

ГОСТ Р 50279.8—92

(ИСО 3856/6—84)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

---

## **МАТЕРИАЛЫ ЛАКОКРАСОЧНЫЕ**

**МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ МЕТАЛЛОВ.  
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОБЩЕГО  
«РАСТВОРЕННОГО» ХРОМА В ЖИДКОЙ ЧАСТИ КРАСКИ.  
МЕТОД ПЛАМЕННОЙ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ  
СПЕКТРОМЕТРИИ**

Издание официальное

36 руб. БЗ 11—92/1148

ГОССТАНДАРТ РОССИИ

Москва

## ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

## МАТЕРИАЛЫ ЛАКОКРАСОЧНЫЕ

Методы определения содержания металлов.

Определение содержания общего «растворенного» хрома в жидкой части краски. Метод пламенной атомно-абсорбционной спектроскопии

ГОСТ Р  
50279.8—92Paints and varnishes Test methods of metal content  
Determination of total „soluble” chromium content of the liquid portion of the paint Flame atomic absorption spectrometric method (ИСО 3856/6—84)

ОКСТУ 2310

Дата введения 01.07.93

## 1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает метод пламенной атомно-абсорбционной спектроскопии (ААС) для определения содержания общего хрома в жидкой части краски, приготовленной по п 9.3 ГОСТ Р 50279.1 или другим, пригодным для этой цели, стандартам

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

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

## 2. ССЫЛКИ

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

ГОСТ 6709. Вода дистиллированная. Технические условия.

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

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

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1993

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

### 3. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Всасывают испытуемый раствор в пламя газовой смеси закиси азота ацетилен. Измеряют поглощение выбранной спектральной линии, испытуемой лампой с хромовым полым катодом или разрядной хромовой лампой при длине волны 357,9 нм.

### 4. РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

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

4.1. Кислота соляная,  $c(\text{HCl}) = 0,07$  моль/л.

Используют соляную кислоту, идентичную применяемой для приготовления испытуемых растворов по ГОСТ Р 50279.1 (п. 6.2).

4.2. Ацетилен в стальном баллоне, технический.

4.3. Азота закись в стальном баллоне, технический.

4.4. Хром, стандартный основной раствор, содержащий 100 мкг Сг в 1 л.

Готовят следующим образом:

а) содержимое ампулы со стандартным раствором, содержащим точно 0,1 г Сг, переливают в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 мл, разбавляют до метки соляной кислотой и тщательно перемешивают;

б) 282,9 мг высушенного бихромата калия взвешивают с погрешностью не более 0,1 мг, растворяют в соляной кислоте в мерной колбе с одной меткой вместимостью 1000 мл, разбавляют до метки той же соляной кислотой и тщательно перемешивают.

1 мл этого стандартного основного раствора содержит 100 м Сг.

4.5. Хром, стандартный раствор, содержащий 10 мг Сг в 1 л.

10 мл стандартного основного раствора хрома пипеткой вносят в мерную колбу с одной меткой вместимостью 100 мл, разбавляют до метки соляной кислотой и тщательно перемешивают. Раствор готовят в день применения.

1 мл этого стандартного раствора содержит 10 мкг Сг.

### 5. АППАРАТУРА

Обычное лабораторное оборудование, а также

5.1. Спектрометр пламенный атомно-абсорбционный, работающий при длине волны 357,9 нм, снабженный горелкой со смесью закиси азота и ацетилена.

5.2. Лампа с хромовым полым катодом или хромовая разрядная лампа.

5.3. Бюретка вместимостью 25 мл по ГОСТ 20292.

5.4. Колбы мерные с одной меткой вместимостью 100 мл по ГОСТ 1770.

## 6. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

### 6.1. Построение калибровочного графика

#### 6.1.1. Приготовление стандартных калибровочных растворов

Растворы готовят в день применения. В каждую из шести мерных колб с одной меткой вместимостью 100 мл отбирают стандартный раствор хрома из бюретки в количествах, приведенных в таблице, разбавляют до метки соляной кислотой и тщательно перемешивают.

Номер стандартного калибровочного раствора	Объем стандартного раствора хрома, мл	Концентрация хрома в стандартном калибровочном растворе, мкг/мл
0*	0	0
1	2	0,2
2	5	0,5
3	10	1
4	15	1,5
5	20	2

\* Контрольный раствор

#### 6.1.2. Спектрометрические измерения

Устанавливают лампу с хромовым спектральным источником в спектрометре и оптимизируют условия для определения хрома. Настраивают прибор в соответствии с инструкцией изготовителя и настраивают монохроматор в области длины волны 357,9 нм для получения максимального поглощения.

Устанавливают поток ацетилена и закиси азота в соответствии с характеристиками всасывающей горелки и зажигают ее. Устанавливают развертку шкалы, если таковая имеется, так, чтобы стандартный калибровочный раствор № 5 (см. таблицу) дал почти полное отклонение шкалы.

Всасывают в пламя каждый из стандартных калибровочных растворов в порядке возрастания концентрации и повторяют процедуру со стандартным раствором № 4 для подтверждения стабильной работы прибора. После каждого измерения через горелку всасывают воду, следя за тем, чтобы скорость всасывания оставалась постоянной.

#### 6.1.3. Калибровочный график

Строят график, откладывая на оси абсцисс массу Cr (мкг), содержащуюся в 1 мл стандартных калибровочных растворов,

а на оси ординат — разность соответствующей величины поглощения и поглощения при контрольном опыте.

## 6.2. Испытуемые растворы

Используют растворы, полученные по п. 9.3 ГОСТ Р 50279.1 или другим установленным или согласованным методом.

## 6.3. Проведение испытания

Сначала измеряют поглощение соляной кислоты в спектрометре, после его настройки в соответствии с п. 6.1.2. Затем измеряют поглощение каждого испытуемого раствора три раза, и снова поглощение соляной кислоты. Наконец снова определяют поглощение стандартного калибровочного раствора № 4 (п. 6.1.1), чтобы убедиться, что настройка прибора не изменилась. Если поглощение испытуемого раствора выше, чем стандартного калибровочного раствора с максимальной концентрацией хрома, разбавляют испытуемый раствор (коэффициент разбавления  $F$ ) известным объемом соляной кислоты.

## 7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

### 7.1 Расчеты

Массу хрома в экстракте соляной кислоты ( $m_2$ ), г, полученном по п. 9.3 ГОСТ Р 50279.1, вычисляют по формуле

$$m_2 = \frac{b_1 - b_0}{10} \cdot V_2 \cdot F,$$

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

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

$F$  — коэффициент разбавления (п. 6.3);

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

Содержание хрома в жидкой части краски  $C_{Cr_1}$ , % (по массе) вычисляют по формуле

$$C_{Cr_1} = \frac{m}{m_3} \cdot 10^2,$$

где  $m_3$  — общая масса краски, составляющая «комплект», как определено в п. 6.4 ГОСТ Р 50279.1, г.

**Примечание** Содержание общего «растворенного» хрома в жидкой части краски, состоящее из содержания «растворенного» шестивалентного хрома в пигментной части и содержания общего хрома в жидкой части краски, выраженное в процентах (по массе), вычисляют как сумму результатов, полученных по ГОСТ Р 50279.7 и настоящему стандарту

Если испытуемый раствор готовят методами, отличающимися от приведенных в п. 6.2 ГОСТ Р 50279.1, то необходимо модифицировать формулы расчета содержания хрома, приведенные выше.

#### 7.2. Точность

Данные отсутствуют.

### 8. ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

Протокол испытания должен содержать:

- а) тип и наименование испытуемого продукта;
- б) ссылку на настоящий стандарт;
- в) метод отделения твердой фракции из испытуемого продукта в соответствии с разд. 6 ГОСТ Р 50279.1 (метод А, Б или В);
- г) тип растворителя или смеси растворителей, используемых для экстрагирования;
- д) результаты испытаний, выраженные в процентах (по массе), т. е. содержание хрома в жидкой части краски;
- е) любое отклонение от указанного метода;
- ж) дату испытаний.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН ТК 195 «Материалы лакокрасочные»
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 16.09.92 № 1190  
Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 3856/6—84 «Лаки и краски. Определение массовой доли «растворенного» металла. Часть 6. Определение общей массовой доли хрома в жидкой части краски, метод пламенной атомно-абсорбционной спектроскопии»
3. Введен впервые
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение отечественного нормативно-технического документа	Обозначение соответствующего стандарта	Раздел подраздел пункт
ГОСТ 1770—74	ИСО 1042—83	Разд 2 п 5 4
ГОСТ 6709—72	ИСО 3696—87	Разд 2 4
ГОСТ 20292—74	ИСО 385/1—84	Разд 2 п 5 3
ГОСТ Р 50279 1—92	ИСО 6713—84	Разд 1 2, пп 4 1, 6 2, 7 1

Редактор *И В Виноградская*  
 Технический редактор *Г А Тербинкина*  
 Корректор *Е А Богачкова*

Сдано в наб 16 12 92 Подп в печ 02 02 93 Усл п л 05 Усл кр отт 05 Уч-изд л 036  
 Тираж 272 экз

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов 107076 Москва Колодезный пер 14  
 Тип «Московский печатник» Москва Лялин пер 6 Зак 1779