ГОСТ Р 50279.5—92
(ИСО 3856/3—84)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МАТЕРИАЛЫ ЛАКОКРАСОЧНЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ МЕТАЛЛОВ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ «РАСТВОРЕННОГО» БАРИЯ. МЕТОД ПЛАМЕННОЙ АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ

Издание официальное

БЗ 11—92/1145

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» бария. Метод пламенной атомно-эмиссионной спектрометрии

ГОСТ Р 50279.5—92

Paints and varnishes. Test methods of metal content. Determination of „soleble" barium content. Flame atomic emission spectrometric method

(ИСО 3856/3—84)

ОКСТУ 2310

Дата введения 01.07.93

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает метод пламенной атомно-эмиссионной спектрометрии (АЭС) для определения содержания бария в испытуемых растворах, полученных в соответствии с ГОСТ Р 50279.1 или другими, пригодными для этой цели, стандартами.

Указанный метод предназначен для лакокрасочных материалов с содержанием «растворенного» бария от 0,05 до 5 % (по массе).

По согласованию между заинтересованными сторонами можно использовать и другие методы, но данный метод является арбитражным в случае возникновения разногласий.

2. ССЫЛКИ

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

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 20292—74 Приборы мерные лабораторные стеклянные. Бюретки, пипетки. Технические условия.

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

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1993

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

3. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Всасывают испытуемый раствор в пламя закиси азота и ацетилена и измеряют излучение, испускаемое барием при длине волны 553,5 нм. Устраняют ионизацию атомов бария в пламени горелки добавлением хлорида калия.

4. РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

При испытании используют реактивы только известной аналитической квалификации и воду по ГОСТ 6709.

4.1. Калия хлорид, раствор, 50 г/л.

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

Используют раствор соляной кислоты, идентичный раствору, применяемому для приготовления испытуемых растворов по ГОСТ Р 50279.1.

4.3. Азота закись в стальном баллоне, техническая.

4.4. Ацетилен в стальном баллоне, технический.

4.5. Барий, стандартный основной раствор, содержащий 1 г Ba в 1 л.

Раствор готовят одним из двух способов:

а) содержимое ампулы со стандартным раствором бария, содержащим точно 1 г бария, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, разбавляют до метки соляной кислотой и тщательно перемешивают, или

б) 1,779 г дигидрата хлорида бария ($BaCl_2 \cdot 2H_2O$) взвешивают с погрешностью не более 1 мг, растворяют в соляной кислоте в мерной колбе вместимостью 1000 мл, доводят до метки тем же раствором соляной кислоты и тщательно перемешивают.

1 мл этого стандартного раствора содержит 1 мг Ba.

4.6. Барий, стандартный раствор, содержащий 20 мг Ba в 1 л.

20 мл стандартного основного раствора бария вводят пипеткой в мерную колбу вместимостью 1000 мл, разбавляют до метки соляной кислотой и тщательно перемешивают. Раствор готовят в день применения.

1 мл этого стандартного раствора содержит 20 мкг бария.

5. АППАРАТУРА

Стеклянная лабораторная посуда, используемая для испытаний, не должна содержать барий.

Обычное лабораторное оборудование, а также

5.1. Спектрометр пламенный атомно-эмиссионный, работающий при длине волны 563,5 нм, снабженный горелкой, работающей на смеси ацетилена и закиси азота.

5.2. Пипетки необходимого объема по ГОСТ 20292.

5.3. Бюретки вместимостью 10 и 50 мл по ГОСТ 20292.

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

5.5. Устройство регистрирующее.

Рекомендуется использовать компенсационный самописец.

6. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

6.1. Построение калибровочного графика

6.1.1. *Приготовление стандартных калибровочных растворов*

Растворы готовят в день испытания.

Из бюретки вводят в каждую из шести мерных колб вместимостью 50 мл с одной меткой стандартные растворы бария, приведенные в таблице, добавляют по 5 мл раствора хлорида калия, разбавляют до метки раствором соляной кислоты и тщательно перемешивают.

Номер стандартного калибровочного раствора	Объем стандартного раствора бария, мл	Концентрация бария в стандартном калибровочном растворе, мкг/мл
0*	0	0
1	2	0,8
2	5	2
3	10	4
4	20	8
5	40	16

* Контрольный раствор.

6.1.2. *Спектрометрические измерения*

Эмиссию стандартных калибровочных растворов измеряют в спектрометре в соответствии с инструкцией изготовителя.

Для определения и корректировки фона излучения, характерного для кальция, проводят измерения при соответствующей точке, приближающейся к линии бария, или регистрируют излучение при длине волны от 553,0 до 554,0 нм.

6.1.3. *Построение калибровочного графика*

Строят график, откладывая на оси абсцисс массу бария в мкг, содержащегося в 1 мл стандартных калибровочных растворов, а на оси ординат — соответствующие величины излучения, скорректированного на фон.

6.2. Испытуемые растворы

6.2.1. *Пигментная часть жидкой краски и порошковая краска*

Пипеткой помещают соответствующие объемы (V_3) каждого из растворов, приготовленных по п. 8.2.3 ГОСТР 50279.1, в колбы вместимостью 50 мл с одной меткой.

Концентрация бария в испытуемых растворах должна быть в пределах калибровочного графика. Добавляют по 5 мл раствора хлорида калия, разбавляют до метки раствором соляной кислоты и тщательно перемешивают.

6.2.2. *Жидкая часть краски*

Пипеткой вводят растворы соответствующего объема (V_4), полученные по п. 9.3 ГОСТ Р 50279.1, в колбы вместимостью 50 мл с одной меткой.

Концентрация бария в испытуемых растворах должна находиться в пределах калибровочного графика. Затем добавляют по 5 мл раствора хлорида калия, разбавляют до метки раствором соляной кислоты и тщательно перемешивают.

6.2.3. *Другие испытуемые растворы*

Вводят пипеткой растворы соответствующего объема, полученные указанным или согласованным методом, в мерные колбы вместимостью 50 мл.

Концентрация бария в испытуемых растворах должна находиться в пределах калибровочного графика. Добавляют по 5 мл раствора хлорида калия, разбавляют до метки раствором соляной кислоты и тщательно перемешивают.

6.3. Проведение испытания

Сначала измеряют эмиссию соляной кислоты в спектрометре после его настройки по п. 6.1.2. Затем три раза измеряют поглощение каждого испытуемого раствора и снова поглощение соляной кислоты. Наконец определяют эмиссию калибровочного раствора № 4 для того, чтобы убедиться, что настройка прибора не изменилась. Если эмиссия испытуемого раствора выше, чем стандартного калибровочного раствора с максимальной концентрацией бария, разбавляют испытуемый раствор (коэффициент разбавления F) соответствующим объемом соляной кислоты.

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

7.1. Расчеты

7.1.1. *Пигментная часть жидкой краски*

Массу «растворенного» бария в экстракте соляной кислоты (m_0), г, полученная по п. 8.2.3 ГОСТ Р 50279.1, вычисляют по формуле

$$m_0 = \frac{a_1 - a_0}{10^6} \cdot \frac{V_1}{V_3} \cdot 50 \cdot F_1 = (a_1 - a_0) \cdot \frac{V_1}{V_3} \cdot F_1 \cdot 5 \cdot 10^{-5},$$

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

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

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

V_3 — объем аликвотной доли соляной кислоты и объем экстракта этанола, взятые для испытания (п. 6.2.1), мл;

F_1 — коэффициент разбавления по п. 6.3.

Содержание «растворенного» бария в пигментной части краски C_{Ba_1}, % (по массе), вычисляют по формуле

$$C_{Ba_1} = m_0 \cdot \frac{10^2}{m_1} \cdot \frac{P}{10^2} = \frac{m_0 \cdot P}{m_1},$$

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

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

7.1.2. *Жидкая часть краски*

Массу бария в растворе (экстракте), полученном по п. 9.3 ГОСТ Р 50279.1, вычисляют по формуле

$$m_2 = \frac{b_1 - b_0}{10^6} \cdot \frac{V_2}{V_4} \cdot 50 \cdot F_2 = (b_1 - b_0) \cdot \frac{V_2}{V_4} \cdot F_2 \cdot 5 \cdot 10^{-5},$$

где b_0 — концентрация бария в контрольном растворе, полученном по п. 6.5 ГОСТ Р 50279.1, мкг/мл;

b_1 — концентрация бария в испытуемом растворе, полученная по калибровочному графику, мкг/мл;

F_2 — коэффициент разбавления по п. 6.3;

V_2 — объем раствора (100 мл), полученного по п. 9.3 ГОСТ Р 50279.1, мл;

V_4 — объем аликвотной доли испытуемого раствора, мл.

Содержание бария в жидкой части краски C_{Ba_2}, % (по массе), вычисляют по формуле

$$C_{Ba_2} = \frac{m_2}{m_3} \cdot 10^2,$$

где m_3 — общая масса «комплекта» краски по п. 6.4 ГОСТ Р 50279.1.

7.1.3. *Жидкая краска*

Содержание общего «растворенного» бария в жидкой краске рассчитывают как сумму результатов, полученных по пп. 7.1.1 и 7.1.2.

$$C_{Ba_3} = C_{Ba_1} + C_{Ba_2}.$$

7.1.4. *Порошковая краска*

Содержание общего «растворенного» бария в порошковой краске рассчитывают при соответствующей модификации расчетов по п. 7.1.1.

7.1.5. *Другие испытуемые растворы*

Если испытуемые растворы были подготовлены методами, отличающимися от приведенных в ГОСТ Р 50279.1 (п. 6.2.3), то необходимо изменить формулы, по которым велись расчеты содержания бария, в пп. 7.1.1 и 7.1.2.

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 ГОСТ Р 50279.1, разд. 6 (метод А, Б или В), если это необходимо;

г) тип растворителя или смесь растворителей, используемых для экстрагирования, если это необходимо;

д) результаты испытаний, выраженные в процентах по массе, т. е. содержание «растворенного» бария в пигментной части краски, жидкой части краски и в жидкой краске, или содержание общего «растворенного» бария 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 3856/3—84 «Лаки и краски. Определение массовой доли «растворенного» металла. Часть 3. Определение массовой доли бария. Метод пламенной атомно-эмиссионной спектрометрии»

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	5.4
ГОСТ 6709—72	ИСО 648—77	Разд. 4
ГОСТ 20292—74	ИСО 1042—83	5.3
ГОСТ 20292—74	ИСО 3696—87	5.2
ГОСТ Р 50279.1—92	ИСО 6713—84 ИСО 6713—90	Разд. 1, 8, пп. 4.2, 6.2.1, 6.2.2, 7.1.1, 7.1.2, 7.1.5

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

Сдано в наб. 17.12.92 Подп. в печ. 08.02.93 Усл. п. л. 0,5. Усл. кр.-отт. 0,5. Уч.-изд. л. 0,40. Тираж 273 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1773

gost.e-ecolog.ru