ГОСТ Р 50771—95 (ИСО 4620—86)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПИГМЕНТЫ КАДМИЕВЫЕ

ОБЩИЕ ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

БЗ 3-95/127

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Межгосударственным Техническим комитетом ТК 221 "Пигменты, лакокрасочные материалы водно-дисперсионные, судового и строительного назначения"

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 26 апреля 1995 г. № 235

3 Настоящий стандарт содержит полный аутентичный текст международного стандарта ИСО 4620—86 "Пигменты кадмиевые. Технические требования и методы испытаний" с дополнительными требованиями, отражающими потребности народного хозяйства

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 1995

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

Содержание

1	ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ	1
2	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ	1
3	ОПРЕДЕЛЕНИЕ	4
4	КЛАССИФИКАЦИЯ	5
5	ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ	5
5.1	Характеристики	5
5.2	Упаковка	7
5.3	Маркировка	7
6	ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ	7
7	ТРЕБОВАНИЯ ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ	8
8	ПРАВИЛА ПРИЕМКИ И ОТБОР ПРОБ	9
9	МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ	9
9.1	Общие требования	9
9.2	Определение содержания кадмия и цинка	9
9.3	Определение содержания селена	12
9.4	Определение содержания серы	14
9.5	Расчет суммарной массовой доли кадмия, цинка, селена и серы	16
9.6	Получение солянокислого экстракта	16
9.7	Определение содержания "растворимой" сурьмы	16
9.8	Определение содержания "растворимого" мышьяка	16
9.9	Определение содержания "растворимого" бария	16
9.10	Определение содержания "растворимого" кадмия и "растворимого" цинка	17
9.11	Определение содержания "растворимого" хрома	19
9.12	Определение содержания "растворимого" свинца	19
9.13	Определение содержания "растворимой" ртути	19
9.14	Определение содержания "растворимого" селена	20
9.15	Определение содержания "растворимого" цинка	20
9.16	Определение термостойкости	22
10	ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ	23
11	ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ	23
12	ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ	24
	Приложение А. Цветовой ассортимент и коды ОКП кадмиевых пигментов	25
	Приложение Б. Определение содержания "растворимого" мышьяка. Метод пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии	26

Приложение В. Определение содержания "растворимого" кадмия и "растворимого" цинка комплексонометрическим методом 31
Приложение Г. Определение содержания "растворимого" селена. Метод атомно-абсорбционной спектрометрии с образованием гидрида 33

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПИГМЕНТЫ КАДМИЕВЫЕ
Общие технические условия

Cadmium pigments.
General specifications

Дата введения 1996-01-01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает общие технические условия на кадмиевые пигменты, предназначенные для применения в различных областях.

Обязательные требования к качеству продукции, обеспечивающие ее безопасность для жизни, здоровья и имущества населения, охрану окружающей среды, изложены в таблице 1, п. 4.

Дополнительные требования, отражающие потребности народного хозяйства, выделены курсивом.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.0.005—84 ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.4.013—85 ССБТ. Очки защитные. Общие технические условия

ГОСТ 12.4.021—75 ССБТ. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 12.4.103—83 ССБТ. Одежда специальная защитная, средства индивидуальной защиты ног и рук. Классификация

ГОСТ 17.2.3.02—78 Охрана природы. Атмосфера. Правила установления допустимых выбросов вредных веществ промышленными предприятиями

ГОСТ 597—73 Бумага чертежная. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3773—72 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4108—72 Реактивы. Барий хлорид 2-водный. Технические условия

ГОСТ 4109—79 Реактивы. Бром. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4523—77 Реактивы. Магний сернокислый 7-водный. Технические условия

ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 5457—75 Ацетилен растворенный и газообразный технический. Технические условия

*ГОСТ 6709—72** Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7328—82 Меры массы общего назначения и образцовые. Технические условия

ГОСТ 8050—85 Двуокись углерода газообразная и жидкая. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9293—74 Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 9980.1—86 Материалы лакокрасочные. Правила приемки

ГОСТ 9980.2—86 Материалы лакокрасочные. Отбор проб для испытаний

ГОСТ 9980.3—86 Материалы лакокрасочные. Упаковка

ГОСТ 9980.4—86 Материалы лакокрасочные. Маркировка

ГОСТ 9980.5—86 Материалы лакокрасочные. Транспортирование и хранение

ГОСТ 10398—76 Реактивы и особо чистые вещества. Комплексонометрический метод определения содержания основного вещества

ГОСТ 10652—73 Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б)

ГОСТ 14192—77 Маркировка грузов

---

* Допускается пользоваться данным стандартом до прямого введения ИСО 3696 в качестве государственного стандарта

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые

ГОСТ 16872—78 Пигменты неорганические. Методы определения относительной красящей способности

ГОСТ 16873—92 Пигменты и наполнители неорганические. Методы определения цвета и белизны

ГОСТ 19433—88 Грузы опасные. Классификация и маркировка

ГОСТ 21119.1—75 Общие методы испытаний пигментов и наполнителей. Определение массовой доли воды и летучих веществ

ГОСТ 21119.2—75 Общие методы испытаний пигментов и наполнителей. Определение массовой доли веществ, растворимых в воде

ГОСТ 21119.3—91 Общие методы испытаний пигментов и наполнителей. Определение pH водной суспензии

ГОСТ 21119.4—75 Общие методы испытаний пигментов и наполнителей. Метод определения остатка на сите

ГОСТ 21119.8—75 Общие методы испытаний пигментов и наполнителей. Метод определения маслоемкости

ГОСТ 22159—76 Реактивы. Гидразин дигидрохлорид. Технические условия

ГОСТ 24104—88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 25336—82* Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29169—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29251—91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть I. Общие требования

ГОСТ Р 50279.1—92 Материалы лакокрасочные. Методы определения содержания металлов. Приготовление кислых экстрактов из лакокрасочных материалов в жидкой или порошковой формах

ГОСТ Р 50279.3—92 Материалы лакокрасочные. Методы определения содержания металлов. Определение содержания "растворенного" свинца. Метод пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии и спектрофотометрический метод с использованием дитизона

ГОСТ Р 50279.4—92 Материалы лакокрасочные. Методы определения содержания металлов. Определение содержания "растворенной" сурьмы. Метод пламенной атомно-абсорбционной

---

* Допускается пользоваться данным стандартом до прямого введения ИСО 4793 в качестве государственного стандарта.

спектрометрии и спектрофотометрический метод с использованием родамина Б

ГОСТ Р 50279.5—92 Материалы лакокрасочные. Методы определения содержания металлов. Определение содержания "растворенного" бария. Метод пламенной атомно-эмиссионной спектрометрии

ГОСТ Р 50279.6—92 Материалы лакокрасочные. Методы определения содержания металлов. Определение содержания "растворенного" кадмия. Метод пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии и полярографический метод

ГОСТ Р 50279.8—92 Материалы лакокрасочные. Методы определения содержания металлов. Определение содержания общего "растворенного" хрома в жидкой части краски. Метод атомно-абсорбционной спектрометрии

ГОСТ Р 50279.9—92 Материалы лакокрасочные. Методы определения содержания металлов. Определение содержания "растворенной" ртути в пигментной части краски и в жидкой части водоразбавляемых красок. Метод беспламенной атомно-абсорбционной спектрометрии

ГОСТ Р 50563.2—93 Пигменты и наполнители. Методы диспергирования для оценки характеристики диспергируемости. Диспергирование в вибромельнице

3 ОПРЕДЕЛЕНИЕ

3.1 Кадмиевый пигмент — это цветной неорганический пигмент, состоящий преимущественно из сульфида кадмия или смешанных кристаллов сульфида кадмия и селенида кадмия, в котором кадмий может быть частично замещен цинком.

Примечания

1 Для регулирования относительной красящей способности и (или) для получения определенных эксплуатационных свойств кадмиевые пигменты могут содержать бесцветные добавки.

2 Кадмиевые пигменты характеризуются очень низкой растворимостью и очень высокой термостойкостью в воде и в разбавленных кислотах.

3 Желтые кадмиевые пигменты в основном состоят из смешанных кристаллов сульфида кадмия и сульфида цинка (пигмент желтый № 37, часть 2, эталон 77 199) или сульфида кадмия (пигмент оранжевый № 20, часть 2, эталон 77 199)*

Кадмиевые пигменты, имеющие цвет от оранжевого до каштанового, в основном состоят из смешанных кристаллов сульфида кадмия и селенида кадмия (пигмент красный № 108, часть 2, эталон 77 202).*

---

* Классификация по сборнику "Colour Index", опубликованному Обществом специалистов по крашению и колориметрии (Бредфорд, Англия) и Американской ассоциацией специалистов по химическому текстилю и колориметрии (Лоуэлл, Массачусетс, США), переизданное издание 1971 г.

3.2 Цветовой ассортимент и коды ОКП кадмиевых пигментов указаны в приложении А.

4 КЛАССИФИКАЦИЯ

Настоящий стандарт устанавливает три типа пигментов, не содержащих органические вещества, другие цветные неорганические пигменты и осветляющие агенты:

I — концентрированные кадмиевые пигменты, содержащие не более 30% наполнителей, необходимых для регулирования их красящей способности;

II — кадмиевые пигменты с наполнителем, содержащие не более 70% наполнителей;

III — кадмиевые пигменты без наполнителей, практически не содержащие никаких наполнителей.

Примечание — Пигменты типов I и II в основном предназначены для изготовления красок, пластмасс, резины и т.п.

Пигменты типа III применяются при изготовлении керамических изделий, *а также художественных красок, пластмасс и химического волокна*

5 ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

5.1 Характеристики

5.1.1 Кадмиевые пигменты должны соответствовать основным требованиям, приведенным в таблице 1, и дополнительным требованиям, приведенным в таблице 2. Дополнительные требования должны быть определены по согласованию между заинтересованными сторонами.

5.1.2 Согласованный с заинтересованными сторонами стандартный пигмент должен удовлетворять требованиям, указанным в таблице 1.

Таблица 1 — Основные требования

Наименование показателя	Норма	Метод испытания
1 Суммарная массовая доля (Cd + Zn + Se + S), %, не менее		По 9.5
тип I	70	
тип II	30	
тип III	98	
2 Массовая доля летучих веществ при температуре 105 °С, %, не более	0,5	По ГОСТ 21119.1, раздел 2
3 Массовая доля веществ, растворимых в воде, %, не более	0,3	По ГОСТ 21119.2, раздел 1а

Окончание таблицы 1

Наименование показателя	Норма	Метод испытания
4 Массовая доля веществ, растворимых в соляной кислоте, концентрации 0,07 моль/дм^3, %, не более*:		
сурьмы (Sb)	0,05	По 9.7
мышьяка (As)**	0,01	По 9.8
бария (Ba)	0,01	По 9.9
кадмия (Cd)	0,1	По 9.10
хрома (Cr)	0,1	По 9.11
свинца (Pb)**	0,01	По 9.12
ртути (Hg)	0,005	По 9.13
селена (Se)	0,01	По 9.14
5 pH водной суспензии	5 — 8	По ГОСТ 21119.3
6 Остаток на сите с сеткой № 0045, %, не более***	0,01	По ГОСТ 21119.4, раздел 1а

* По согласованию с заинтересованными сторонами может быть ограничено содержание других металлов в кадмиевых пигментах, например цинка, метод испытания которого указан в 9.15.

** При необходимости определения содержания мышьяка или свинца в самом пигменте вместо их содержания в солянокислом экстракте методы испытания должны быть согласованы между заинтересованными сторонами

*** *По согласованию между заинтересованными сторонами допускается использовать сито № 0056. Значение показателя определяется при заключении договора*

Таблица 2 — Дополнительные требования

Наименование показателя	Норма	Метод испытания
1 Цвет	Должен быть близок цвету согласованного стандартного пигмента	По ГОСТ 16873, раздел 1
2 Относительная красящая способность	Должна быть близка красящей способности согласованного стандартного пигмента	По ГОСТ 16872, приложение 3
3 Диспергируемость	Не хуже диспергируемости согласованного стандартного пигмента	По ГОСТ Р 50563.2
4 Маслоемкость	Не должна отличаться больше чем на 15% от маслоемкости, согласованной между заинтересованными сторонами*	По ГОСТ 21119.8, раздел 3

Окончание таблицы 2

Наименование показателя	Норма	Метод испытания
5 Термостойкость	Изменения цвета или красящей способности не должны превышать аналогичные изменения согласованного стандартного пигмента	*По 9.16*

* Маслоемкость кадмиевых пигментов обычно составляет 15—25 г/100 г. *Маслоемкость кадмиевых пигментов типа III для художественных красок составляет 20—40 г/100 г*

5.2 Упаковка

Упаковка — по ГОСТ 9980.3.

5.3 Маркировка

Транспортная маркировка по ГОСТ 9980.4 с нанесением основных и дополнительных надписей и манипуляционного знака "Беречь от влаги" по ГОСТ 14192 и знака опасности по ГОСТ 19433, рисунок 6б с надписью "Вредно. Хранить вдали от пищевых продуктов", классификационного шифра 6163, серийного номера ООН 2570.

6 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1 Кадмиевые пигменты пожаро- и взрывобезопасны.

6.2 При изготовлении, применении и испытании пигментов должны соблюдаться общие требования безопасности в соответствии с "Санитарными правилами организации технологических процессов и гигиеническими требованиями к производственному оборудованию" № 1042-73, разделы III и IV, утвержденными 04.04.73.

6.3 Изготовление пигментов должно осуществляться при работающих общеобменной приточно-вытяжной и местной вытяжной вентиляциях по ГОСТ 12.4.021, обеспечивающих чистоту воздуха рабочей зоны производственных помещений, содержание вредных веществ в котором не должно превышать предельно допустимые концентрации (ПДК). Оборудование должно быть герметизировано.

Состояние воздуха рабочей зоны производственных помещений должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005.

6.4 В состав кадмиевых пигментов входят вредные вещества: соединения кадмия, селена, серы и цинка.

6.5 Токсикологические характеристики, предельно допустимые концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны произ-

водственных помещений в соответствии с ГОСТ 12.1.005 и класс опасности вредных веществ представлены в таблице 3.

6.6 Контроль вредных веществ в воздухе рабочей зоны проводят по методикам, разработанным и утвержденным в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

6.7 Лица, занятые изготовлением пигментов, должны быть обеспечены специальной защитной одеждой и специальной обувью по ГОСТ 12.4.103, респираторами ШБ-1, "Лепесток-200", для защиты глаз — защитными очками по ГОСТ 12.4.013.

Руки следует защищать резиновыми перчатками или защитными мазями.

Таблица 3

Наименование вредного вещества	Предельно допустимая концентрация		Класс опасности	Воздействие на организм человека
	в воздухе рабочей зоны, мг/м^3	в воде водоемов, мг/дм^3		
Кадмий и его неорганические соединения	0,05/ 0,01	0,001	1	Вызывает острые и хронические отравления, заболевания легких, почек и нервной системы. Пыль раздражает верхние дыхательные пути, слизистые оболочки и кожные покровы. При попадании в пищеварительный тракт возникают тяжелые отравления
Селен (селен аморфный)	2	0,001	3	Соединения селена ядовиты, обладают политропным действием с преимущественным поражением печени и центральной нервной системы, вызывают раздражение слизистых оболочек верхних дыхательных путей и глаз, общую слабость, головную боль, головокружение, тошноту и рвоту, оказывают действие на кожу, вызывая дерматиты
Оксид цинка	0,5	—	2	Вызывает катаральные заболевания дыхательных путей и пищеварительных органов
Сера (элементарная)	6	—	4	Вызывает хронические интоксикации, оказывает фиброгенное воздействие

7 ТРЕБОВАНИЯ ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

7.1 Выбрасываемый в атмосферу воздух должен подвергаться сухой и мокрой очистке.

7.2 С целью охраны атмосферного воздуха от загрязнений должен быть организован контроль за соблюдением предельно допустимых выбросов, утвержденных в установленном порядке в соответствии с ГОСТ 17.2.3.02.

7.3 Сточные воды должны быть нейтрализованы кальцинированной содой на станции нейтрализации и подвергнуты очистке и отстою.

Предельно допустимые концентрации соединений кадмия и селена в воде водоемов санитарно-бытового водопользования указаны в таблице 3.

7.4 С целью утилизации отходы, получаемые при разбраковке прокаленной шихты и при фильтрации пигмента, а также углекислый кадмий, содержащийся в первых промывных водах, используют в производстве кадмиевых пигментов.

7.5 Отходы, не подлежащие утилизации, направляются для обезвреживания или уничтожения в соответствии с санитарными правилами "Порядок накопления, транспортирования, обезвреживания и захоронения токсических промышленных отходов" № 2183-84 от 29.12.84.

8 ПРАВИЛА ПРИЕМКИ И ОТБОР ПРОБ

8.1 Правила приемки — по ГОСТ 9980.1.

8.2 Отбор проб — по ГОСТ 9980.2.

9 МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

9.1 Общие требования

При проведении испытаний применяют реактивы квалификации "чистый для анализа", дистиллированную воду по ГОСТ 6709 и обычное лабораторное оборудование.

Работа с реактивами должна проводиться в соответствии с требованиями охраны здоровья и правилами безопасности.

Для обычных испытаний используют лабораторную стеклянную посуду 2-го класса точности, а в арбитражных случаях — посуду 1-го класса точности.

Для каждого показателя проводят по два параллельных определения.

9.2 Определение содержания кадмия и цинка

Примечание — Данный метод позволяет проводить раздельное определение присутствующих щелочно-земельных металлов. Однако данный метод может быть использован только для кадмиевых пигментов с массовой долей цинка более 5%. Для пигментов с меньшим содержанием цинка используют атомно-аб-

сорбционный спектрометрический метод по согласованию между заинтересованными сторонами.

9.2.1 Сущность метода

Растворение испытуемой пробы в соляной и азотной кислотах. После нейтрализации раствора добавление цианида калия и титрование щелочно-земельных металлов раствором ЭДТА. Добавление раствора формальдегида для разрушения комплексов цианидов калия и цинка. Совместное титрование ионов кадмия и цинка раствором ЭДТА. Разрушение комплекса кадмий — ЭДТА в титрованном растворе диэтилдитиокарбаматом натрия и осаждение кадмия раствором аммиака. Обратное титрование избытка ЭДТА по отношению к кадмию раствором сульфата магния.

9.2.2 *Аппаратура, материалы*, реактивы и *растворы*

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1 кг.

Гири по ГОСТ 7328 3-го класса точности.

Электроплитка с терморегулятором по ГОСТ 14919.

Стаканы вместимостью 150 или 250 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Цилиндры вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Пипетки вместимостью 2, 5, 10, 20 $см^3$ по ГОСТ 29169.

Колба типа Кн вместимостью 250 или 500 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Бюретки вместимостью 10 и 25 $см^3$ по ГОСТ 29251.

Колбы мерные вместимостью 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Воронка типа В по ГОСТ 25336.

Стекло часовое.

Бумага тонкая фильтровальная или фильтр обеззоленный "синяя лента".

Капельница любого исполнения по ГОСТ 25336.

Секундомер.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная *по ГОСТ 3118* с массовой долей кислоты примерно 37%, плотностью примерно 1,18 г/$см^3$.

Кислота соляная, раствор концентрации *с (HCl)* примерно 0,1 моль/$дм^3$, *готовят по ГОСТ 25794.1.*

Кислота азотная *по ГОСТ 4461* с массовой долей кислоты примерно 65%, плотностью примерно 1,40 г/$см^3$.

Натрия гидроокись *по ГОСТ 4328*, раствор с массовой долей 10%.

Аммиак водный *по ГОСТ 3760* с массовой долей примерно 25%, плотностью примерно 0,91 г/$см^3$.

Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной

кислоты 2-водная (трилон Б, ЭДТА) по ГОСТ 10652, стандартный титрованный раствор концентрации *с* (ЭДТА) = 0,1 моль/дм^3, готовят:

растворяют 37,225 г динатриевой соли этилендиамин тетрауксусной кислоты (ЭДТА динатриевая соль) в дистиллированной воде в мерной колбе с одной отметкой вместимостью 1000 см^3 и тщательно перемешивают.

Примечание — В случае приготовления раствора не из фиксанала (или по прошествии времени) необходимо устанавливать коэффициент поправки по ГОСТ 10398 и учитывать его в формуле расчета по 9.2.4.

Магний сернокислый *7-водный по ГОСТ 4523*, стандартный титрованный раствор концентрации *с* ($MgSO_4$) = 0,1 моль/дм^3.

Формальдегид, раствор с массовой долей формальдегида 30%.

Индикатор метиловый оранжевый, раствор с массовой долей 0,01%, *готовят по ГОСТ 4919.1.*

Таблетки индикаторные буферные, содержащие кислотный черный II (эриохром черный Т (натрий 1-(1-гидроокси-2-нафтилазо)-6-нитронафталин-4-сульфанат) и буферное вещество.

Примечание — Вместо индикаторной таблетки можно добавить 0,25 г смеси 1 г кислотного черного II (эриохром черный Т) и 100 г хлорида аммония. В этом случае в 9.2.3.2 и 9.2.3.3 цвет раствора меняется из красно-фиолетового в синий, а в 9.2.3.4 — из синего в красно-фиолетовый.

Раствор буферный с pH 10, готовят:

растворяют 70 г хлористого аммония *по ГОСТ 3773* в 774 см^3 раствора аммиака и разбавляют водой до 1000 см^3.

Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат *3-водный по ГОСТ 8864.*

Цианид калия.

Внимание! Цианид калия — смертельный яд.

9.2.3 Проведение испытания.

9.2.3.1 Образец массой 0,3000 — 0,4000 взвешивают с точностью до 0,0001 г, помещают в химический стакан вместимостью 250 см^3, прибавляют 10 см^3 соляной кислоты. Осторожно нагревают до выпаривания соляной кислоты. К остатку прибавляют 2 см^3 раствора азотной кислоты, закрывают химический стакан часовым стеклом и нагревают на плитке в течение примерно 10 мин до получения прозрачного раствора. Добавляют 100 см^3 воды, нагревают до кипения и кипятят в течение нескольких минут, фильтруют нерастворившийся остаток, если он есть, через тонкую фильтровальную бумагу *или обеззоленный фильтр "синяя лента"*, промывают разбавленной соляной кислотой, а затем водой. Фильтрат и промывные воды собирают в коническую колбу.

9.2.3.2 К раствору, полученному по 9.2.3.1, добавляют 1 — 2

капли раствора метилового оранжевого и нейтрализуют раствором гидроокиси натрия. Затем добавляют несколько кубических сантиметров (примерно 5 $см^3$) буферного раствора, одну индикаторную таблетку или 0,25 г смеси кислотного черного II и около 2 г цианида калия. Раствор титруют раствором ЭДТА до изменения цвета раствора из красно-фиолетового в серовато-зеленый (см. *5* примечание).

9.2.3.3 К раствору, полученному, как указано в 9.2.3.2, добавляют 20 $см^3$ раствора формальдегида и титруют раствором ЭДТА до изменения цвета раствора из красно-фиолетового в серовато-зеленый (см. *5* примечание). Определяют объем раствора ЭДТА, израсходованный на титрование (V_0).

9.2.3.4 К оттитрованному по 9.2.3.3 раствору добавляют 1 г диэтилдитиокарбамата натрия, несколько капель раствора аммиака с массовой долей 25% и титруют раствором сульфата магния до изменения цвета раствора из серовато-зеленого в красно-фиолетовый (см. *5* примечание), определяют объем сульфата магния, израсходованный на титрование (V_1).

9.2.4 Обработка результатов

Общую массовую долю кадмия $W_{Cd,\,o}$ и цинка $W_{Zn,\,o}$, %, вычисляют по формулам

$$W_{Cd,\,o} = \frac{V_1 \times 1{,}124}{m}, \qquad (1)$$

$$W_{Zn,\,o} = \frac{(V_0 - V_1) \times 0{,}654}{m}, \qquad (2)$$

где V_1 — объем раствора сульфата магния, израсходованный на титрование Cd по 9.2.3.4, $см^3$; V_0 — объем раствора ЭДТА, израсходованный на титрование общего количества (Cd + Zn) по 9.2.3.3, $см^3$; m — масса пробы испытуемого пигмента, г; 1,124 — коэффициент (× 100) пересчета 1 $см^3$ раствора ЭДТА в граммы Cd; 0,654 — коэффициент (× 100) пересчета 1 $см^3$ раствора ЭДТА в граммы Zn.

За результат определения принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 0,4%.

9.3 Определение содержания селена

9.3.1 Сущность метода

Растворение испытуемой пробы в бромной воде. После отгонки брома восстановление селена и осаждение солянокислым гидразином с последующим взвешиванием.

9.3.2 *Аппаратура, материалы*, реактивы и *растворы*

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Гири по ГОСТ 7328 2-го класса точности.

Электроплитка с терморегулятором по ГОСТ 14919.

Электрошкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий температуру нагрева (105 ± 2) °С.

Колба типа Кн вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 25336.

Трубка стеклянная с вытянутым наконечником.

Холодильник Либиха или типа ХПТ-1 по ГОСТ 25336.

Цилиндры вместимостью 5, 10, 50 и 100 см^3 по ГОСТ 1770.

Колба мерная вместимостью 1000 см^3 по ГОСТ 1770.

Пипетка безопасная.

Пипетка вместимостью 5 см^3 по ГОСТ 29169.

Тигель с фильтром из спекшегося стеклянного порошка пористостью 7 — 8 мкм или тигель ТФ с фильтром класса ПОР 10 по ГОСТ 25336.

Колба с тубусом по ГОСТ 25336.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Бумага тонкая фильтровальная *или фильтр обеззоленный "красная лента" или "белая лента".*

Бумага йодокрахмальная, приготовленная по ГОСТ 4517.

Вода дистиллированная *по ГОСТ 6709.*

Кислота соляная *по ГОСТ 3118* с массовой долей примерно 37%, плотностью примерно 1,18 г/см^3.

Кислота соляная, раствор концентрации *с* (HCl) примерно 0,1 моль/дм^3, *готовят по ГОСТ 25794.1.*

Бром *по ГОСТ 4109.*

Внимание! Все операции, связанные с бромом, проводят в вытяжном шкафу. Для защиты рук применяют перчатки.

Гидразин солянокислый ($H_2N \cdot NH_2 \cdot 2HCl$).

Внимание! Гидразин солянокислый — сильный яд.

Двуокись углерода *по ГОСТ 8050* или двуокись азота *по ГОСТ 9293* в виде сжатого газа.

9.3.3 Проведение испытания

Внимание! Селен и другие реактивы, используемые при испытании, опасны для здоровья. Работа с ними должна проводиться в соответствии с требованиями по охране здоровья и правилами безопасности. Все операции необходимо проводить в вытяжном шкафу.

Образец массой около 0,5 г взвешивают с точностью до 0,0001 г, помещают в коническую колбу и прибавляют 10 см^3 воды. Колбу закрывают пробкой и ее содержимое тщательно перемешивают. Добавляют 1 см^3 брома с помощью безопасной пипетки.

Колбу закрывают пробкой и выдерживают не менее 3 ч или оставляют на ночь.

После выдержки прибавляют 20 $см^3$ воды. К конической колбе присоединяют холодильник, через холодильник почти до дна колбы вводят стеклянную трубку с вытянутым наконечником. Соединяют трубку с источником двуокиси углерода или азота. Через раствор при слабом нагревании пропускают двуокись углерода или азота до полного удаления брома. Отсутствие паров брома проверяют по йодометрической (йодокрахмальной) реактивной бумаге, которую вводят в верхнюю часть холодильника.

К раствору, не содержащему бром, добавляют 5 $см^3$ соляной кислоты и фильтруют через тонкую фильтровальную бумагу (*обеззоленный фильтр "белая лента" или "красная лента"*). Промывают осадок и фильтр разбавленной соляной кислотой, а затем горячей водой до отсутствия ионов хлора.

К фильтрату и промывным водам добавляют 20 — 30 $см^3$ соляной кислоты на каждые 100 $см^3$ раствора. К охлажденному раствору добавляют 5 г солянокислого гидразина, раствор нагревают на водяной бане или слегка нагретой песчаной бане до изменения цвета осажденного красного селена в черный. Селен фильтруют через фильтрующий тигель и промывают горячей водой.

Фильтрат и промывные воды используют для определения содержания серы по 9.4.

Тигель с осадком высушивают при температуре (105 ± 2) °С в течение 1 ч, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают с точностью до 0,0001 г. Высушивание и охлаждение повторяют до тех пор, пока результат последующего взвешивания не будет отличаться от предыдущего больше чем на 0,0001 г.

9.3.4 Обработка результатов

Общую массовую долю селена $W_{Se,\,o}$, %, вычисляют по формуле

$$W_{Se,\,o} = \frac{m_2}{m_1} \times 100, \qquad (3)$$

где m_2 — масса пробы испытуемого образца, г;

m_1 — масса осадка после испытания, г.

За результат определения принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 0,4%.

9.4 Определение содержания серы

Примечание — Данный метод применяется при определении массовых долей сульфида и сульфата, за исключением нерастворимых сульфатов, например сульфата бария.

9.4.1 *Аппаратура, материалы,* реактивы и *растворы*

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Гири по ГОСТ 7328 2-го класса точности.

Печь муфельная, обеспечивающая температуру нагрева (800± 25) °С.

Электроплитка с терморегулятором по ГОСТ 14919.

Тигель фарфоровый по ГОСТ 9147.

Капельница по ГОСТ 25336.

Пипетки вместимостью 10 см^3 по ГОСТ 29169.

Цилиндр вместимостью 20 см^3 по ГОСТ 1770.

Колба мерная вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 1770.

Колба типа Кн вместимостью 250 см^3 по ГОСТ 25336.

Воронка типа В по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная тонкая или фильтр обеззоленный "синяя лента".

Вода дистиллированная *по ГОСТ 6709.*

Индикатор метиловый оранжевый, раствор с массовой долей 0,01%, *готовят по ГОСТ 4919.1.*

Аммиак водный *по ГОСТ 3760* с массовой долей аммиака 25%, плотностью примерно 0,91 г/см^3.

Кислота соляная *по ГОСТ 3118*, раствор концентрации *с* (HCl) примерно 1 моль/дм^3, *готовят по ГОСТ 25794.1.*

Барий хлористый *по ГОСТ 4108*, раствор с массовой долей хлористого бария 10%.

9.4.2 Проведение испытания

К фильтрату и промывным водам, полученным при определении содержания селена по 9.3, добавляют 5 — 6 капель метилового оранжевого и нейтрализуют раствором аммиака. К раствору добавляют 3 — 5 см^3 соляной кислоты на каждый 100 см^3 раствора, нагревают до кипения, затем перемешивая, добавляют по каплям 15 см^3 раствора хлористого бария и снова кипятят.

После охлаждения осадка (при необходимости оставляют на ночь) фильтруют через тонкую фильтровальную бумагу (*обеззоленный фильтр "синяя лента"*) и промывают осадок раствором соляной кислоты, а затем горячей водой. Фильтровальную бумагу *с осадком помещают в предварительно прокаленный тигель*, осторожно сжигают и остаток прокаливают при температуре около 800 °С. Охлаждают до комнатной температуры и взвешивают.

9.4.3 Обработка результатов

Общую массовую долю серы $W_{S,o}$, %, вычисляют по формуле

$$W_{S,o} = \frac{m_3}{m_1} \times 13{,}74, \qquad (4)$$

где m_3 — масса осадка ($BaSO_4$) после испытания, г;

m_1 — масса пробы испытуемого образца по 9.3.3, г;

13,74 — коэффициент (× 100) пересчета массы ($BaSO_4$) на массу (S).

За результат определения принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 0,4%.

9.5 Расчет суммарной массовой доли кадмия, цинка, селена и серы

Суммарную массовую долю кадмия, цинка, селены и серы, %, рассчитывают по формуле

$$W_{Cd,\,o} + W_{Zn,\,o} + W_{Se,\,o} + W_{S,\,o}, \qquad (5)$$

где $W_{Cd,\,o}$ — массовая доля кадмия в пигменте, определенная по 9.2, %;

$W_{Zn,\,o}$ — массовая доля цинка в пигменте, определенная по 9.2, %;

$W_{Se,\,o}$ — массовая доля селена в пигменте, определенная по 9.3, %;

$W_{S,\,o}$ — массовая доля серы в пигменте, определенная по 9.4, %.

9.6 Получение солянокислого экстракта

Солянокислый экстракт образца пигмента для определения содержания всех металлов, включая свинец, получают по 8.2 ГОСТ Р 50279.1.

9.7 Определение содержания "растворимой" сурьмы

Содержание "растворимой" сурьмы в образце пигмента определяют по ГОСТ Р 50279.4 методом пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии. Для расчета содержания "растворимой" сурьмы используют первую формулу, приведенную в 3.6.1.1 ГОСТ Р 50279.4, умножив результат на объем взятого для испытания экстракта, который принимают равным 20 $см^3$.

Экстракт пигмента готовят по 9.6.

9.8 Определение содержания "растворимого" мышьяка

Содержание "растворимого" мышьяка в образце пигмента определяют по методике, изложенной в приложении Б.

9.9 Определение содержания "растворимого" бария

Содержание "растворимого" бария в образце пигмента определяют по ГОСТ Р 50279.5. Для расчета содержания "раствори-

мого" бария используют первую формулу, приведенную в 7.1.1 ГОСТ Р 50279.5, умножив результат на объем взятого для испытания экстракта, который принимают равным 20 $см^3$.

Экстракт готовят по 9.6.

9.10 Определение содержания "растворимого" кадмия и "растворимого" цинка

Примечание — Для определения кислоторастворимого кадмия и кислоторастворимого цинка в пигменте применяют два метода испытания. При разногласиях в оценке содержания кислоторастворимого кадмия применяют метод атомно-абсорбционной спектрометрии по 9.10.1. Другие методы применяют по согласованию с заинтересованными сторонами. Если стороны согласны на использование комплексонометрического метода, то используют метод, описанный в 9.10.2 *или в приложении В*.

9.10.1 Метод пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии

Содержание "растворимого" кадмия в образце пигмента определяют по ГОСТ Р 50279.6 методом пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии. Для расчета содержания "растворимого" кадмия используют первую формулу по 3.5.1.1 ГОСТ Р 50279.6, умножив результат на объем взятого экстракта, который принимают равным 20 $см^3$.

9.10.2 Комплексонометрический метод

9.10.2.1 Сущность метода

Совместное титрование ионов кадмия и цинка раствором ЭДТА. Разрушение комплекса кадмий-ЭДТА при добавлении диэтилдитиокарбамата натрия и обратное титрование избытка ЭДТА, соответствующего кадмию, раствором сульфата магния.

Далее титрование щелочно-земельных металлов в испытуемом растворе раствором ЭДТА и расчет объема раствора ЭДТА, отдельно израсходованного на титрование цинка.

9.10.2.2 Аппаратура, реактивы *и растворы*

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1 кг.

Гири по ГОСТ 7328 3-го класса точности.

Пипетки вместимостью *10* и 20 $см^3$ *по ГОСТ 29169.*

Цилиндр вместимостью 50 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Колба типа Кн вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Колбы мерные вместимостью 1000 $дм^3$ по ГОСТ 1770.

Капельница по ГОСТ 25336.

Бюретки вместимостью 10 и 25 $см^3$ по ГОСТ 29251.

Вода дистиллированная *по ГОСТ 6709.*

Аммиак водный *по ГОСТ 3760* с массовой долей примерно 25%, плотностью примерно 0,91 $г/см^3$.

Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б, ЭДТА) по ГОСТ 10652, стандартный титрованный раствор концентрации *с* (ЭДТА) = 0,01 моль/дм^3, готовят:

растворяют 3,7225 г динатриевой соли этилендиамина тетрауксусной кислоты (ЭДТА динатриевая соль) в воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 с одной отметкой, разбавляют водой до метки и тщательно перемешивают.

Магний сернокислый *7-водный по ГОСТ 4523*, стандартный титрованный раствор концентрации *с* ($MgSO_4$) = 0,01 моль/дм^3.

Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат *3-водный по ГОСТ 8864*.

Цианид калия, раствор концентрации 65 г/дм^3.

Внимание! Цианид калия — смертельный яд.

Кислотный черный II (эриохром черный Т), смесь. Смешивают 1 г кислотного черного II со 100 г хлористого аммония *по ГОСТ 3773*.

Индикатор метиловый оранжевый, раствор с массовой долей 0,01%, *готовят по ГОСТ 4919.1*.

9.10.2.3 Проведение испытания

Пипеткой отбирают 20 см^3 солянокислого экстракта, полученного по 9.6, помещают в коническую колбу и разбавляют водой до 50 см^3. Добавляют 1 — 2 капли раствора метилового оранжевого и нейтрализуют раствором аммиака. Добавляют еще 1 см^3 раствора аммиака и затем 0,25 г смеси кислотного черного II. Титруют раствором ЭДТА до изменения цвета раствора из красно-фиолетового в синий. Затем добавляют еще 3 см^3 раствора ЭДТА, осторожно перемешивают, измеряют общий объем добавленного раствора ЭДТА (V_3) и проводят обратное титрование раствором сульфата магния, пока красно-фиолетовый цвет не станет стабильным. Записывают объем сульфата магния (V_4).

Прибавляют около 1 г диэтилдитиокарбамата натрия, осторожно встряхивают и титруют выделившийся ЭДТА раствором сульфата магния до изменения цвета раствора. Записывают объем сульфата магния (V_5).

Отбирают пипеткой новую порцию 20 см^3 солянокислого экстракта, разбавляют водой до 50 см^3. Добавляют 1 — 2 капли раствора метилового оранжевого и нейтрализуют раствором аммиака. Добавляют еще 1 см^3 раствора аммиака, 10 см^3 раствора цианида калия, 0,25 г кислотного черного II и титруют раствором ЭДТА до изменения цвета раствора. Записывают объем использованного раствора ЭДТА (V_6).

9.10.2.4 Обработка результатов

Массовые доли "растворимого" кадмия $W_{Cd,\,р}$ и "растворимого" цинка $W_{Zn,\,р}$, %, вычисляют по формулам

$$W_{Cd,\,р} = \frac{V_5 \cdot V_1 \cdot 0{,}1124}{m_4 \cdot V_2}, \qquad (6)$$

$$W_{Zn,р} = [V_3 - (V_4 + V_5 + V_6)] \cdot 0{,}0654 \cdot \frac{V_1}{V_2} \cdot \frac{100}{m_4 \cdot 1000}, \qquad (7)$$

где V_5 — объем раствора сульфата магния, израсходованный после добавления диэтилдитиокарбамата натрия, $см^3$;

V_1 — объем соляной кислоты и этанола, использованный для экстракции по 8.2 ГОСТ Р 50279.1, принимаемый равным 77 $см^3$, $см^3$;

0,1124 — коэффициент (× 100) пересчета кубических сантиметров раствора ЭДТА в граммы Cd;

m_4 — масса пробы испытуемого пигмента, принимаемая равной (5,00 ± 0,01) г, г;

V_2 — объем солянокислого экстракта, использованный для определения и принимаемый равным 20 $см^3$, $см^3$;

V_3 — объем раствора ЭДТА, добавленный к испытуемому раствору, $см^3$;

V_4 — объем раствора сульфата магния, израсходованный на титрование перед добавлением диэтилдитиокарбамата натрия, $см^3$;

V_6 — объем раствора ЭДТА, израсходованный на титрование раствора, обработанного цианистым калием, $см^3$;

0,0654 — коэффициент (×100) пересчета кубических сантиметров раствора ЭДТА в граммы Zn.

9.11 Определение содержания "растворимого" хрома

Содержание "растворимого" хрома в образце пигмента определяют по ГОСТ Р 50279.8. Для расчета содержания "растворимого" хрома используют первую формулу, приведенную в 7.1 ГОСТ Р 50279.8, умножив результат на объем взятого для испытания экстракта, который принимают равным 20 $см^3$.

Экстракт пигмента готовят по 9.6.

9.12 Определение содержания "растворимого" свинца

Содержание "растворимого" свинца в образце пигмента определяют по ГОСТ Р 50279.3 методом пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии. Для расчета содержания "растворимого" свинца используют первую формулу, приведенную в 3.5.1.1 ГОСТ Р 50279.3, умножив результат на объем взятого для испытания экстракта, который принимают равным 20 $см^3$.

Экстракт готовят по 9.6.

9.13 Определение содержания "растворимой" ртути

Содержание "растворимой" ртути в образце пигмента определяют по ГОСТ Р 50279.9. Для расчета содержания "растворимой" ртути используют первую формулу, приведенную в 7.1.1 ГОСТ Р 50279.9, умножив результат на объем взятого для испытания экстракта, который принимают равным 20 $см^3$.

Экстракт пигмента готовят по 9.6.

9.14 Определение содержания "растворимого" селена

Содержание "растворимого" селена в образце пигмента определяют по методике, изложенной в приложении Г.

Экстракт пигмента готовят по 9.6.

9.15 Определение содержания "растворимого" цинка

Примечание — Для определения кислоторастворимого цинка применяют два метода. При разногласиях в оценке содержания кислоторастворимого цинка применяют метод атомно-абсорбционной спектрометрии по 9.15.1. Если стороны согласны на использование комплексонометрического метода, то используют этот метод, описанный в 9.10.2 *или в приложении В.*

9.15.1 Метод пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии

Сущность метода

Введение испытуемого раствора в пламя смеси ацетилена с воздухом. Измерение абсорбции избирательной спектральной линии, излучаемой цинковой лампой с полым катодом или газоразрядной лампой, в области 213,9 нм.

9.15.2 Аппаратура, реактивы *и растворы*

Пламенный атомно-абсорбционный спектрометр, используемый для проведения измерений при длине волны 213,9 нм, снабженный горелкой, питающейся смесью ацетилена и воздуха.

Цинковая лампа с полым катодом или цинковая газоразрядная лампа.

Пипетка вместимостью 10 $см^3$ *по ГОСТ 29169.*

Бюретки вместимостью 50 $см^3$ *по ГОСТ 29251.*

Колбы мерные с одной отметкой вместимостью 100 и 1000 $см^3$ *по ГОСТ 1770.*

Вода дистиллированная *по ГОСТ 6709.*

Кислота соляная *по ГОСТ 3118*, раствор концентрации c (HCl) = 0,07 моль/$дм^3$.

Ацетилен технический в стальном баллоне *по ГОСТ 5457.*

Воздух сжатый.

Стандартный титрованный раствор цинка, содержащий 1 г Zn в 1 $дм^3$, приготовленный одним из следующих способов:

содержимое ампулы со стандартным цинковым раствором, содержащим 1 г Zn, переливают в мерную колбу с одной отметкой вместимостью 1000 $см^3$, добавляют до метки раствор соляной кислоты и тщательно перемешивают;

4,3986 г семиводного сульфата цинка ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$), взвешенного с точностью до 0,0001 г, помещают в мерную колбу с одной отметкой вместимостью 1000 $см^3$, растворяют в растворе соляной кислоты, доводят объем до метки тем же раствором соляной кислоты и тщательно перемешивают.

1 $см^3$ данного стандартного титрованного раствора содержит 1 мг Zn.

Стандартный раствор цинка, содержащий 10 мг Zn в 1 $дм^3$.

Этот раствор готовят в день использования.

Отбирают пипеткой 10 $см^3$ стандартного титрованного раствора и помещают в мерную колбу с одной отметкой вместимостью 1000 $см^3$, разбавляют раствором соляной кислоты до метки и тщательно перемешивают.

1 $см^3$ данного стандартного раствора содержит 10 мкг Zn.

9.15.3 Проведение испытания

9.15.3.1 Построение градуировочного графика

9.15.3.1.1 Приготовление стандартных градуировочных растворов

В семь мерных колб с одной отметкой вместимостью 100 $см^3$ вводят из бюретки стандартный раствор цинка в объемах, указанных в таблице 4, доводят объем растворов до метки раствором соляной кислоты и тщательно перемешивают.

Таблица 4 — Стандартные градуировочные растворы

Номер стандартного раствора	Объем стандартного раствора цинка, $см^3$	Концентрация цинка в стандартном градуировочном растворе, мкг/$см^3$
0*	0	0
1	5	0,5
2	10	1,0
3	15	1,5
4	20	2,0
5	25	2,5
6	30	3,0

* Контрольный раствор

9.15.3.1.2 Спектрометрические измерения

Цинковый спектральный источник помещают в спектрометр и создают условия для определения цинка. Прибор настраивают в соответствии с инструкцией и устанавливают монохроматор на длину волны 213,9 нм с целью получения максимума абсорбции.

Поток ацетилена и воздуха регулируют в соответствии с характеристиками аспиратора-горелки и зажигают пламя. Интервал измерения подбирают так, чтобы стандартный градуировочный раствор № 6 давал максимальное (полное) отклонение шкалы.

В пламя горелки вводят каждый из указанных стандартных градуировочных растворов в порядке увеличения концентрации. Испытание повторяют со стандартным градуировочным раствором № 5, чтобы удостовериться в стабильности прибора. Воду через горелку подают равномерно между испытаниями, одновременно соблюдая меры осторожности при поддержании равномерной скорости аспирации.

9.15.3.1.3 Градуировочный график

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массу цинка в микрограммах, содержащуюся в 1 $см^3$ стандартного градуировочного раствора, а по оси ординат — соответствующее значение абсорбции, уменьшенное на значение абсорбции контрольного раствора.

9.15.3.2 Испытание

Измеряют по спектрометру абсорбцию соляной кислоты, предварительно настроив прибор по 9.15.3.1.2. Затем измеряют абсорбцию каждого испытуемого раствора, полученного в соответствии с 9.6, три раза и измеряют абсорбцию соляной кислоты. В конце работы вновь определяют абсорбцию стандартного градуировочного раствора № 5 с целью проверки стабильности работы прибора. Если абсорбция испытуемого раствора выше, чем абсорбция стандартного градуировочного раствора большей концентрации, испытуемый раствор разбавляют (коэффициент разбавления F) определенным объемом раствора соляной кислоты.

9.15.3.3 Обработка результатов

Массовую долю "растворимого" цинка $W_{Zn,\ р}$, %, рассчитывают по формуле

$$W_{Zn,\ р} = \frac{a \cdot F \cdot 0{,}015}{m_5}, \qquad (8)$$

где a — концентрация цинка в испытуемом растворе, полученная по градуировочному графику, мкг/$см^3$;

F — коэффициент разбавления по 9.15.3.2;

m_5 — масса пробы испытуемого пигмента, принятая равной (5,00 ± 0,01) г, г.

9.16 Определение термостойкости

9.16.1 Сущность метода

Выдерживание испытуемого и стандартного образцов пигмента при температуре (400±25) °С в инертной атмосфере, охлаждение и определение изменения цвета пигмента или его красящей способности.

9.16.2. Аппаратура и материалы

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1 кг.

Гири по ГОСТ 7328 3-го класса точности.

Чашки фарфоровые № 1 или № 2 по ГОСТ 9147.

Электропечь камерная, обеспечивающая температуру нагрева (400 ± 25) °С.

Кювета металлическая с крышкой размером около 120 × 110 × 60 мм с отводом для шланга диаметром не менее 10 мм и длиной 10 — 15 мм.

Бумага по ГОСТ 597 или другого типа.

Азот жидкий по ГОСТ 9293.

9.16.3 Проведение испытания

Пробу пигмента массой 5,0 — 6,0 г испытуемого и согласованного стандартных образцов пигмента помещают в фарфоровую чашку, затем в металлическую кювету. Кювету закрывают крышкой и помещают в электропечь, нагретую до температуры (400 ± 25) °С. Отвод кюветы выводят из печи и одевают на него шланг для подачи азота. Образцы пигмента выдерживают в электропечи в инертной атмосфере в течение 5 мин.

Затем образцы пигмента охлаждают до комнатной температуры, высыпают на лист белой бумаги и, положив сверху второй лист, выравнивают рукой поверхность пигмента.

Цвет испытуемого образца и стандартного согласованного образца сравнивают при рассеянном дневном свете. Допускается проводить сравнение цвета при искусственном дневном свете.

При сравнении отмечают степень изменения цвета испытуемого пигмента, равную, меньшую или большую, чем степень изменения цвета согласованного образца.

По согласованию с заинтересованными сторонами может быть проведено сравнение изменения красящей способности испытуемого образца пигмента и стандартного согласованного образца. Определение красящей способности проводят в соответствии с ГОСТ 16872 визуальным методом.

Примечание — При необходимости по согласованию между заинтересованными сторонами допускается для измерения цветовых различий применять подходящий колориметр.

10 ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

Транспортирование и хранение по ГОСТ 9980.5.

11 ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

11.1 Изготовитель гарантирует соответствие качества кадмиевых пигментов требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

11.2 Гарантийный срок хранения — 3 г со дня изготовления.

12 ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

Протокол испытания должен содержать следующие данные:

— тип и обозначение испытуемого продукта;

— ссылку на настоящий стандарт;

— результаты испытаний, использованный метод испытания и вывод о соответствии пигмента нормам стандарта;

— отклонения от приведенных в стандарте методов испытания, сведения о согласовании их с заинтересованными сторонами;

— дату проведения испытания.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(информационное)

ЦВЕТОВОЙ АССОРТИМЕНТ И КОДЫ ОКП КАДМИЕВЫХ ПИГМЕНТОВ

Наименование пигмента	*Код ОКП*
Кадмий лимонный	*23 3124 0100*
Кадмий желтый светлый	*23 3124 0200*
Кадмий желтый средний	*23 3124 0300*
Кадмий желтый темный	*23 3124 0400*
Кадмий оранжевый	*23 3124 0500*
Кадмий оранжево-красный	*23 3124 0600*
Кадмий красный светлый	*23 3124 0700*
Кадмий красный темный	*23 3124 0800*
Кадмий пурпурный	*23 3124 0900*

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(обязательное)

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ "РАСТВОРИМОГО" МЫШЬЯКА. МЕТОД ПЛАМЕННОЙ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ (ИСО 3856.9)

Б.1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Данный метод может быть использован для пигментов с массовой долей "растворимого" мышьяка от 0,005 до 5%.

Метод пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии должен применяться как арбитражный.

Б.2 ССЫЛКИ

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

ГОСТ 6709* Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 29169 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ Р 50279.1—92 Материалы лакокрасочные. Методы определения содержания металлов. Приготовление кислых экстрактов из лакокрасочных материалов в жидкой или порошковой формах

Б.3 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Выделение летучего гидрида мышьяка (AsH_3) путем восстановления боргидридом натрия с последующим термическим разложением в пламени азотно-водородной смеси или другим способом, используя для термического разложения мышьяка нагреваемую кварцевую трубку. Измерение абсорбции избирательной спектральной линии, излучаемой мышьяковистой лампой с полым катодом или мышьяковистой газо-разрядной лампой производят при длине волны 193,7 нм.

Б.4 РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

При проведении испытаний применяют реактивы квалификации "чистый для анализа" и дистиллированную воду *по ГОСТ 6709.*

Б.4.1 Кислота соляная, раствор концентрации c (HCl) = 0,07 моль/дм^3.

Б.4.2 Кислота соляная с массовой долей примерно 37%, плотностью примерно 1,18 г/см^3.

Б.4.3 Водород технический.

Б.4.4 Азот, баллон с белой отметкой.

Б.4.5 Мышьяк, стандартный титрованный раствор, содержащий 1 г As в 1 дм^3, приготовленный одним из способов:

— содержимое ампулы со стандартным раствором мышьяка (1 г As) переливают в мерную колбу с одной отметкой вместимостью 1000 см^3, добавляют до метки раствор соляной кислоты и тщательно перемешивают;

— 1,321 г трехокиси мышьяка (As_2O_3) взвешивают с точностью до 0,001 г, помещают в химический стакан вместимостью 250 см^3 и добавляют 100 см^3 раствора гидроокиси натрия (40 г/дм^3).

Перемешивают до растворения и переливают в мерную колбу с одной отметкой

---

* *Допускается пользоваться данным стандартом до прямого введения ИСО 3696 в качестве государственного стандарта.*

вместимостью 1000 $см^3$. Раствором соляной кислоты доводят объем раствора до метки и тщательно перемешивают.

1 $см^3$ стандартного титрованного раствора содержит 1 мг As.

Б.4.6 Стандартный раствор мышьяка, содержащий 10 мг As в 1 $дм^3$.

10 $см^3$ стандартного титрованного раствора отбирают пипеткой и помещают в мерную колбу с одной отметкой вместимостью 1000 $см^3$, добавляют раствор соляной кислоты до метки и тщательно перемешивают.

Раствор готовят непосредственно перед применением.

1 $см^3$ этого раствора содержит 10 мкг As.

Б.4.7 Калия гидроксид, раствор с массовой долей 10%, готовят:

50 г гранулированного гидрооксида калия растворяют в 450 $см^3$ воды.

Б.4.8 Натрия борогидрид ($NaBH_4$), раствор готовят:

2 г борогидрида натрия растворяют в 100 $см^3$ воды, содержащей 5 $см^3$ раствора гидроксида калия. Раствор фильтруют через мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм и хранят в чистой плотно закрытой стеклянной бутылке. Раствор следует хранить не более трех недель.

Б.4.9 Йодид натрия, раствор с массовой долей 10%, готовят:

10 г кристаллов йодида натрия растворяют в 90 $см^3$ воды.

Б.5 АППАРАТУРА

Применяют обычное лабораторное оборудование и оборудование по Б.5.1 — Б.5.8.

Б.5.1 Пламенный атомно-абсорбционный спектрометр, пригодный для измерения излучения при длине волны 193,7 нм, снабженный горелкой, работающей на водородно-азотной смеси, или любой другой специальной трубкой, пригодной для термического разложения образовавшегося дигидрида.

Б.5.2 Мышьяковистая лампа с полым катодом или газоразрядная безэлектродная трубка.

Б.5.3 Потенциометрический самописец, имеющий при полной шкале в диапазоне 10 мВ время отклика не более 0,5 с.

Примечание — В атомно-абсорбционный спектрометр может быть вмонтировано устройство для измерения пика, например электронный интегратор.

Б.5.4 Расходомер, снабженный игольчатым клапаном из нержавеющей стали, с пределами измерения 1 — 5 $дм^3$/мин.

Б.5.5 Шприц вместимостью 10 $см^3$ с иглой, имеющей внешний диаметр 0,7 мм.

Б.5.6 Микрошприц вместимостью 50 $мм^3$ с ценой деления 10 $мм^3$.

Б.5.7 Аппарат для получения гидрида, состоящий из стандартных стеклянных приборов, соединенных между собой с помощью стеклянных шлифов и эластичных полихлорвиниловых трубок. Отверстие для выхода газа из реактора должно быть подсоединено непосредственно к входному отверстию для ввода окислительного газа распылителя спектрометра (рисунок Б.1.).

Отверстия распылителя и трубки для подвода газов должны быть полностью герметизированы для предотвращения попадания воздуха в пламя.

Б.5.8 Мерные колбы с одной отметкой вместимостью 100 и 1000 $см^3$ *по ГОСТ 1770.*

Б.6 ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

Б.6.1 *Построение градуировочного графика*

Б.6.1.1 Приготовление стандартных градуировочных растворов

10 $см^3$ соляной кислоты вводят с помощью пипетки в реактор, затем добавляют 10 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и слегка перемешивают. С помощью

микрошприца впрыскивают выбранный в соответствии с таблицей Б.1 объем стандартного раствора мышьяка и снова слегка перемешивают. Проводят спектрометрические измерения летучего дигидрида мышьяка по Б.6.1.2, затрачивая на эти измерения не более 2 мин. Процедуру повторяют последовательно для всего градуировочного ряда стандартного раствора, используя объемы, указанные в таблице Б.1.

Таблица Б.1

Номер стандартного раствора	Объем стандартного раствора мышьяка, $мм^3$	Концентрация мышьяка в стандартном градуировочном растворе, мкг
0*	0	0
1	10	0,1
2	20	0,2
3	30	0,3
4	40	0,4
5	50	0,5

*Контрольный раствор

Б.6.1.2 Спектрометрические измерения

Мышьяковистую лампу с полым катодом помещают в спектрометр и включают прибор на время, необходимое для достижения стабильности работы прибора, особенно это необходимо при использовании дейтериевой и водородной ламп, которые используются для корректирования фона. Настраивают прибор в соответствии с инструкцией изготовителя.

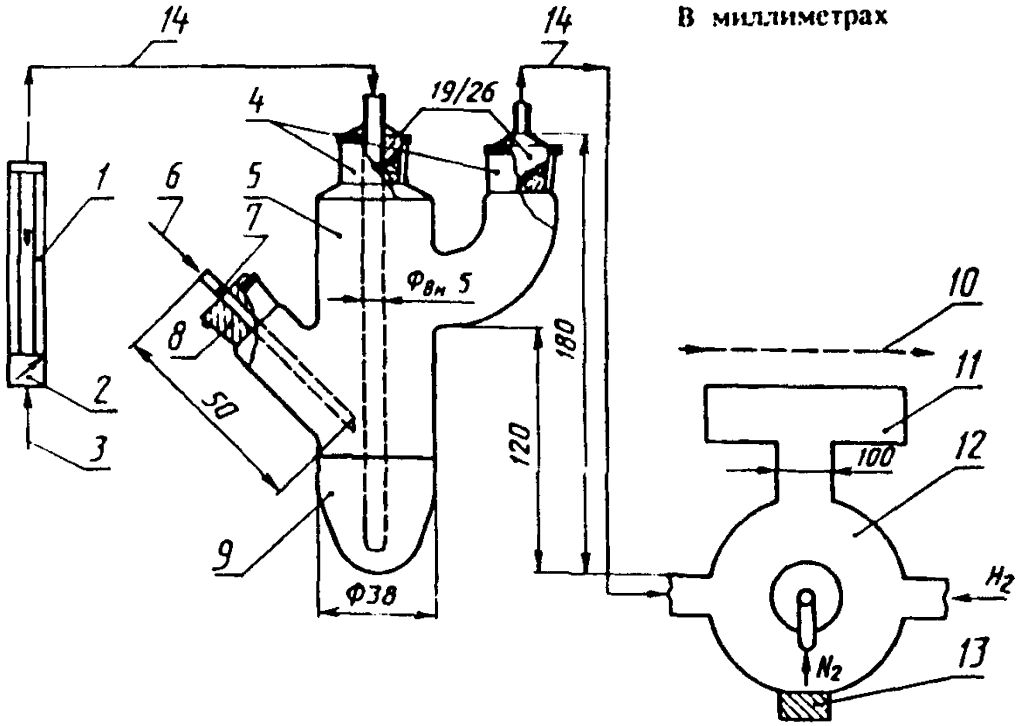
Реактор для получения гидрида, содержащий раствор сравнения № 5, соединяют с отверстием подачи газа-окислителя (рисунок Б.1) и подают азот в течение 10 — 20 с для удаления воздуха, предварительно установив оптимальную скорость потока. Быстро, но осторожно впрыскивают с помощью шприца 5 $см^3$ раствора борогидрида натрия и оставляют шприц в том же положении. Через несколько секунд наблюдают пик, соответствующий добавленной массе мышьяка, над линией фона шумов потенциометрического самописца. Устанавливают монохроматор в области длины волны 193,7 нм и скорость потока водорода и азота в горелке таким образом, чтобы пламя было стабильным и прозрачным. Излучение мышьяковистой лампы с полым катодом регулируют с помощью лампы, корректирующей фон, для устранения всех нехарактерных поглощений во время прохождения гидрида и сопутствующих газов через пламя. Если используют самописец, то устанавливают базисную линию. Скорость потока азота и записывающего устройства устанавливают таким образом, чтобы получить острый пик высотой, соответствующей приблизительно 90% полной шкалы отклонения для стандартного градуировочного раствора № 5, содержащего 0,5 мкг мышьяка.

Повторяют процедуру для каждого из указанных в таблице Б.1 стандартных градуировочных растворов и делают необходимую поправку на контрольный раствор.

Примечания

1 При необходимости для подбора оптимальных условий работы системы и проверки наличия нежелательных шумов испытания повторяют несколько раз, используя стандартный раствор № 5.

2 Для автоматического распределения раствора борогидрида натрия и



1 — расходомер; *2* — игольчатый клапан; *3* — подача газа-носителя; *4* — стеклянные шлифовые соединения; *5* — реактор; *6* — впрыскивание борогидрида натрия с помощью шприца; *7* — игла; *8* — пробка-втулка; *9* — испытуемый раствор; *10* — оптический путь спектрометра; *11* — горелка; *12* — распылитель; *13* — вентиляционная заглушка для вывода избыточного газа; *14* — соединительные гибкие трубки

Рисунок Б.1 — Схема аппарата для образования гидрида мышьяка и селена

термического разложения гидрида мышьяка в нагреваемой кварцевой трубке может быть использовано и другое оборудование.

Б.6.1.3. Построение графика

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массу мышьяка в микрограммах, содержащуюся в стандартном градуировочном растворе, а по оси ординат — соответствующее значение абсорбции (разность между значениями соответствующих высот пика стандартного градуировочного раствора и контрольного раствора).

Примечание — График должен иметь вид прямой линии.

Б.6.2 Испытуемый раствор

Для проведения испытания используют раствор солянокислого экстракта, полученного в соответствии с 8.2.3 ГОСТ Р 50279.1.

Б.6.3 Испытание

20 $см^3$ солянокислого экстракта с помощью пипетки помещают в реактор, добавляют 10 $см^3$ соляной кислоты и 0,5 $см^3$ раствора йодида натрия. Реактор подсоединяют к прибору и продувают азот в течение 10 — 20 с для перемешивания смеси и удаления воздуха. Проводят спектрометрические измерения по Б.6.1.2 и измеряют высоту пика, соответствующего мышьяку, и делают необходимую поправку на контрольный раствор. Повторно проводят испытания с 20 $см^3$ испытуемого раствора. Сравнивают максимальное значение высоты пика со

значениями, полученными для стандартных градуировочных растворов, и повторяют испытание для самого ближайшего по номеру стандартного градуировочного раствора с целью проверки стабильности работы прибора. Если абсорбция испытуемого раствора (высота пика) выше, чем абсорбция стандартного градуировочного раствора большей концентрации, то испытуемый раствор разбавляют (коэффициент разбавления F) определенным объемом раствора соляной кислоты, но при этом объем образца в реакторе должен оставаться постоянным, т.е. 20 $см^3$. По градуировочному графику определяют массу мышьяка в 20 $см^3$ испытуемого раствора.

Б.6.4 Обработка результатов

Массу "растворимого" мышьяка m_0, г, в солянокислом экстракте пигмента, полученном в соответствии с методом, приведенным в 8.2.3 ГОСТ Р 50279.1, вычисляют по формуле

$$m_0 = \frac{(a_1 - a_0) \cdot V_1 \cdot F}{20 \cdot 10^6}, \qquad (Б.1)$$

где a_1 — масса мышьяка в испытуемом растворе, определенная по графику, мкг;

a_0 — масса мышьяка в контрольном испытуемом растворе, приготовленном в соответствии с 8.4 ГОСТ Р 50279.1, мкг;

V_1 — объем раствора соляной кислоты и этанола, используемый для экстрагирования по 8.2.3 ГОСТ Р 50279.1, принимаемый равным 77 $см^3$, $см^3$;

F — коэффициент разбавления по Б.6.3.

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(рекомендуемое)

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ "РАСТВОРИМОГО" КАДМИЯ И "РАСТВОРИМОГО" ЦИНКА КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

В.1 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Совместное титрование ионов кадмия и цинка раствором ЭДТА. Связывание ионов кадмия диэтилдитиокарбаматом натрия и титрование ионов цинка раствором ЭДТА. Расчет объема раствора ЭДТА, отдельно израсходованного на титрование цинка.

В.2 АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1 кг.

Гири по ГОСТ 7328 3-го класса точности.

Пипетки с одной отметкой вместимостью 1, 5, 10, 50 $см^3$ по ГОСТ 29169.

Бюретки вместимостью 10 и 25 $см^3$ по ГОСТ 29251.

Колбы типа Кн вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Бумага индикаторная лакмусовая.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор аммиака с массовой долей 10 и 25%.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Аммоний фтористый кислый по ГОСТ 9546.

Раствор буферный с pH = 9,5 — 10,0, готовят:

54,000 г хлористого аммония растворяют в 150 — 200 $см^3$ воды в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ с одной отметкой, приливают 350 $см^3$ раствора аммиака с массовой долей 25% и доводят объем раствора водой до метки.

Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат 3-водный по ГОСТ 8864, водный раствор с массовой долей 10%.

Эриохром черный Т, готовят по ГОСТ 4919.1.

Сульфарсазен, готовят по ГОСТ 4919.1.

Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б, ЭДТА) по ГОСТ 10652, стандартный титрованный раствор концентрации с (ЭДТА) = 0,05 моль/$дм^3$, готовят и сохраняют по ГОСТ 10398. Допускается готовить стандартный титрованный раствор, используя стандарт-титр (фиксанал) в ампулах.

Триэтаноламин чистый (2, 2', 2''-нитрилоэтанол).

В.3 ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

В.3.1 Отбирают пипеткой 50 $см^3$ солянокислого экстракта пигмента, полученного в соответствии с 9.6, помещают в коническую колбу, нейтрализуют раствором аммиака с массовой долей 10% до слабощелочной реакции (по изменению окраски лакмусовой бумаги). Затем к раствору приливают 5 $см^3$ буферного раствора, 0,1 г индикаторной смеси эриохрома черного Т или 0,4 $см^3$ раствора сульфарсазена и титруют раствором ЭДТА до перехода красно-фиолетовой окраски в синюю (в случае применения эриохрома черного Т) или до перехода розовой окраски в лимонно-желтую (в случае применения сульфарсазена).

Для пигментов, содержащих соединения цинка, отбирают новую порцию 50 $см^3$ солянокислого экстракта, приливают 5 $см^3$ буферного раствора, добавляют 1 $см^3$ раствора (или 0,1 г сухого) диэтилдитиокарбамата натрия, 0,1 г

индикатора эриохрома черного Т или 0,4 см^3 раствора сульфарсазена и перемешивают. Затем проводят титрование раствором ЭДТА до изменения окраски, как описано выше. Записывают объем раствора ЭДТА, израсходованного на титрование цинка (V_6). Присутствие в пробе осадка образовавшегося тиокарбамата кадмия не мешает переходу окраски индикатора.

При испытании пигментов, содержащих оксид алюминия, в пробу солянокислого экстракта перед добавлением индикатора вводят 1 — 2 см^3 триэталоламина или 1,0 — 2,0 г фтористого аммония. В случае добавления триэтаноламина пробу охлаждают ледяной водой. Далее испытание проводят по методике, описанной выше.

В.4 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовые доли "растворимого" кадмия $W_{Cd,p}$ и "растворимого" цинка $W_{Zn,p}$, %, вычисляют по формулам:

$$W_{Cd,p} = \frac{(V_2 - V_3) \cdot 0{,}00562 \cdot V_1 \cdot 100}{m \cdot 50}, \qquad (B.1)$$

$$W_{Zn,p} = \frac{V_3 \cdot 0{,}00327 \cdot V_1 \cdot 100}{m \cdot 50}, \qquad (B.2)$$

где V_2 — объем раствора ЭДТА, израсходованный на совместное титрование ионов цинка и кадмия, см^3;

V_3 — объем раствора ЭДТА, израсходованный на титрование ионов цинка, см^3;

0,00562 — коэффициент пересчета кубических сантиметров раствора ЭДТА в граммы Cd;

V_1 — объем соляной кислоты и этанола, использованный для экстракции по 9.6, принимаемый равным 77 см^3, см^3;

m — масса пробы испытуемого пигмента, принимаемая равной (5,00 ± ±0,01) г, г;

0,00327 — коэффициент пересчета кубических сантиметров раствора ЭДТА в граммы Zn.

За результат определения принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 0,01%.

ПРИЛОЖЕНИЕ Г
(обязательное)

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ "РАСТВОРИМОГО" СЕЛЕНА. МЕТОД АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С ОБРАЗОВАНИЕМ ГИДРИДА (ИСО 3856.8)

Г.1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Данный метод может быть использован для пигментов с массовой долей "растворимого" селена от 0,005 до 5%.

Метод атомно-абсорбционной спектрометрии с образованием гидрида должен применяться как арбитражный.

Внимание! Процедура, описанная в данном методе, должна выполняться квалифицированными специалистами или другим обученным персоналом. Вещества, используемые в данном стандарте и процедура испытания могут оказывать вредное воздействие на здоровье, если не будут приняты меры предосторожности. Следует обратить особое внимание на опасность при работе с вредными веществами по 3.2.5 и 3.2.7.

Г.2 ССЫЛКИ

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

ГОСТ 6709 *Вода дистиллированная. Технические условия.*

ГОСТ 29169 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29251 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

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

Г.3 МЕТОД ОБРАЗОВАНИЯ ГИДРИДА

Г.3.1 С у щ н о с т ь м е т о д а

Выделение летучего гидрида селена (гидрида) путем восстановления боргидридом натрия с последующим термическим разложением, используя горелку с водородно-азотным или водородно-аргоновым пламенем, или другим способом, используя для термического разложения нагреваемую кварцевую трубку. Измерение абсорбции избирательной спектральной линии, излучаемой селеновой лампой с полым катодом или селеновой безэлектродной разрядной трубкой в области 196,0 нм.

Г.3.2 Р е а к т и в ы

При проведении испытания применяют реактивы квалификации "чистый для анализа" и дистиллированную воду *по ГОСТ 6709.*

Г.3.2.1. Кислота соляная с массовой долей кислоты примерно 37%, плотностью примерно 1,18 г/см^3.

Г.3.2.2. Кислота соляная, раствор концентрации c (HCl) = 0,07 моль/дм^3.

Г.3.2.3. Водород со степенью чистоты не менее 99,9%.

Г.3.2.4. Газ-носитель: азот или аргон. Азот должен содержать не более 10 объемов кислорода на миллион, т.е. 99,999% азота, аргон должен быть аналитической квалификации.

Г.3.2.5 Селен, стандартный основной раствор, содержащий 1 г Se в 1 дм^3, приготовленный одним из способов:

---

* *Допускается пользоваться данным стандартом до прямого введения ИСО 3696 в качестве государственного стандарта.*

— содержимое ампулы со стандартным раствором селена, содержащим 1 г Se, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ с одной отметкой, разбавляют до метки раствором соляной кислоты и тщательно перемешивают;

— 2,212 г селенита натрия (Na_2SeO_3) взвешивают с точностью до 0,001 г, растворяют в растворе соляной кислоты в мерной колбе с одной отметкой вместимостью 1000 $см^3$ и разбавляют до метки той же соляной кислотой и тщательно перемешивают;

— 1 г металлического селена взвешивают с точностью до 0,001 г, растворяют в минимальном объеме концентрированной азотной кислоты (с плотностью ρ = 1,42 $г/см^3$) и выпаривают досуха. Добавляют 2 $см^3$ воды и снова выпаривают досуха. Процедуру добавления воды и выпаривания повторяют еще дважды. Растворяют остаток разбавленной соляной кислотой, полученной добавлением 1 части (по объему) концентрированной соляной кислоты к 9 частям (по объему) воды, и переливают раствор в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$. Доводят объем раствора до метки раствором соляной кислоты с массовой долей 10% и тщательно перемешивают.

1 $см^3$ этих растворов содержит 1 мг Se.

Внимание! Селен и его растворы токсичны. Не следует вдыхать пыль или пары, допускать попадания в глаза и на кожу.

Г.3.2.6 Стандартный раствор селена, содержащий 10 мг Se в 1 $дм^3$.

Этот раствор следует готовить в день использования.

10 $см^3$ стандартного раствора селена отбирают пипеткой, помещают в мерную колбу с одной отметкой вместимостью 1000 $см^3$, разбавляют до метки соляной кислотой и тщательно перемешивают.

1 $см^3$ этого раствора содержит 10 мкг Se.

Г.3.2.7 Натрия борогидрид ($NaBH_4$).

Внимание! Борогидрид натрия вреден при попадании вовнутрь организма. Не следует вдыхать пыль. Следует избегать контакта с кожей.

2 г борогидрида натрия растворяют в 100 $см^3$ воды, содержащей 5 $см^3$ 10% гидрооксида калия. Раствор фильтруют через мембранный фильтр с размерами пор 0,45 мкм и хранят в чистой плотно закрытой стеклянной бутылке.

Раствор следует хранить не более трех недель.

Г.3.3 Аппаратура

Применяют обычное лабораторное оборудование и *оборудование по Г.3.3.1 — Г.3.3.10.*

Г.3.3.1 Пламенный атомно-абсорбционный спектрометр, пригодный для измерения излучения при длине волны 196,0 нм и снабженный горелкой, работающей на водородно-азотной или водородно-аргоновой смеси, или любой другой трубкой, пригодной для термического разложения образовавшегося дигидрида селена.

При работе в пламени одновременно должна проводиться коррекция фона.

Г.3.3.2 Селеновая лампа с полым катодом или селеновая безэлектродная разрядная лампа.

Г.3.3.3 Потенциометрический самописец, имеющий при полной шкале в диапазоне 10 мВ время отклика не более 0,5 с.

Примечание — Для измерения пика в спектрометр может быть вмонтирован прибор, например электронный интегратор.

Г.3.3.4 Расходомер, снабженный игольчатым клапаном из нержавеющей стали, с пределами измерения 1 — 5 $дм^3$/мин.

Г.3.3.5 Шприц вместимостью 10 $см^3$ с фитингом (Люэра), имеющий конусность 6%.

Г.3.3.6 Иглы для подкожных инъекций с внешним диаметром 0,7 мм и отверстием 0,39 мм с фитингом, имеющим конусность 6%.

Г.3.3.7 Микрошприц вместимостью 50 мм^3 с ценой деления 10 мм^3 или микропипетка.

Г.3.3.8 Аппарат для получения гидрида, состоящий из стандартных стеклянных приборов, соединенных между собой с помощью стеклянных шлифов и эластичных полихлорвиниловых трубок (рисунок Б.1).

Отверстие для выхода газа из реактора должно быть подсоединено непосредственно к входному отверстию распылителя спектрофотометра. Отверстия распылителя и трубки для подвода газа должны быть герметично закрыты для предотвращения попадания воздуха в пламя.

Г.3.3.9 Мерные колбы *по ГОСТ 1770* с одной отметкой вместимостью 100 см^3.

Г.3.3.10 Пипетки с одной отметкой *по ГОСТ 29169* вместимостью 0,5; 5; 10; 20 см^3.

Г.3.4 Проведение испытания

Г.3.4.1 Построение градуировочного графика

Г.3.4.1.1 Приготовление стандартных градуировочных растворов

20 см^3 раствора соляной кислоты вводят с помощью пипетки в реактор, затем добавляют 10 см^3 соляной кислоты и слегка перемешивают. С помощью микрошприца впрыскивают выбранный по таблице Г.1 объем стандартного раствора селена и снова слегка перемешивают. Проводят спектрометрические измерения по Г.3.4.1.2 летучего дигидрида селена в течение не более 2 мин.

Процедуру повторяют последовательно для всего ряда стандартных градуировочных растворов, используя объемы, указанные в таблице Г.1.

Таблица Г.1

Номер стандартного раствора	Объем стандартного раствора селена, мм^3	Концентрация селена в стандартном градуировочном растворе, мкг
0	0	0
1	10	0,1
2	20	0,2
3	30	0,3
4	40	0,4
5	50	0,5

*Контрольный раствор

Г.3.4.1.2 Спектрометрические измерения

В спектрометр устанавливают селеновую лампу с полым катодом, настраивают прибор в соответствии с инструкцией, подбирая оптимальные условия для испытания, и настраивают монохроматор в области длины волны 196,0 нм для получения максимального поглощения.

Устанавливают скорости потоков водорода и газов-носителей в горелке таким образом, чтобы пламя было стабильным и прозрачным. Выравнивают излучение спектрального источника с излучением корректора фона в соответствии с инструкцией для устранения всех нехарактерных поглощений во время прохождения дигидрида селена и сопутствующих газов через пламя.

Соединяют реактор для получения гидрида, содержащий стандартный градуировочный раствор № 5 с отверстием для подачи газа-окислителя, как показано на рисунке Б.1, и дают возможность потоку газа-носителя удалить воздух из реактора в течение 10 — 20 с, предварительно установив оптимальную скорость потока.

Быстро, но осторожно впрыскивают с помощью шприца вместимостью 10 $см^3$ 5 $см^3$ раствора борогидрида натрия и оставляют шприц в том же положении.

Устанавливают в случае необходимости скорость потока газа-носителя и скорость записывающего прибора таким образом, чтобы получить острый пик высотой, соответствующей приблизительно 90% полной шкалы отклонения для градуировочного стандартного раствора № 5.

Примечания

1 Если используют самописец, то устанавливают "0" самописца в соответствующее положение на диаграммной карте и проверяют перемещение линии фона и помехи.

2 При необходимости для подбора оптимальных условий работы системы испытания повторяют несколько раз, используя стандартный градуировочный раствор № 5.

Процедуру спектрометрических измерений повторяют для каждого стандартного градуировочного раствора, указанного в таблице Г.1.

Г.3.4.1.3 Построение графика

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массу селена в микрограммах, содержащуюся в стандартном градуировочном растворе, а по оси ординат — соответствующее значение абсорбции (разность между значениями соответствующих высот пика стандартного градуировочного раствора и контрольного раствора).

Примечание — График должен иметь вид прямой линии.

Г.3.4.2 Испытуемый раствор

Для проведения испытания используют раствор солянокислого экстракта, полученного в соответствии с 8.2.3 ГОСТ Р 50279.1.

Г.3.4.3 Испытание

20 $см^3$ солянокислого экстракта помещают с помощью пипетки в реактор, добавляют 10 $см^3$ соляной кислоты. Подсоединяют реактор к прибору и проводят спектрометрические измерения по Г.3.4.1.2. Измеряют высоту пика, соответствующего селену, принимая во внимание поправку на контрольный раствор.

Сравнивают значение высоты пика со значениями, полученными при измерении градуировочных стандартных растворов. Затем повторяют испытание для самого ближайшего по номеру стандартного градуировочного раствора с целью проверки стабильности работы прибора или скоростей газовых потоков. Если абсорбция (высота пика) для испытуемого раствора выше, чем абсорбция стандартного градуировочного раствора № 5, то испытуемый раствор разбавляют (коэффициент разбавления F) определенным объемом раствора соляной кислоты.

По градуировочному графику определяют содержание селена в 20 $см^3$ испытуемого раствора.

Г.3.5 Обработка результатов

Массу "растворимого" селена m_0, г, в экстракте соляной кислоты, полученном в соответствии с 8.2.3 ГОСТ Р 50279.1, вычисляют по формуле

$$m_0 = \frac{(a_1 - a_0) \cdot V_1 \cdot F}{20 \cdot 10^6}, \qquad (Г.1)$$

где a_1 — масса селена в испытуемом растворе, определенная по градуировочному графику, мкг;

a_0 — масса селена в контрольном растворе, приготовленном в соответствии с 8.4 ГОСТ Р 50279.1, мкг;

V_1 — объем раствора соляной кислоты и этанола, используемый для экстрагирования в соответствии с 8.2.3 ГОСТ Р 50279.1, $см^3$;

F — коэффициент разбавления по 3.4.3.

УДК 667.622.114.8:006.354 ОКС 87.060.10 Л18 ОКП 23 3124

Ключевые слова: краски, пигменты, технические условия, испытания, определение содержания, кадмий, цинк, селен, сера

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор Р.А. *Ментова*
Компьютерная верстка Е.Н. *Мартемьянова*

Сдано в набор 23.05.95. Подписано в печать 27.08.95. Усл. печ. л. 2,50. Усл. кр.-отт. 2,50. Уч.-изд. л. 2,20. Тираж 309 экз. С. 2769. Зак. 665

ИПК Издательство стандартов
107076, Москва, Колодезный пер., 14.
ЛР № 021007 от 10.08.95.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ.
ИПК Издательство стандартов — тип. Московский печатник, Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru