МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КРОН ЦИНКОВЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

БЗ 12—2004

Москва
Стандартинформ
2006

gost.e-ecolog.ru

УДК 667.622.114.7:006.354 Группа Л18

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КРОН ЦИНКОВЫЙ

Технические условия

Zinc chromate.
Specifications

ГОСТ
16763—79

МКС 87.060.10
ОКП 23 2222

Дата введения 01.01.81

Настоящий стандарт распространяется на цинковый крон — синтетический неорганический пигмент желтого цвета с различным содержанием оксида цинка, оксида калия, оксида хрома.

Примерные формулы: хромата цинка и калия

$$K_2CrO_4 \cdot 3ZnCrO_4 \cdot Zn(OH)_2 \cdot 2H_2O,$$

тетраоксихромата цинка

$$ZnCrO_4 \cdot 4Zn(OH)_2,$$

триоксихромата цинка

$$ZnCrO_4 \cdot 3Zn(OH)_2.$$

Стандарт соответствует международному стандарту ИСО 1249—74 в части, касающейся хромата цинка и калия и тетраоксихромата цинка.

Бывшие наименования пигментов и данные pH водной суспензии цинкового крона даны в приложениях 1 и 2 соответственно.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Цинковый крон должен выпускаться в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. В зависимости от состава и применения цинковый крон выпускается следующих видов: хромат цинка и калия, тетраоксихромат цинка и триоксихромат цинка.

Хромат цинка и калия применяется для изготовления эмалей и художественных красок.

Тетраоксихромат цинка применяется для изготовления противокоррозионных грунтовок.

Триоксихромат цинка применяется для изготовления фосфатирующих и противокоррозионных грунтовок.

1.3. По физико-химическим показателям цинковый крон должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма для вида			Метод испытания
	Хромат цинка и калия ОКП 23 2222 0300 02	Тетраоксихромат цинка ОКП 23 2222 0203 02	Триоксихромат цинка ОКП 23 2222 0100 08	
1. Цвет	В пределах допусков утвержденных образцов цвета	Не нормируется		По ГОСТ 16873 и п. 4.3 настоящего стандарта

Издание официальное ★

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1979
© Стандартинформ, 2006

Продолжение

Наименование показателя	Норма для вида			Метод испытания
	Хромат цинка и калия ОКП 23 2222 0300 02	Тетраоксихромат цинка ОКП 23 2222 0203 02	Триоксихромат цинка ОКП 23 2222 0100 08	
2. Относительная красящая способность к утвержденному образцу, %, не менее	95	Не нормируется		По ГОСТ 16872 и п. 4.4 настоящего стандарта
3. Массовая доля летучих веществ, %, не более	1,0	1,0	1,5	По ГОСТ 21119.1, разд. 2 и п. 4.5 настоящего стандарта
4. Массовая доля соединений цинка в пересчете на ZnO, %	35—40	68—72	61—65	По п. 4.6
5. Массовая доля соединений хрома в пересчете на CrO_3, %, не менее	42	17—20	19—23	По п. 4.7
6. Массовая доля солей щелочных металлов в пересчете на K_2O, %, не более	12	Не нормируется		По п. 4.8
7. Массовая доля веществ, нерастворимых в аммиачном растворе хлористого аммония, %, не более	0,5	0,5	1,0	По п. 4.9
8. Массовая доля водорастворимых хроматов в пересчете на CrO_3, %, не более	1,0	0,1	1,7	По п. 4.10
9. Массовая доля водорастворимых сульфатов в пересчете на SO_3, %, не более	0,1	0,1	1,0	По п. 4.11
10. Массовая доля водорастворимых хлоридов в пересчете на Cl, %, не более	0,1	0,1	0,1	По п. 4.12
11. Остаток после мокрого просеивания на сите с сеткой № 0063, %, не более	0,2	0,3	0,5	По ГОСТ 21119.4 и п. 4.13 настоящего стандарта
12. Маслоемкость	В пределах ±15 % от маслоемкости согласованного образца			По ГОСТ 21119.8 и п. 4.14 настоящего стандарта
13. Укрывистость, г/м^2, не более	120	Не нормируется		По ГОСТ 8784, разд. 1 и п. 4.15 настоящего стандарта
14. Диспергируемость, мкм	Не нормируется			По п. 4.16

Примечания:

1. Согласованный по маслоемкости образец крона и срок его действия устанавливаются изготовителем по согласованию с потребителем.

2. Диспергируемость для тетраоксихромата цинка и триоксихромата цинка не нормируется до 01.01.93. Определение обязательно.

1.2, 1.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Цинковый крон пожаро- и взрывобезопасен.

2.2. Цинковый крон обладает аллергенным и канцерогенным действием, относится к 1-му классу опасности, оказывает раздражающее и прижигающее действие на слизистые оболочки верхних дыхательных путей, глаза, кожные покровы.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.3. Предельно допустимая концентрация крона (в пересчете на CrO_3) в воздухе рабочей зоны производственных помещений в соответствии с ГОСТ 12.1.005 составляет 0,01 мг/м^3.

2.4. Хроническое воздействие пыли, содержащей CrO_3, вызывает изменения в легких или в желудочно-кишечном тракте. При обеих формах интоксикации характерным признаком является поражение печени. Длительное воздействие на верхние дыхательные пути приводит к прободению носовой перегородки.

2.5. Работы с цинковым кроном должны проводиться в помещениях, отвечающих требованиям, изложенным в санитарных правилах организации технологических процессов, и гигиенических требований к производственному оборудованию, утвержденных Минздравом СССР, оборудованных приточно-вытяжной вентиляцией.

При производстве и применении крона должны соблюдаться требования пожарной безопасности и промышленной санитарии по ГОСТ 12.3.002.

2.4, 2.5. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2.6. Все работающие с цинковым кроном должны быть обеспечены специальной одеждой и средствами защиты ног и рук по ГОСТ 12.4.103, защитными очками по ГОСТ 12.4.013* и противопылевыми респираторами ШБ-1 «Лепесток» по ГОСТ 12.4.028.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.7. Контроль содержания пыли цинкового крона (в пересчете на CrO_3) проводят в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

2.8. Работающие должны быть обеспечены санитарно-бытовыми помещениями в соответствии со СНиП 2.09.04.

2.7, 2.8. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Правила приемки — по ГОСТ 9980.1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Нормы по показателям пп. 4—7, 9, 10, 13 таблицы для хромата цинка и калия, а также пп. 7, 10, 12 для тетраоксихромата цинка и триоксихромата цинка изготовитель определяет периодически в каждой десятой партии. Показатель «диспергируемость» определяется для тетраоксихромата цинка и триоксихромата цинка в каждой двадцатой партии.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

4.1. Отбор проб — по ГОСТ 9980.2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2. Посуда и аппаратура для проведения испытаний

Посуда и оборудование лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336.

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770, 2-й класс точности.

Бюретки и пипетки, 2-й класс точности.

Электрошкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий нагрев до температуры 200 °С с пределом регулирования заданной температуры ±3 %.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104** 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г, 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1 кг и 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Гири по ГОСТ 7328*** 2 и 3-го классов точности.

Электроплитка по ГОСТ 14919 или другого типа.

Электропечь сопротивления лабораторная, обеспечивающая температуру нагрева (800±10) °С.

Посуда фарфоровая по ГОСТ 9147.

Секундомер.

Термометры жидкостные стеклянные по ГОСТ 28498 типа А или Б с ценой деления 1 или 2 °С.

Допускается применение импортных реактивов, посуды, оборудования, обеспечивающих требуемую точность анализа.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.4.013—97.

** С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001 (здесь и далее).

*** С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 7328—2001.

4.3. Определение цвета проводят визуально в полном тоне по ГОСТ 16873, используя 2 $см^3$ раствора желатина с глицерином, смесь перетирают курантом на плите и наносят шпателем на бумагу.

4.4. Относительную красящую способность хромата цинка и калия определяют по ГОСТ 16872, разд. 1. Для приготовления пасты цветного пигмента берут 1,120 г хромата цинка и калия и 0,97 $см^3$ льняного масла. Для приготовления испытуемой и контрольной паст берут 0,420 г пасты цветного пигмента.

4.5. Определение массовой доли летучих веществ (X) проводят по ГОСТ 21119.1, разд. 2, используя 5 г пигмента.

4.6. Определение массовой доли соединений цинка в пересчете на ZnO

4.6.1. *Реактивы и растворы*

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор концентрации c (1/2 $C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$) = 0,1 моль/$дм^3$ (0,05 М); готовят по ГОСТ 10398.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, кристаллический.

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

Смесь буферная аммиачная, pH 9,5—10; готовят следующим образом: 54 г хлористого аммония растворяют в 200 $см^3$ воды и к полученному раствору прибавляют 350 $см^3$ раствора с массовой долей аммиака 25 % и доводят объем раствора водой до 1 $дм^3$; pH контролируют с помощью pH-метра.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, раствор с массовой долей уксусной кислоты 30 % или кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации c (HCl) = 1 моль/$дм^3$ (1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1.

Эриохром черный Т, смесь индикаторная; готовят по ГОСТ 4919.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4.6.2. *Проведение испытания*

1,0000 г цинкового крона помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$. Приливают 50 $см^3$ раствора уксусной или соляной кислоты и растворяют при 80—100 °С. К полученному раствору пигмента приливают 100 $см^3$ воды и переносят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$. После охлаждения до температуры 15—25 °С доводят объем раствора водой до метки и тщательно взбалтывают (раствор 1), 25 $см^3$ раствора переносят пипеткой в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, прибавляют 100 $см^3$ воды, нейтрализуют раствором аммиака, добавляя его по каплям до изменения окраски раствора из лимонно-желтой в желтовато-зеленую. После нейтрализации добавляют 5 $см^3$ буферной смеси и 0,05 г сухой индикаторной смеси, перемешивают и титруют трилоном Б до перехода окраски из вишневой в изумрудно-зеленую.

Параллельно проводят контрольный опыт с 50 $см^3$ раствора уксусной или соляной кислоты и с теми же объемами реактивов без анализируемого продукта.

4.6.3. *Обработка результатов*

Массовую долю соединений цинка в пересчете на ZnO (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}003269 \cdot 1{,}2447 \cdot 10 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot (100 - X)},$$

где V — объем раствора трилона Б концентрации точно 0,1 моль/$дм^3$ (0,05 М), израсходованный на титрование анализируемого образца, $см^3$;

0,003269 — масса цинка, соответствующая 1 $см^3$ раствора трилона Б концентрации точно 0,1 моль/$дм^3$ (0,05 М);

1,2447 — коэффициент пересчета массы цинка на массу ZnO;

m — масса пробы пигмента, г;

X — массовая доля летучих веществ, %;

V_1 — объем раствора трилона Б концентрации точно 0,1 моль/$дм^3$ (0,05 М), израсходованный на титрование контрольного опыта, $см^3$.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,3 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа составляет ±0,2 % при доверительной вероятности P = 0,95.

Результат выражают с точностью до первого десятичного знака.

4.6.1—4.6.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4.7. Определение массовой доли соединений хрома в пересчете на CrO_3

4.7.1. *Реактивы и растворы*

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч., раствор 1:4 по объему.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, х.ч., раствор с массовой долей йодистого калия 15 %.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068, раствор концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2.

Натрий двууглекислый по ГОСТ 4201, кристаллический.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, свежеприготовленный раствор с массовой долей крахмала 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.7.2. *Проведение испытания*

50 см^3 раствора 1, приготовленного по п. 4.6.2, пипеткой переносят в коническую колбу с пробкой вместимостью 500 см^3, добавляют 50—70 см^3 воды, 20 см^3 раствора серной кислоты, 2 г двууглекислого натрия. После заполнения колбы углекислым газом приливают 20 см^3 раствора йодистого калия. Колбу закрывают пробкой, смоченной раствором йодистого калия, и ставят на 5—10 мин в темное место. Затем пробку обмывают водой в ту же колбу и титруют раствором тиосульфата натрия. Перед концом титрования добавляют 3 см^3 крахмала и продолжают титровать до перехода окраски раствора из синей в зеленую или голубовато-зеленую.

4.7.3. *Обработка результатов*

Массовую долю соединений хрома в пересчете на CrO_3 (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V \cdot 0{,}003333 \cdot 5 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot (100 - X)},$$

где V — объем раствора тиосульфата натрия концентрации точно 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), израсходованный на титрование, см^3;

0,003333 — масса CrO_3, соответствующая 1 см^3 раствора тиосульфата натрия концентрации точно 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), г;

m — масса пробы пигмента, г;

X — массовая доля летучих веществ, %.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,3 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа составляет ±0,3 % при доверительной вероятности P = 0,95.

Результат выражают с точностью до первого десятичного знака.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.8. Определение массовой доли солей щелочных металлов в пересчете на K_2O

4.8.1. *Реактивы и растворы*

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1:3 по объему.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068, раствор концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2.

Калий йодистый по ГОСТ 4232.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, свежеприготовленный раствор с массовой долей крахмала 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4.8.2. *Проведение испытания*

1,0000—2,5000 г пигмента взвешивают в фарфоровом тигле и прокаливают в течение 1 ч при температуре (600±10) °С. После прокаливания остаток выщелачивают горячей водой температурой 75—80 °С, при этом хроматы щелочных металлов переходят в раствор, который вместе с нерастворимой частью количественно переносят на плотный бумажный фильтр с помощью 50—100 см^3 горячей воды. Фильтр промывают горячей водой до полного обесцвечивания, собирая все промывные воды в коническую колбу вместимостью 250 см^3 с пробкой.

Фильтрат разбавляют водой до 150 см^3, добавляют 30 см^3 раствора соляной кислоты и 1,5—2,0 г йодистого калия и перемешивают.

Колбу закрывают пробкой и ставят в темное место на 5—10 мин. После этого содержимое колбы титруют раствором тиосульфата натрия до соломенно-желтого цвета, добавляют 3 $см^3$ раствора крахмала и титруют до исчезновения синей окраски.

4.8.3. *Обработка результатов*

Массовую долю солей щелочных металлов в пересчете на K_2O (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{V \cdot 0{,}00313 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot (100 - X)},$$

где V — объем раствора тиосульфата натрия концентрации точно 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.), израсходованный на титрование, $см^3$;

0,00313 — масса K_2O, соответствующая 1 $см^3$ раствора тиосульфата натрия концентрации точно 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.), г;

X — массовая доля летучих веществ, %;

m — масса пробы пигмента, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа составляет ±0,2 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Результат выражают с точностью до первого десятичного знака.

4.8.1—4.8.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4.9. Определение массовой доли веществ, нерастворимых в аммиачном растворе хлористого аммония

4.9.1. *Реактивы, растворы и оборудование*

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, кристаллический.

Аммиак водный по ГОСТ 3760; аммиачный раствор хлористого аммония готовят растворением 30 г хлористого аммония и 50 $см^3$ аммиака в 500 $см^3$ воды.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Машина универсальная для встряхивания типа УВМ-1 или другое встряхивающее устройство.

Тигель ТФ-40-ПОР 10 или ПОР 16 по ГОСТ 25336 или фильтр бумажный «синяя лента».

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.9.2. *Проведение испытания*

В колбу с пробкой помещают 5,00 г пигмента и 200 $см^3$ аммиачного раствора хлористого аммония. Содержимое колбы перемешивают при температуре 15—25 °С в течение 30 мин, используя аппарат для встряхивания или мешалку. Затем раствор отстаивают в течение 15 мин и фильтруют декантацией через предварительно доведенный до постоянной массы фильтрующий тигель или бумажный фильтр «синяя лента». Остаток со стенок колбы переносят на фильтр при помощи стеклянной палочки с резиновым наконечником и 20—30 $см^3$ аммиачного раствора хлористого аммония.

Фильтр с осадком промывают несколько раз водой до исчезновения желтой окраски на фильтре. Затем сушат при температуре (105±3) °С до постоянной массы.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.9.3. *Обработка результатов*

Массовую долю веществ, нерастворимых в аммиачном растворе хлористого аммония, (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{m_1 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot (100 - X)},$$

где m — масса пробы пигмента, г;

m_1 — масса остатка, г;

X — массовая доля летучих веществ, %.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,05 % при норме 0,5 % и не более 0,1 % при норме 1,0 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа составляет ±0,03 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Результат выражают с точностью до второго десятичного знака.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.10. Определение массовой доли водорастворимых хроматов в пересчете на CrO_3

4.10.1. *Оборудование, реактивы и растворы*

Машина универсальная для встряхивания типа УВМ-1 или другое встряхивающее устройство.

Кислота соляная поГОСТ 3118, раствор с массовой долей соляной кислоты 20 %.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, кристаллический.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068, раствор концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, свежеприготовленный раствор с массовой долей крахмала 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.10.2. *Подготовка к испытанию*

50,00 г пигмента помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, приливают воду до метки и содержимое колбы встряхивают в течение 30 мин при температуре 15—25 °С таким образом, чтобы пигмент все время держался в суспензии. Затем суспензию отстаивают в течение 15 мин. Оставшуюся суспензию фильтруют через фильтр «синяя лента» в сухую колбу, отбрасывая первые 15—20 см^3 фильтрата.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.10.3. *Проведение испытания*

50 см^3 фильтрата, полученного по п. 4.10.2, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, добавляют 10 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 20 % и 1 г кристаллического йодистого калия. Колбу закрывают пробкой, содержимое встряхивают и ставят на 5—10 мин в темное место. Затем пробку обмывают водой в ту же колбу и выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия до соломенно-желтого цвета, добавляют 3 см^3 раствора крахмала и титруют до исчезновения синей окраски.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.10.4. *Обработка результатов*

Массовую долю водорастворимых хроматов в пересчете на CrO_3 (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{V \cdot 0{,}003333 \cdot 500 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 50 \cdot (100 - X)},$$

где V — объем раствора тиосульфата натрия концентрации точно 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), израсходованный на титрование анализируемого раствора, см^3;

0,003333 — масса CrO_3, соответствующая 1 см^3 раствора тиосульфата натрия концентрации точно 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), г;

m — масса пробы пигмента, взятая по п. 4.10.2, г;

X — массовая доля летучих веществ, %.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,05 % при норме 1,0 и 1,7 % и 0,01 % при норме 0,1 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа составляет ±0,01 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Результат выражают с точностью до первого десятичного знака.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.11. Определение массовой доли водорастворимых сульфатов в пересчете на SO_3

4.11.1. **Весовой метод**

4.11.1.1. *Реактивы и растворы*

Кислота азотная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей азотной кислоты 20 %.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор концентрации c (HNO_3) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.).

Спирт этиловый технический по ГОСТ 17299.

Барий хлористый по ГОСТ 4108, раствор с массовой долей хлористого бария 5 %.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор с массовой долей азотнокислого серебра 2 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4.11.1.2. *Проведение испытания*

50 см^3 фильтрата, полученного по п. 4.10.2, отбирают пипеткой и переносят в стакан вместимостью 100 см^3. Затем добавляют 3 см^3 соляной кислоты и 5 см^3 этилового спирта. Полученный раствор нагревают до кипения, при этом наблюдается изменение окраски до зеленого цвета. Если изменения не произошло, прибавляют еще 2—3 см^3 этилового спирта до изменения окраски. К горячему раствору добавляют по каплям 2 см^3 (при норме не более 0,1 %) и 8 см^3 (при норме не более 1,0 % SO_3) горячего раствора хлористого бария. Полученный раствор выдерживают на водяной бане в течение 1 ч. Раствор с осадком охлаждают, осадок количественно переносят на фильтр «синяя лента». Стакан и фильтр промывают 4—5 раз горячей водой температурой 75—80 °С порциями по 5—10 см^3, а затем водой температурой 15—25 °С до отрицательной реакции на ион хлора. Проверку на полноту промывки проводят следующим образом: 2—3 см^3 промывных вод собирают в пробирку, добавляют 2 см^3 раствора азотнокислого серебра и 1 см^3 азотной кислоты, раствор не должен опалесцировать. Фильтр с осадком переносят в фарфоровый тигель, доведенный до постоянной массы, тигель с осадком помещают в холодную муфельную печь, медленно нагревают до температуры (800±10) °С и выдерживают при этой температуре в течение 10—15 мин. Тигель после охлаждения в эксикаторе взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака.

Если остаток после прокаливания имеет желтый цвет (из-за загрязнения хромом), определение следует повторить.

4.11.1.1, 4.11.1.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4.11.1.3. *Обработка результатов*

Массовую долю водорастворимых сульфатов в пересчете на SO_3 (X_6) вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{m_1 \cdot 0{,}3427 \cdot 500 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 50 \cdot (100 - X)},$$

где m — масса пробы пигмента, взятая по п. 4.10.2, г;

m_1 — масса осадка сульфата бария, г;

0,3427 — коэффициент пересчета $BaSO_4$ на SO_3;

X — массовая доля летучих веществ, %.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,01 % (при норме не более 0,1 %) и 0,1 % (при норме не более 1,0 %). Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа составляет ±0,01 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Результат выражают с точностью до второго десятичного знака.

Допускается определение массовой доли водорастворимых сульфатов в триоксихромате цинка фотометрическим методом.

При разногласиях в оценке массовой доли водорастворимых сульфатов в триоксихромате цинка анализ проводят весовым методом.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.11.2. **Фотометрический метод (для триоксихромата цинка)**

4.11.2.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Фотоэлектроколориметры типов ФЭК-М, ФЭК-Н, ФЭК-56, колориметр фотоэлектрический концентрационный типа КФК-2 или фотометр лабораторный ЛМФ-72.

Секундомер.

Барий хлористый по ГОСТ 4108, раствор с массовой долей хлористого бария 30 % в растворе соляной кислоты концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.); готовят следующим образом: 300 г хлористого бария помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, растворяют в растворе соляной кислоты концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), доводят этой же кислотой до метки и перемешивают. Полученный раствор переносят в коническую колбу, нагревают почти до кипения и оставляют на сутки. Затем фильтруют дважды через один и тот же двойной фильтр «синяя лента». Раствор перед использованием тщательно перемешивают.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, растворы концентраций c (HCl) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.) и c (HCl) = 1 моль/дм^3 (1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор концентрации c (1/2 H_2SO_4) = 0,01 моль/дм^3 (0,01 н.) в растворе соляной кислоты концентрации c (HCl) = 1 моль/дм^3 (1 н.); готовят следующим образом: фиксанал серной кислоты переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки раствором соляной кислоты концентрации 1 моль/дм^3 и перемеши-

вают. 50 см^3 полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят до метки раствором соляной кислоты концентрации 1 моль/дм^3 и перемешивают. 1 см^3 полученного раствора содержит 0,4 мг SO_3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.11.2.2. *Подготовка к испытанию*

Для построения градуировочного графика готовят образцовые растворы. Для этого при помощи бюретки отбирают в мерные колбы вместимостью 500 см^3 раствор серной кислоты концентрации 0,01 моль/дм^3 (0,01 н.) в объеме 15; 20; 25; 30; 35; 40; 50 см^3, разбавляют до метки раствором соляной кислоты концентрации 1 моль/дм^3 (1 н.) и перемешивают. В правый световой пучок прибора помещают кювету с образцовым раствором, который наливают точно до риски, в левый — кювету с дистиллированной водой.

Устанавливают оптическое равновесие при оптической плотности на правом барабане Д-0 для приборов типов ФЭК-М и ФЭК-Н и Д-0,1 для типа ФЭК-56. После этого в правую кювету из пипетки, положение которой строго фиксировано, приливают 5 см^3 раствора хлористого бария. Раствор хлористого бария должен попадать в центр кюветы и всегда с определенного от нее расстояния. С момента приливания хлористого бария включают секундомер. На правом барабане устанавливают оптическую плотность Д-0,1 для фотоэлектроколориметров типа ФЭК-М и ФЭК-Н и Д-0 для типа ФЭК-56.

Далее периодическим включением фотоэлемента наблюдают за положением стрелки гальванометра на приборах типов ФЭК-М и ФЭК-Н и сектором индикаторной лампы на приборах типа ФЭК-56. При достижении нулевого положения секундомер выключают и отмечают время в секундах. Рабочий светофильтр № 7 для фотоэлектроколориметра типа ФЭК-56, № 1 — для фотоэлектроколориметров типов ФЭК-М и ФЭК-Н. По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс — lg C (мг SO_3 в 500 см^3 раствора), на оси ординат — lg t (время в секундах).

4.11.2.3. *Проведение испытания*

10 см^3 фильтрата, полученного по п. 4.10.2, помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят до метки раствором соляной кислоты концентрации 1 моль/дм^3 (1 н.) и перемешивают.

В правый световой пучок прибора помещают кювету с испытуемым раствором, в левый — кювету с дистиллированной водой и измеряют время (в секундах) достижения оптической плотности так же, как при построении градуировочного графика.

4.11.2.2, 4.11.2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.11.2.4. *Обработка результатов*

Массовую долю водорастворимых сульфатов в пересчете на SO_3 (X_7) в процентах вычисляют по формуле

$$X_7 = \frac{m_1 \cdot 500 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 10 \cdot 1000 \cdot (100 - X)},$$

где m_1 — масса SO_3 в 500 см^3 раствора, найденная по градуировочному графику, мг;

m — масса пробы пигмента, взятая по п. 4.10.2, г;

X — массовая доля летучих веществ, %.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,1 %. Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа составляет ±0,003 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Результат выражают с точностью до второго десятичного знака.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.12. Определение массовой доли хлоридов в пересчете на Cl

4.12.1. **Аргентометрический метод**

4.12.1.1. *Реактивы и растворы*

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор концентрации $c(AgNO_3) = 0,1$ моль/дм^3 (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.3.

Калий хромовокислый по ГОСТ 4459, раствор с массовой долей хромовокислого калия 5 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.12.1.2. *Проведение испытания*

К 50 см^3 фильтрата, полученного по п. 4.10.2, добавляют 1 см^3 хромовокислого калия. Раствор медленно титруют раствором азотнокислого серебра при интенсивном перемешивании, пока бледно-красно-коричневый цвет не станет постоянным.

Контрольный опыт проводят следующим образом: 1 см^3 раствора хромовокислого калия прибавляют к 50 см^3 воды и титруют раствором азотнокислого серебра до такого же окрашивания, как и в опыте с навеской пигмента, учитывая полученную опалесценцию и помутнение.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.12.1.3. *Обработка результатов*

Массовую долю водорастворимых хлоридов в пересчете на Cl (X_8) в процентах вычисляют по формуле

$$X_8 = \frac{(V - V_1) \cdot 500 \cdot 0{,}003546 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 50 \cdot (100 - X)},$$

где V — объем раствора азотнокислого серебра точно 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), израсходованный на титрование анализируемого раствора, см^3;

V_1 — объем раствора азотнокислого серебра точно 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), израсходованный на титрование контрольной пробы, см^3;

0,003546 — масса хлора, соответствующая 1 см^3 раствора азотнокислого серебра точно 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), г;

m — масса пробы пигмента, взятая по п. 4.10.2, г;

X — массовая доля летучих веществ, %.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.12.2. **Меркуриметрический метод**

4.12.2.1. *Реактивы и растворы*

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1 по объему.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Натрий нитропруссидный, раствор с массовой долей нитропруссида натрия 10 %, хранят в бутыли из темного стекла, если раствор позеленеет, он не пригоден к применению.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Ртуть (II) азотнокислая, 1-водная по ГОСТ 4520, раствор *с* (1/2[$Hg(NO_3)_2 \cdot 0{,}5H_2O$]) = = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.3.

Раствор пригоден к применению на следующие сутки и устойчив при хранении в бутыли из темного стекла. Коэффициент поправки полученного раствора устанавливают по хлористому натрию. При этом 0,1 г хлористого натрия, прокаленного до постоянной массы при температуре (500±10) °С, взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака и растворяют в 100 см^3 воды в колбе вместимостью 250 см^3. К раствору добавляют 1 см^3 азотной кислоты и 1 см^3 раствора нитропруссида натрия, перемешивают и титруют раствором азотнокислой ртути до появления слабой неисчезающей мути. Одновременно проводят титрование контрольной пробы. Коэффициент поправки (K) раствора азотнокислой ртути вычисляют по формуле

$$K = \frac{m}{(V - V_1) \cdot 0{,}005844},$$

где m — масса хлористого натрия, г;

V — объем раствора ртути (II) азотнокислой концентрации 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), израсходованный на титрование навески хлористого натрия, см^3;

V_1 — объем раствора ртути (II) азотнокислой концентрации 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), израсходованный на титрование контрольной пробы, см^3;

0,005844 — масса хлористого натрия, соответствующая 1 см^3 точно раствора ртути (II) азотнокислой концентрации 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), г.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.12.2.2. *Проведение испытания*

50 см^3 фильтрата, полученного по п. 4.10.2, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3. В колбу приливают 1 см^3 азотной кислоты, 1 см^3 раствора нитропруссида натрия, перемешивают и титруют до появления слабой неисчезающей мути. Одновременно проводят титрование контрольной пробы со всеми применяющимися реактивами.

4.12.2.3. *Обработка результатов*

Массовую долю водорастворимых хлоридов в пересчете на хлор (X_9) в процентах вычисляют по формуле

$$X_9 = \frac{(V - V_1) \cdot 500 \cdot K \cdot 0{,}003546 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 50 \cdot (100 - X)},$$

где V — объем раствора ртути (II) азотнокислой концентрации 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), израсходованный на титрование анализируемого раствора, см^3;

V_1 — объем раствора ртути (II) азотнокислой концентрации 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), израсходованный на титрование контрольной пробы, см^3;

m — масса пробы пигмента, взятая по п. 4.10.2, г;

0,003546 — масса хлора, соответствующая 1 см^3 раствора ртути (II) азотнокислой концентрации 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), г;

X — массовая доля летучих веществ, %.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,01 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа составляет ±0,004 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Результат выражают с точностью до второго десятичного знака.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.13. Определение остатка на сите проводят по ГОСТ 21119.4, разд. 1, применяя сито с сеткой № 0063 по ГОСТ 6613, используя навеску пигмента массой 10 г.

4.14. Определение маслоемкости согласованного и испытуемого образцов проводят по ГОСТ 21119.8 шпателем или с помощью палочки в тигле, используя навеску пигмента массой 3 г.

Сравнение значения маслоемкости испытуемого образца с маслоемкостью согласованного образца проводят при испытании этих образцов одним и тем же методом. Величина маслоемкости в г/100 г пигмента указана в приложении 3.

4.13, 4.14. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4.15. Определение укрывистости проводят по ГОСТ 8784, разд. 1, используя 5 г пигмента и 3,5—4,5 г натуральной олифы по ГОСТ 7931.

4.16. Определение диспергируемости

4.16.1. *Аппаратура и материалы*

Мельница лабораторная бисерная с частотой вращения (3000±250) мин$^{-1}$.

Стакан металлический вместимостью 250 см^3.

Шарики стеклянные марки М или С для диспергирования в бисерных мельницах диаметром (1,7±0,3) мм, стойкостью к абразивному износу не менее 93 %.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1 кг или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Прибор «Клин» (гриндометр) по ГОСТ 6589 с пределами измерения 0—50 мкм.

Лак алкидный марок ПФ-060 и ПФ-064, разбавленный уайт-спиритом до массовой доли нелетучих веществ 30 %, определенных по ГОСТ 17537.

Палочка стеклянная длиной 100—150 мм, диаметром 8—12 мм с оплавленным концом.

Уайт-спирит по ГОСТ 3134.

Секундомер.

4.16.2. *Проведение испытания*

В стакан бисерной мельницы помещают 80 см^3 стеклянных шариков и лак (70,00 г для тетраоксихромата цинка и 65,00 г для триоксихромата цинка). Вращая стакан, смачивают шарики лаком. К содержимому стакана добавляют пигмент (30,00 г тетраоксихромата цинка или 35,00 г триоксихромата цинка).

Содержимое стакана тщательно перемешивают стеклянной палочкой, подставляют стакан под мешалку бисерной мельницы, закрепляют в держателе, закрывают крышкой и включают бисерную мельницу. Цинковый крон диспергируют в течение 60 мин.

Сразу же после выключения бисерной мельницы стакан снимают с мешалки. С помощью стеклянной палочки отбирают пробу.

Степень перетира определяют по ГОСТ 6589.

4.16—4.16.2. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение цинкового крона — по ГОСТ 9980.3 — ГОСТ 9980.5.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.2. **(Исключен, Изм. № 2).**

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие цинкового крона требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения крона цинкового — 12 мес со дня изготовления.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Справочное

Таблица соответствия наименования пигмента по ГОСТ 16763—79 и по ГОСТ 16763—71, ТУ 6—10—1325—77, ТУ 6—10—1644—77

ГОСТ 16763—79	ГОСТ 16763—71	ТУ 6—10—1325—77	ТУ 6—10—1644—77
Крон цинковый. Технические условия	Хроматы цинка	Крон цинковый. Технические условия	Тетраоксихромат цинка марки В. Технические условия

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Справочное

pH водной суспензии цинкового крона

Вид цинкового крона	pH водной суспензии
Хромат цинка и калия	6,5—7,5
Тетраоксихромат цинка	6,5—8
Триоксихромат цинка	6 —7,5

ПРИЛОЖЕНИЕ 3
Справочное

Маслоемкость цинкового крона

Вид цинкового крона	Маслоемкость, г/100 г пигмента	Метод испытания
Хромат цинка и калия	20—30	По ГОСТ 21119.8 (стеклянной палочкой в тигле)
Тетраоксихромат цинка	45—65	
Триоксихромат цинка	20—40	

ПРИЛОЖЕНИЕ 3. **(Введено дополнительно, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР**
   РАЗРАБОТЧИКИ
   С.С. Мнацаканов, д-р техн. наук; **З.Д. Смирнова** (руководитель темы); **М.А. Штерн, Л.П. Фролова, Г.Н. Шпицберг**
2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28.05.79 № 1917**
3. **Стандарт соответствует международному стандарту ИСО 1249—74 в части хромата цинка и калия и тетраоксихромата цинка**
4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, приложения	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, приложения
ГОСТ 12.1.005—88	2.3; 2.7	ГОСТ 7328—82	4.2
ГОСТ 12.3.002—75	2.5	ГОСТ 7931—76	4.15
ГОСТ 12.4.013—85	2.6	ГОСТ 8784—75	1.3; 4.15
ГОСТ 12.4.028—76	2.6	ГОСТ 9147—80	4.2
ГОСТ 12.4.103—83	2.6	ГОСТ 9980.1—86	3.1
ГОСТ 61—75	4.6.1	ГОСТ 9980.2—86	4.1
ГОСТ 1277—75	4.11.1.1; 4.12.1.1	ГОСТ 9980.3—86	5.1
ГОСТ 1770—74	4.2	ГОСТ 9980.4—2002	5.1
ГОСТ 3118—77	4.6.1; 4.8.1; 4.10.1; 4.11.1.1; 4.11.2.1	ГОСТ 9980.5—86	5.1
		ГОСТ 10163—76	4.7.1; 4.8.1; 4.10.1
ГОСТ 3134—78	4.16.1	ГОСТ 10398—76	4.6.1
ГОСТ 3760—79	4.6.1; 4.9.1	ГОСТ 10652—73	4.6.1
ГОСТ 3773—72	4.6.1; 4.9.1	ГОСТ 14919—83	4.2
ГОСТ 4108—72	4.11.1.1; 4.11.2.1	ГОСТ 16872—78	1.3; 4.4
ГОСТ 4201—79	4.7.1	ГОСТ 16873—92	1.3; 4.3
ГОСТ 4204—77	4.7.1; 4.11.2.1	ГОСТ 17299—78	4.11.1.1
ГОСТ 4232—74	4.7.1; 4.8.1; 4.10.1	ГОСТ 17537—72	4.16.1
ГОСТ 4233—77	4.12.2.1	ГОСТ 21119.1—75	1.3; 4.5
ГОСТ 4459—75	4.12.1.1	ГОСТ 21119.4—75	1.3; 4.13
ГОСТ 4461—77	4.11.1.1; 4.12.2.1	ГОСТ 21119.8—75	1.3; 4.14; приложение 3
ГОСТ 4520—78	4.12.2.1	ГОСТ 24104—88	4.2; 4.16.1
ГОСТ 4919.1—77	4.6.1; 4.7.1; 4.8.1; 4.10.1	ГОСТ 25336—82	4.2; 4.9.1
ГОСТ 6589—74	4.16.1; 4.16.2	ГОСТ 25794.1—83	4.6.1; 4.11.2.1
ГОСТ 6613—86	4.13	ГОСТ 25794.2—83	4.7.1; 4.8.1; 4.10.1
ГОСТ 6709—72	4.6.1; 4.7.1; 4.8.1; 4.9.1; 4.10.1; 4.11.1.1; 4.11.2.1; 4.12.1.1; 4.12.2.1	ГОСТ 25794.3—83	4.12.1.1; 4.12.2.1
		ГОСТ 27068—86	4.7.1; 4.8.1; 4.10.1
		ГОСТ 28498—90	4.2

5. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)**

6. **ИЗДАНИЕ (февраль 2006 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июне 1985 г., июне 1990 г. (ИУС 9—85, 10—90)**

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Подписано в печать 22.03.2006. Формат 60×84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,45. Тираж 40 экз. Зак. 102. С 2625.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано и отпечатано во ФГУП «Стандартинформ».

gost.e-ecolog.ru