примечание). Необходимо проследить за тем, чтобы весь порошок прошел через сито и был собран.

Перемешивают просеянный пигмент, помещают его во взвешенную колбу и ставят в сушильный шкаф с температурой (105±2)°С на 2 ч. Хранят колбу в эксикаторе для проведения дальнейших операций экстрагирования (пп. 8.2, 8.3).

Примечание. Избыточная нагрузка может вредно воздействовать на поверхность пигмента, что приведет к различным результатам. Если получена плохая воспроизводимость результатов, или необходимо применить большое усилие для измельчения пигментного осадка, то в этом случае следует повторить процедуру экстрагирования и измельчения осадка пигмента.

8.2. Метод кислотного экстрагирования «растворенных» металлов, включая свинец, если содержание общего свинца в краске менее 1 % (по массе) (соотношение масса : объем 1 : 15).

8.2.1. Реактивы

Для анализа следует использовать реактивы только известной аналитической квалификации и воду по ГОСТ 6709.

8.2.1.1. Кислота соляная разбавленная c (HCl) = 0,07 моль/л.

8.2.1.2. Кислота соляная концентрированная раствор 1 : 1.

Разбавляют 1 часть по объему соляной кислоты ($\rho \approx 1{,}18$ г/мл) одной частью воды по объему.

8.2.1.3. Этанол, минимум 95 % (по объему).

8.2.2. Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование, стеклянная посуда, а также

8.2.2.1. Мешалка механическая.

8.2.2.2. pH-метр и электроды.

8.2.2.3. Фильтр мембранный с диаметром пор 0,15 мкм или другой пригодный для этих целей фильтр, обеспечивающий прозрачный раствор по пп. 8.2.3 и 8.3.2.4.

8.2.2.4 Устройство для фильтрации с мембранным фильтром.

8.2.2.5. Баня водяная, обеспечивающая поддержание температуры (23±2)°С.

8.2.3. Проведение испытания

Проводят экстрагирование полученного пигмента (п. 8.1) или порошковой краски (разд. 7) дважды. Защищают испытуемую пробу от воздействия прямых солнечных лучей во время экстрагирования и до исследования.

Взвешивают (5,0±0,01) г образца пигмента в чистый сухой стакан вместимостью 150 мл. Смачивают испытуемую часть, за исключением порошковой краски (разд. 7), 2 мл этанола или несколько большим объемом, подсоединяют мешалку и добавляют 75 мл раствора разбавленной соляной кислоты, предварительно выдержанного на водяной бане при температуре (23±2)°С Помещают стакан в водяную баню и немедленно перемешивают смесь (см. примечание). Вводят электроды pH-метра в смесь и, в случае необходимости, приводят в соответствие pH смеси и разбавленной соляной кислоты, используя концентрированную соляную кислоту.

Продолжают перемешивание в течение (15±1) мин, следя за тем, чтобы температура смеси поддерживалась в пределах (23±2)°С во время всего периода испытания. Поддерживают исходное значение pH смеси, осторожно добавляя концентрированную соляную кислоту. В конце этого периода перемешивания дают смеси возможность отстояться в течение (15±1) мин при температуре (23±2)°С. Затем декантируют смесь через мембранный фильтр, используя устройство для фильтрации, и собирают фильтрат, полученный за первые 10 мин (должен быть прозрачным раствором) в соответствующий стеклянный сосуд. Сразу же закрывают сосуд.

Хранят отфильтрованный экстракт для определения содержания различных «растворенных» металлов в соответствии с определенной частью ГОСТ Р 50279.3—ГОСТ Р 50279.9. Для каждого определения берут соответствующие аликвотные доли экстракта.

Проводят определение в соответствии с необходимой частью ГОСТ Р 50279.3—ГОСТ Р 50279.9 «растворенного» металла, содержащегося в фильтрате, как можно быстрее и в пределах 4 ч с момента приготовления экстракта.

Примечание. Во время всего процесса экстрагирования скорость мешалки должна быть такой, при которой пигмент непрерывно находился бы во взвешенном состоянии, при этом необходимо избегать спонтанных выбросов суспензии.

8.3. Метод кислотного экстрагирования «растворенного» свинца в случае, если содержание общего свинца в краске не менее 1% (по массе) (соотношение масса : объем 1 : 1000).

8.3.1. Предварительное определение содержания общего свинца.

Примечание. Обычно для поддержания постоянного соотношения массы содержащего свинец образца к объему экстрагирующей соляной кислоты необходимо сначала определить содержание общего свинца в подготовляемом пигменте (п. 8.1) или порошковой краске (разд. 7). По содержанию общего свинца можно рассчитать массу используемого для экстрагирования образца.

8.3.1.1. Сущность метода

Растворяют подготовленный пигмент или порошковую краску в азотной кислоте и перекиси водорода. Определяют содержание свинца методом пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии по ГОСТ Р 50279.3.

8.3.1.2. Реактивы

Во время анализов следует пользоваться только реактивами известной аналитической квалификации и водой по ГОСТ 6709.

8.3.1.2.1. Кислота азотная $\rho \approx 1{,}40$ г/мл раствор 65% (по массе).

8.3.1.2.2. Водорода перекись, раствор приблизительно 30 % (по массе).

8.3.1.2.3. Кислота соляная c (HCl) = 0,07 моль/л.

8.3.1.3. Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование и нагревательная плитка с терморегулятором.

8.3.1.4. Проведение испытания.

8.3.1.4.1. Раствор для экстрагирования.

Испытания проводят дважды на подготовленном пигменте (п. 8.1) или порошковой краске (разд. 7).

Взвешивают с погрешностью не более 1 мг 0,1 г образца и помещают в коническую колбу вместимостью 150 мл. Добавляют 10 мл азотной кислоты, затем две капли раствора перекиси водорода.

Вращая колбу, перемешивают содержимое и медленно кипятят на нагревательной плитке в течение 5 мин, но не досуха (см. примечание). Слегка охлаждают и промывают стенки колбы приблизительно 10 мл воды. Кипятят в течение 5 мин, дают остыть, при необходимости фильтруют и количественно переносят содержимое колбы в мерную колбу с одной меткой вместимостью 250 мл. Разбавляют до метки водой, закрывают, тщательно перемешивают. Этот раствор используют для экстрагирования.

Примечание. Порошковые краски требуют усиленной обработки для растворения содержащих свинец пигментов. Для этих продуктов необходимо добавить больше азотной кислоты и ратсвора перекиси водорода и увеличить время нагревания.

8.3.1.4.2. Подготовка испытуемого раствора

Из каждого раствора для экстрагирования отбирают аликвотную долю, величина которой определяется ожидаемым содержанием свинца в образце (см. таблицу). Помещают аликвотную долю в коническую колбу вместимостью 100 мл, доводят до метки соляной кислотой и тщательно перемешивают.

Ожидаемое содержание свинца, % (по массе)	Аликвотная доля, мл
Менее 2	50
От 2 до 10	25
» 10 » 90	10

8.3.1.4.3. Подготовка контрольного раствора

Повторяют процедуру по п. 8.3.1.4.1, исключая испытуемый образец. Отбирают аликвотную долю контрольного раствора, равную доле раствора для экстрагирования, используемому для подготовки испытуемого раствора.

8.3.1.4.4. Проведение испытания

Используют испытуемые растворы и контрольные растворы реактивов, полученные по пп. 8.3.1.4.2 и 8.3.1.4.3, соответственно в качестве испытуемых и контрольных растворов по ГОСТ Р 50279.3 (п. 3.4.2.3). Дважды измеряют содержание свинца в них методом пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии по ГОСТ Р 50279.3.

Если значения двух результатов отличаются более чем на 2% абсолютных, готовят свежие испытуемые растворы и повторяют испытание.

8.3.1.5. Расчет

Содержание общего свинца T, % по массе, вычисляют по формуле

$$T = \frac{2{,}5 \cdot c}{m_0 \cdot V},$$

где c — концентрация свинца в испытуемом растворе, полученная по градуировочному графику с поправкой на контрольный опыт, мкг/мл;

m_0 — масса испытуемого образца (п. 8.3.1.4.1), г;

V — объем аликвотной доли экстракта, взятого по п. 8.3.1.4.2, мл.

Вычисляют среднюю величину двух результатов.

8.3.2. Методика экстрагирования.

8.3.2.1. Рассчитывают массу испытуемого образца.

а) Для подготовленных пигментов

По величине содержания пигмента в жидкой краске (разд. 6) и содержания свинца в отделенном пигменте, T вычисляют содержание общего свинца в краске. Если содержание общего свинца не менее 1% (по массе), вычисляют m_1 и проводят экстрагирование по методике п 8.3.2.4.

б) Для порошковых красок

Если содержание общего свинца в порошковой краске не менее 1% (по массе), то рассчитывают m_1 и проводят экстрагирование по методике п. 8.3.2.4.

По содержанию общего свинца в подготовленном пигменте или порошковой краске (п. 8.3.1.5) рассчитывают массу испытуемого образца (m_1, г) для определения содержания «растворенного» свинца по формуле

$$m_1 = \frac{60}{T} \cdot 0{,}5 = \frac{30}{T},$$

где 60 — среднее содержание свинца типовых свинцовых кронов, % по массе;

T — содержание общего свинца в подготовленном пигменте или порошковой краске, % по массе, (см. примечание к п. 4.2).

8.3.2.2. Реактивы — по п. 8.2.1.

8.3.2.3. Аппаратура — по п. 8.2.2.

8.3.2.4. Проведение испытания

Проводят дважды экстрагирование подготовленного пигмента (п. 8.1) или порошковой краски (разд. 7). Следует защищать испытуемый образец от воздействия прямых солнечных лучей во время экстрагирования и до испытания.

Взвешивают испытуемый образец (m_1) с погрешностью не более 1 мг и помещают в чистый сухой стакан вместимостью 1000 мл. Смачивают испытуемый образец (за исключением порошковой краски — см. разд. 7) 2 мл этанола или немного большим количеством, подсоединяют мешалку и добавляют 500 мл разбавленной соляной кислоты, предварительно выдержанной на водяной бане при температуре (23±2)°С. Помещают стакан в водяную баню и немедленно перемешивают смесь (см. примечание). Вставляют электроды pH-метра в смесь и, при необходимости, приводят в соответствие показатель pH смеси и раствора соляной кислоты добавлением концентрированной соляной кислоты.

Продолжают перемешивание в течение (60±1) мин, следя за тем, чтобы температура смеси поддерживалась в пределах (23±2)°С на протяжении всего периода испытания. Поддерживают pH смеси, осторожно добавляя концентрированную соляную кислоту. В конце периода перемешивания оставляют смесь отстаиваться в течение (60±1) мин при температуре (23±2)°С. Затем

декантируют смесь через мембранный фильтр, используя устройство для фильтрации, и собирают фильтрат, полученный за первые 10 мин (должен быть прозрачным раствором), в соответствующий стеклянный сосуд, который сразу же плотно закрывают.

Сохраняют отфильтрованный экстракт для определения содержания «растворенного» свинца по ГОСТ Р 50279.3. Для каждого определения берут соответствующие аликвотные доли экстракта.

Проводят определение содержания «растворенного» свинца в фильтрате как можно быстрее, в пределах 4 ч с момента приготовления экстракта.

Примечание. Во время всего процесса экстрагирования скорость мешалки должна быть отрегулирована так, чтобы пигмент непрерывно находился во взвешенном состоянии, при этом необходимо избегать спонтанных выбросов суспензии.

8.4. Контрольный раствор

Отбирают соответственно 75 или 500 мл разбавленной соляной кислоты и, в случае необходимости, добавляют 2 мл этанола (пп. 8.2.3 и 8.3.2.4). Оставляют этот раствор для контрольных определений на образце пигмента, как указано в соответствующей части ГОСТ Р 50279.3 — ГОСТ Р 50279.9.

9. ОБРАБОТКА ЭКСТРАГИРОВАННОГО ЖИДКОГО ОБРАЗЦА

9.1. Реактивы

Во время испытания следует пользоваться только реактивами известной аналитической квалификации и водой по ГОСТ 6709.

9.1.1. Кислота азотная, раствор 1 : 1.

Разбавляют 1 объемную часть 65%-ной (по массе) азотной кислоты ($\rho \approx 1{,}40$ г/мл) одной объемной частью воды.

9.1.2. Кислота соляная разбавленная c (HCl) = 0,07 моль/л.

Используют тот же раствор, что и в п. 8.2.1.1.

9.2. Аппаратура

9.2.1. Баня водяная.

9.2.2. Плитка нагревательная.

9.2.3. Печь муфельная, поддерживающая температуру (475±25)°С.

9.2.4. Колба мерная с одной меткой вместимостью 100 мл по ГОСТ 1770.

9.3. Проведение испытания.

Проводят испытание дважды на экстрагированном жидком образце.

Проводят то же испытание на контрольном растворе, используя те же количества всех реактивов.

Переносят содержимое закрытого стеклянного сосуда, полученное в соответствии с п. 6.4, в подходящий мерный сосуд и раз-

бавляют до определенного объема растворителем или смесью растворителей. Переливают аликвотную долю (см. примечание 6) в фарфоровую или керамическую чашку соответствующей вместимости. Испаряют основную часть (см. примечание 1) растворителя, используя водяную баню (см. примечание 2).

Помещают чашку на горячую плитку и медленно поднимают температуру для удаления оставшегося растворителя (см. примечание 3). Постепенно поднимают температуру горячей плитки до тех пор, пока материал не обуглится. Затем помещают чашку в муфельную печь при температуре (475±25)°С и проводят озоление (см. примечание 4). Когда озоление полностью завершится, удаляют чашку из муфельной печи, охлаждают до температуры окружающей среды. Измельчают озоленный материал на мелкие кусочки с помощью стеклянной палочки и оставляют палочку в чашке на время всей фильтрации (см. примечание 5).

Добавляют медленно 10 мл раствора азотной кислоты, следя за тем, чтобы не было потерь материала при расплескивании в результате энергичного взаимодействия золы с кислотой. Осторожно нагревают на горячей плитке до тех пор, пока останется 2—3 мл раствора. Добавляют еще 10 мл азотной кислоты и продолжают нагревание на горячей плитке, пока останется не менее 5 мл раствора. Добавляют 20—25 мл воды и фильтруют через фильтровальную бумагу средней пористости в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 мл. Если фильтрат не прозрачный, отфильтровывают его снова через мелкий фильтр. Промывают чашку и фильтровальную бумагу несколько раз водой и сливают все смывные воды в колбу. Разбавляют до метки раствором соляной кислоты и тщательно перемешивают.

Этот экстракт используют для определения содержания различных «растворенных» металлов методами, указанными в ГОСТ Р 50279.3—ГОСТ Р 50279.9.

Для каждого определения берут соответствующую аликвотную долю экстракта.

Примечания:

1. Если образец содержит нитрат целлюлозы, добавляют 2 г жидкого парафина в жидкую часть краски перед удалением летучих растворителей.

2. По желанию растворитель удаляют дистилляцией. Этот метод предпочтительно использовать, если, например, растворители включают бутанол или ксилол.

3. Если образец краски содержит хлорированные соединения, то во время озоления могут образовываться кислые продукты. Поэтому перед озолением перемешивают полученные при испарении до сухости экстракты жидкой части краски с безводным карбонатом натрия с сухим остатком для нейтрализации этих продуктов. Приблизительно 1 г карбоната натрия необходимо добавить на каждый 1 г остатка. Так как этот процесс может потребовать дополнительно относительно большего количества безводного карбоната натрия, то может возникнуть необходимость использовать соответствующую аликвотную долю смешанных экстрактов. (п. 6.4).

Такую же процедуру проводят с контрольным раствором.

4. Озоление при температуре выше 500°С может привести к потере некоторого количества свинца и кадмия в результате испарения.

5. Если образец содержит вместе сурьму и свинец, то есть вероятность образования осадка, нерастворимого в кислоте, что впоследствии приведет к низким результатам. Во избежание этого следует озолять образцы следующим образом: растирают золу в тонкий порошок, помещают его в ту же чашку и перемешивают с шестикратным количеством (от их массы) смеси, состоящей из равных частей безводного карбоната натрия и серы. Закрывают чашку и нагревают на умеренном пламени до исчезновения запаха двуокиси серы (1—2 ч).

Охлаждают и выпаривают с небольшим количеством горячей воды до полного диспергирования осадка расплава. Отфильтровывают, переносят осадок на фильтровальную бумагу с 1%-м (по массе) раствором сульфида натрия и промывают осадок тем же раствором. Выливают фильтрат и смывные воды, (если определяют только свинец), или сохраняют их для определения сурьмы (если необходимо определить как свинец, так и сурьму).

Растворяют осадок в минимальном количестве кипящего раствора азотной кислоты, c (HNO_3) ≈ 5 моль/л, отфильтровывают и промывают горячей водой в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 мл.

Разбавляют полученный продукт раствором соляной кислоты до метки и тщательно перемешивают.

Такую же процедуру проводят с контрольным раствором.

6. При расчете содержания «растворенного» металла в соответствии с соответствующей частью ГОСТ Р 50279.3—ГОСТ Р 50279.9 необходимо принимать во внимание общий объем экстрагированной жидкости.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН ТК 195 «Материалы лакокрасочные».

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 16.09.92 № 1190

   Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 6713—84 «Лаки и краски. Приготовление кислотных экстрактов из жидких и порошковых красок»

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение отечественного нормативно-технического документа	Обозначение соответствующего стандарта	Раздел, подраздел, пункт
ГОСТ 9980.2—86	ИСО 1512—74, ИСО 1513—80	Разд. 5, 6.1
ГОСТ 1770—74	ИСО 1042—83	9.2.4
ГОСТ 6709—72	ИСО 3696—87	8.2.1, 8.3.1.2, 9.1
ГОСТ Р 50279.2—92	ИСО 6714—90	Разд. 1
ГОСТ Р 50279.3—92	ИСО 3856/1—84	8.3.1.1, 8.3.1.4.4, 8.3.2.4
ГОСТ Р 50279.3—	ИСО 3856/84—	6.2, 8.2.3, 8.4, 9.3
ГОСТ Р 50279.9—92	ИСО 3856/7—84	

Редактор *Н. В. Виноградская*
Технический редактор *В. Н. Малькова*
Корректор *Р. И. Корчагина*

Сдано в наб. 17.12.92 Подп. к печ. 09.03.93. Усл. п. л. 1,0. Усл. кр.-отт. 1,0. Уч.-изд. л. 0,97. Тираж 305 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1767

gost.e-ecolog.ru