ГОСТ Р 50279.7—92
(ИСО 3856/5—84)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МАТЕРИАЛЫ ЛАКОКРАСОЧНЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ МЕТАЛЛОВ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ «РАСТВОРЕННОГО» ШЕСТИВАЛЕНТНОГО ХРОМА В ПИГМЕНТНОЙ ЧАСТИ ЖИДКОЙ И ПОРОШКОВОЙ КРАСОК. СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ДИФЕНИЛКАРБАЗИДА

Издание официальное

БЗ 11—92/1147

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 667.63.001.4:006.354 Группа Л19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МАТЕРИАЛЫ ЛАКОКРАСОЧНЫЕ.

Методы определения содержания металлов. Определение содержания «растворенного» шестивалентного хрома в пигментной части жидкой и порошковой красок. Спектрофотометрический метод с использованием дифенилкарбазида

ГОСТ Р 50279.7—92

Paints and varnishes. Test methods of metal content. Determination of „soluble" hexavalent chromium content of the pigment portion of the liquid paint or the paint in powder form. Diphenylcarbazide spectrophotometric method

(ИСО 3856/5—84)

ОКСТУ 2310

Дата введения 01.07.93

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический метод с применением дифенилкарбазида для определения содержания «растворенного» шестивалентного хрома в экстракте соляной кислоты, приготовленном из пигментной части жидкой краски или из порошковой краски по п. 8.2.3 ГОСТ Р 50279.1 или другим пригодным для этой цели стандартом.

Указанный метод предназначен для лакокрасочных материалов с содержанием шестивалентного хрома от 0,05 до 5 % (по массе).

По согласованию между заинтересованными сторонами допускается использовать и другие методы при условии, что они конкретизированы для шестивалентного хрома, однако в случае разногласий спектрофотометрический метод используется как арбитражный.

2. ССЫЛКИ

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

ГОСТ 6709. Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 20292. Приборы мерные лабораторные стеклянные. Бюретки, пипетки. Технические условия.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1993

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

ГОСТ Р 50279.1. Материалы лакокрасочные. Методы определения содержания металлов. Приготовление кислых экстрактов из лакокрасочных материалов в жидкой и порошковой формах.

3. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Получают окрашенное комплексное соединение смешиванием растворов, содержащих шестивалентный хром и дифенилкарбазид. После добавления ортофосфорной и серной кислот измеряют с помощью спектрофотометра цвет при длине волны 540 нм.

4. РЕАКТИВЫ

Для испытания используют реактивы только известной аналитической квалификации и воду по ГОСТ 6709.

4.1. Дифенилкарбазид, раствор.

0,25 г дифенилкарбазида растворяют в смеси 50 мл ацетона и 50 мл воды.

4.2. Натрия гидроксид, раствор, c (NaOH) = 2 моль/л.

4.3. Кислота серная, c (H_2SO_4) = 1 моль/л.

4.4. Кислота ортофосфорная, приблизительно 85 % (по массе) ($\rho \approx 1{,}69$ г/мл).

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

Используют соляную кислоту такую же, как для приготовления испытуемого раствора по п. 6.2 ГОСТ Р 50279.1.

4.6. Хром шестивалентный, стандартный основной раствор, содержащий 100 мг Cr (VI) на литр.

282,9 мг высушенного бихромата калия взвешивают с погрешностью не более 0,1 мг, растворяют в воде в мерной колбе с одной меткой вместимостью 1000 мл, разбавляют до метки водой и тщательно перемешивают.

1 мл этого стандартного основного раствора содержит 100 мкг Cr (VI).

4.7. Хром шестивалентный, стандартный раствор, содержащий 1 мг Cr (VI) на литр.

10 мл стандартного основного раствора с шестивалентным хромом вводят пипеткой в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 мл, разбавляют до метки соляной кислотой и тщательно перемешивают. Раствор готовят в день применения.

1 мл этого стандартного раствора содержит 1 мкг Cr (VI).

5. АППАРАТУРА

Обычное лабораторное оборудование, а также

5.1. Спектрофотометр, пригодный для измерения при длине волны около 540 нм, с рабочей длиной кювет 10 или 20 мм.

5.2. pH-метр со стеклянным электродом и электродом сравнения.

5.3. Бюретка вместимостью 50 мл по ГОСТ 20292.

5.4. Колбы мерные с одной меткой вместимостью 50 мл по ГОСТ 1770.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

6.1. Построение калибровочного графика

6.1.1. *Приготовление стандартных колориметрических растворов*

Растворы готовят в день использования.

В каждый из пяти химических стаканов вместимостью 50 мл вводят из бюретки соответствующие объемы стандартных растворов шестивалентного хрома, указанные в таблице.

Номер стандартных колориметрических растворов	Объем стандартного раствора шестивалентного хрома, мл	Концентрация Cr (VI) в стандартном колориметрическом растворе, мкг/мл
0*	0	0
1	5	0,1
2	10	0,2
3	15	0,3
4	20	0,4

* Компенсационный раствор.

Содержимое каждого стакана обрабатывают следующим образом: добавляют 5 мл раствора гидроксида натрия. Используя pH-метр доводят величину pH раствора до 7,0 добавлением серной кислоты. Добавляют 2 мл раствора дифенилкарбазида и 1—2 мл ортофосфорной кислоты вместе с 5 мл серной кислоты. Переливают в мерную колбу с одной меткой вместимостью 50 мл, разбавляют до метки водой и тщательно перемешивают.

6.1.2. *Спектрофотометрические измерения*

Сразу же измеряют поглощения стандартных колориметрических растворов с помощью спектрофотометра при длине волны, соответствующей максимальному поглощению (около 540 нм) по отношению к воде в кювете сравнения. Перед каждым измерением кюветы промывают стандартным колориметрическим раствором. Величины поглощения компенсационного раствора вычитают из величин поглощения других стандартных колориметрических растворов.

6.1.3. *Калибровочный график*

Строят график, откладывая на оси абсцисс массу Cr (VI) (мкг), содержащегося в 1 мл стандартных колориметрических ра-

створов, а на оси ординат — соответствующие величины поглощения. При точном соблюдении методики калибровочный график должен иметь вид прямой линии.

6.2. Испытуемые растворы

Используют растворы, полученные по п. 8.2.3 ГОСТ Р 50279.1 или другими указанными и согласованными методами.

6.3. Проведение испытания

Из бюретки вводят в химический стакан вместимостью 50 мл такой объем испытуемого раствора, чтобы величина поглощения находилась в пределах калибровочного графика. Обрабатывают раствор в соответствии с п. 6.1.1. Измеряют поглощение раствора по п. 6.1.2.

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

7.1. Расчеты

Массу «растворенного» шестивалентного хрома в экстракте соляной кислоты m_2, г, полученном по п. 8.2.3 ГОСТ Р 50279.1, вычисляют по формуле

$$m_0 = \frac{a_1 - a_0}{10^3} \cdot \frac{V_1}{V_2} \cdot 50 = (a_1 - a_0) \cdot \frac{V_1}{V_3} \cdot 5 \cdot 10^{-5},$$

где a_1 — концентрация шестивалентного хрома в испытуемом растворе, полученная по калибровочному графику, мкг/мл;

a_0 — концентрация шестивалентного хрома в контрольном испытуемом растворе, полученном по п. 8.4 ГОСТ Р 50279.1, мкг/мл;

V_1 — объем соляной кислоты и этанола, используемый для экстрагирования по п. 8.2.3 ГОСТ Р 50279.1 (допустимо 77 мл), мл;

V_3 — объем аликвотной доли соляной кислоты и этанола, используемый для испытания, мл.

Содержание «растворенного» шестивалентного хрома в пигментной части краски C_{Cr_1}, %, (по массе), вычисляют по формуле

$$C_{Cr_1} = m_0 \cdot \frac{10^2}{m_1} \cdot \frac{P}{10^2} = \frac{m_0 \cdot P}{m_1},$$

где m_1 — масса испытуемой пробы, взятой для приготовления раствора по п. 8.2.3 ГОСТ Р 50279.1, г;

P — содержание пигмента в жидкой краске, полученное по разд. 6 ГОСТ Р 50279.1, % (по массе).

Примечания:

1. Содержание общего «растворенного» шестивалентного хрома в жидкой краске, состоящее из содержания «растворенного» шестивалентного хрома в пигментной части краски и содержания общего хрома в жидкой части краски,

выраженное в процентах по массе краски, приведено как сумма результатов, полученных по ГОСТ Р 50279.8 и настоящему стандарту.

2. Содержание общего «растворенного» шестивалентного хрома в порошковой краске вычисляют соответствующей модификацией формулы по п. 7.1.

Если испытуемые растворы были приготовлены методами, отличающимися от приведенных в п. 6.2 ГОСТ Р 50279.1, то необходимо модифицировать приведенные выше формулы расчета содержания шестивалентного хрома.

7.2. Точность расчета

Данные отсутствуют.

8. ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

Протокол испытания должен содержать:

а) тип и наименование испытуемого продукта;

б) ссылку на настоящий стандарт;

в) метод отделения твердой фракции испытуемого продукта по разд. 6 ГОСТ Р 50279.1 (метод А, Б или В), где необходимо (не требуется для порошковых красок,см.разд. 7 ГОСТ Р 50279.1);

г) тип растворителя или смеси растворителей, используемых для экстрагирования, где необходимо (не требуется для порошковых красок, см. разд. 7 ГОСТ Р 50279.1);

д) результаты испытаний, выраженные в процентах по массе продукта, или содержание «растворенного» шестивалентного хрома в пигментной части краски, или содержание общего «растворенного» шестивалентного хрома в порошковой краске;

е) любое отклонение от указанного метода испытания;

ж) дату испытания.

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 3856/5—84 «Лаки и краски. Определение массовой доли «растворенного» металла. Часть 5. Определение массовой доли шестивалентного хрома в пигментной части жидкой или порошковой краски. Спектрофотометрический метод с использованием дифенилкарбазида»

3. **Введен впервые**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение отечественного нормативно-технического документа	Обозначение соответствующего стандарта	Раздел, подраздел, пункт
ГОСТ 1770—74	ИСО 385/1—84	Разд. 2, п. 5.4
ГОСТ 6709—72	ИСО 1042—83	Разд. 2, 4
ГОСТ 20292—74	ИСО 3696—87	Разд. 2, 5.3
ГОСТ Р 50279.1—92	ИСО 6713—84	Разд. 1, 2, пп. 4.5, 6.2, 7.1, 8

Редактор *И. В. Виноградская*
Технический редактор *Г. А. Теребинкина*
Корректор *А. С. Черноусова*

Сдано в наб. 16.12.92 Подп. в печ. 02.02.92 Усл. п. л. 0,5. Усл. кр.-отт. 0,5. Уч.-изд. л. 0,35. Тираж 275 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1778

gost.e-ecolog.ru