УДК 668.8:543.831+667.622.1:543.721:006.354 Группа Л19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ОБЩИЕ МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ ПИГМЕНТОВ И НАПОЛНИТЕЛЕЙ

Определение массовой доли веществ, растворимых в воде

General methods of test for pigments and extenders. Determination of soluble in water matters mass fraction

ГОСТ 21119.2—75* (ИСО 787-3—79, ИСО 787-8—79)
Взамен
ГОСТ 11279—65 в части разд. 10 и ОСТ 10086—39 М.И.1 в части разд. 3

ОКСТУ 2320

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28 августа 1975 г. № 2274 дата введения установлена

01.01.77

Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 05.08.92 № 882

Настоящий стандарт распространяется на органические красители (пигменты и лаки), неорганические пигменты и наполнители и устанавливает методы определения содержания веществ, растворимых в воде:

горячей и холодной экстракции;

кондуктометрический.

Примечание. Курсивом в разд. 1 выделены требования, отражающие потребности экономики страны.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ВЕЩЕСТВ, РАСТВОРИМЫХ В ВОДЕ, МЕТОДОМ ГОРЯЧЕЙ ЭКСТРАКЦИИ (ИСО 787-3—79 «ОБЩИЕ МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ ПИГМЕНТОВ И НАПОЛНИТЕЛЕЙ. Часть 3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЕЩЕСТВ, РАСТВОРИМЫХ В ВОДЕ. МЕТОД ГОРЯЧЕЙ ЭКСТРАКЦИИ»)

1.1. Назначение и область применения

Метод горячей экстракции — общий метод определения в образце пигмента или наполнителя массовой доли веществ, растворимых в горячей воде.

Метод пригоден для целей сертификации.

1.2. Ссылки

ГОСТ 21119.12—92 Общие методы испытаний пигментов и наполнителей. Определение кислотности или щелочности водного экстракта

ГОСТ 9980.2—86 Материалы лакокрасочные. Отбор проб для испытаний

1.3. Реактивы

Вода дистиллированная *по ГОСТ 6709—72,* свежеприготовленная, дважды перегонная или деионизированная, pH 6—7.

Примечание. По согласованию между заинтересованными сторонами допускается использовать другую воду.

Вещество смачивающее: спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300—87 или неионогенное поверхностно-активное вещество (ПАВ).

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

* *Переиздание (ноябрь 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в октябре 1984 г., августе 1992 г. (ИУС 2—85, 11—92).*

© Издательство стандартов, 1975
© ИПК Издательство стандартов, 1999

gost.e-ecolog.ru

1.4. Приборы

1.4.1. Колба мерная с одним делением вместимостью 250 см³ *по ГОСТ 1770—74.*

1.4.2. Фильтр коллоидный.

Примечание. По согласованию между заинтересованными сторонами допускается применение фильтров других типов.

1.4.3. Чашка выпарительная с плоским дном из стекла ЧВП-2—100 *по ГОСТ 25336—82,* платины *вместимостью 100 см³ по ГОСТ 6563—75,* глазурованного фарфора *по ГОСТ 9147—80* или кварца.

1.4.4. Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру (105±2) *или (105±3) °С.*

1.4.5. Весы, обеспечивающие точность взвешивания не ниже 1 мг, *по ГОСТ 24104—88.*

1.4.6. Эксикатор 2 *по ГОСТ 25336—82, заполненный прокаленным хлористым кальцием по ГОСТ 450—77.*

1.4.7. *Пипетка вместимостью 100 см³.*

1.4.8. *Стаканы В-, Н-2—400 ТС по ГОСТ 25336—82.*

1.4.9. *Прибор встряхивающий или перемешивающий.*

1.4.10. *Баня водяная с диаметром корпуса не менее 70 мм.*

1.5. Отбор проб

Отбор проб для испытания проводят в соответствии с требованиями ГОСТ 9980.2—86.

1.6. Методика определения

1.6.1. *Навеска*

2—20 г испытуемого пигмента или наполнителя взвешивают с погрешностью не более 0,01 г и помещают в стакан.

Примечание. Массу навески выбирают в соответствии с типом пигмента или наполнителя и количеством веществ, растворимых в воде, содержащихся в пигменте. Это особенно важно для пигментов с большой массовой долей веществ, растворимых в воде. Для проведения повторных испытаний, а также при определении межлабораторных расхождений следует брать одну и ту же массу навески пигмента или наполнителя.

1.6.2. *Определение*

Навеску в стакане смачивают небольшим (несколько кубических сантиметров) количеством воды (п. 1.3). Добавляют 200 см³ воды, содержимое стакана перемешивают и кипятят в течение 5 мин, если в стандарте на пигмент не указано другое время. Если пигмент имеет природу полуколлоидного раствора, можно использовать коагулянт при условии, что он не будет оказывать отрицательного влияния при последующем определении кислотности или щелочности водного экстракта (ГОСТ 21119.12—92) и будет взят в минимальном количестве.

Полученную суспензию быстро охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу (п. 1.4.1) и доводят объем до метки дистиллированной водой. Содержимое колбы тщательно перемешивают, встряхивая и переворачивая ее, и фильтруют через коллоидный фильтр (п. 1.4.2) до получения прозрачного фильтрата. Отбирают 100 см³ фильтрата, переносят в предварительно взвешенную выпарительную чашку (п. 1.4.3) и выпаривают досуха на водяной бане.

Содержимое чашки сушат в сушильном шкафу (п. 1.4.4) при (105±2) °С, охлаждают в эксикаторе (п. 1.4.6) и взвешивают с точностью до 1 мг. Нагревание и охлаждение повторяют до тех пор, пока результаты двух последних взвешиваний с интервалом, включающим нагревание в течение минимум 30 мин, не будут отличаться на 10 % от окончательного результата, характеризующего содержание веществ, растворимых в воде, в пигменте или наполнителе.

Примечания:

1. Если пигмент или наполнитель плохо диспергируется в воде, добавляют небольшое количество смачивающего агента. Если пигмент не растворяется в этаноле, добавляют 5 см³ этанола. При растворении пигмента в этаноле используют неионогенное смачивающее ПАВ, например, 10 см³ 0,01 %-ного раствора конденсата окиси этилена.

Если смачивающий агент не является летучим в условиях проведения испытания, в расчет следует внести соответствующую поправку на основании холостого опыта.

2. При необходимости в отчете об испытании указывают время между окончанием кипения и началом фильтрации.

1.7. Обработка результатов

Массовую долю веществ, растворимых в воде, (X) определяют по формуле

$$X = \frac{250 \cdot m_1}{m_0},$$

где m_0 — масса навески испытуемого пигмента, г;

m_1 — масса остатка после высушивания, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

1.8. Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать следующие сведения:

а) тип и марку испытуемого пигмента или наполнителя;

б) ссылку на настоящий стандарт;

в) результаты проведения испытания в соответствии с п. 1.7;

г) массу использованной навески;

д) любые отклонения (по согласованию или по другим причинам) от указанной методики проведения испытания, особенно в отношении фильтра и воды;

е) дату проведения испытания.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1а. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ВЕЩЕСТВ, РАСТВОРИМЫХ В ВОДЕ, МЕТОДОМ ХОЛОДНОЙ ЭКСТРАКЦИИ (ИСО 787-8—79 «ОБЩИЕ МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ ПИГМЕНТОВ И НАПОЛНИТЕЛЕЙ. Часть 8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЕЩЕСТВ, РАСТВОРИМЫХ В ВОДЕ. МЕТОД ХОЛОДНОЙ ЭКСТРАКЦИИ»)

1а.1. Назначение и область применения

Метод холодной экстракции — общий метод определения в образце пигмента или наполнителя массовой доли веществ, растворимых в холодной воде.

Метод пригоден для целей сертификации.

В стандарте на конкретный пигмент необходимо указать метод определения массовой доли веществ, растворимых в воде (горячая или холодная экстракция), так как для большинства пигментов и наполнителей разные методы дают различные результаты.

1а.2. Ссылки

ГОСТ 9980.2—86 Материалы лакокрасочные. Отбор проб для испытаний

1а.3. Реактивы

В процессе испытания используют реактивы по п. 1.3 настоящего стандарта.

1а.4. Приборы

В процессе испытания используют приборы по п. 1.4 настоящего стандарта.

1а.5. Отбор проб

Отбор проб для испытания проводят в соответствии с требованиями ГОСТ 9980.2—86.

1а.6. Методика определения

1а.6.1. *Навеска*

Навеску пигмента или наполнителя берут по п. 1.6.1 настоящего стандарта.

1а.6.2. *Определение*

Навеску в стакане смачивают небольшим (несколько кубических сантиметров) количеством воды (п. 1.3).

Примечание. Если пигмент или наполнитель плохо диспергируется в воде, добавляют небольшое количество смачивающего агента.

Если пигмент не растворяется в этаноле, добавляют 5 $см^3$ этанола. При растворении пигмента в этаноле используют неионогенное смачивающее ПАВ, например, 10 $см^3$ 0,01 %-ного раствора конденсата окиси этилена.

Если смачивающий агент не является летучим в условиях проведения испытания, в расчет следует внести соответствующую поправку на основании холостого опыта.

Добавляют 200 $см^3$ воды (охлажденной до комнатной температуры) и содержимое стакана непрерывно перемешивают в течение 1 ч при комнатной температуре. Полученную суспензию переносят в мерную колбу (п. 1.4.1) и доводят объем до метки дистиллированной водой. Дальнейшее определение проводят по п. 1.6.2 настоящего стандарта.

1а.7. Обработка результатов

Обработку результатов проводят по п. 1.7 настоящего стандарта.

1а.8. Протокол испытания — по п. 1.8 настоящего стандарта.

Разд. 1а. **(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

2. КОНДУКТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЕЩЕСТВ, РАСТВОРИМЫХ В ВОДЕ

2.1а. Сущность метода

Сущность метода заключается в определении удельной электрической проводимости экстракта красителя или пигмента и нахождении в нем с помощью градуировочного графика массовой доли веществ, растворимых в воде.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

2.1. Аппаратура и реактивы

Кондуктометр типа ММЗЧ-04 или другие приборы, измеряющие электрическое сопротивление или проводимость растворов электролитов с погрешностью не более, чем у указанного выше прибора.

Весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г.

Колбы 1—250—2 и 1—500—2 по ГОСТ 1770—74.

Бюретки вместимостью 1, 2, 3 и 5 $см^3$.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, свежеперегнанная или из которой удален углекислый газ путем непродолжительного кипячения и быстрого охлаждения с удельной электрической проводимостью 5 мкСм/см.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77 дважды перекристаллизованный и плавленный при 800 °С.

2.2. Построение градуировочного графика

Градуировочный график строят по раствору соли, преобладающей в веществах, растворимых в воде, испытуемого продукта.

Для построения градуировочного графика готовят растворы сравнения с различным содержанием выбранной соли (соль, необходимая для построения градуировочного графика, должна быть указана в нормативно-технической документации на испытуемый продукт).

Для этого 2,5 г соли, высушенной до постоянной массы при температуре 100—110 °С и взвешенной с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 500 $см^3$. Объем раствора в колбе доводят водой до метки и тщательно перемешивают. 1 $см^3$ полученного раствора содержит 0,005 г соли.

Затем в мерные колбы вместимостью 250 $см^3$ помещают пипеткой указанные в табл. 2 количества приготовленного раствора соли, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 2

Объем соли, $см^3$	Масса соли, г	Объем соли, $см^3$	Масса соли, г
0,5	0,0025	8,0	0,04
1,0	0,005	9,0	0,045
2,0	0,01	10,0	0,05
3,0	0,015	12,0	0,06
4,0	0,020	14,0	0,07
5,0	0,025	16,0	0,08
6,0	0,030	18,0	0,09
7,0	0,035	20,0	0,1

Измеряют сопротивление или электрическую проводимость (в зависимости от применяемого прибора) приготовленных растворов сравнения при (25±0,5) °С и рассчитывают удельную электрическую проводимость.

Удельную электрическую проводимость (σ) в См/м вычисляют по формуле

$$\sigma = \frac{1}{R} \cdot K,$$

где R — сопротивление водной вытяжки, Ом;

$\frac{1}{R}$ — электрическая проводимость водной вытяжки, См;

K — постоянная датчика, определяемая по раствору хлористого калия с известной электрической проводимостью, $м^{-1}$.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс количество соли в граммах, содержащееся в растворах сравнения, а по оси ординат — соответствующие им значения удельной электрической проводимости в См/м.

2.1, 2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.3. Проведение испытания

Из испытуемого продукта готовят водный экстракт по п. 1.6 и определяют его удельную электрическую проводимость. По найденной удельной электрической проводимости с помощью градуировочного графика определяют массу соли в испытуемом растворе в граммах.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.4. Обработка результатов

Массовую долю веществ, растворимых в воде (X_1), в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1}{m} \cdot 100,$$

где m — масса навески, г;

m_1 — масса соли, найденная по градуировочному графику, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,05 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

gost.e-ecolog.ru