

ГОСТ Р 50279.7—92  
(ИСО 3856/5—84)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

---

## МАТЕРИАЛЫ ЛАКОКРАСОЧНЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ МЕТАЛЛОВ.  
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ «РАСТВОРЕННОГО»  
ШЕСТИВАЛЕНТНОГО ХРОМА В ПИГМЕНТНОЙ ЧАСТИ  
ЖИДКОЙ И ПОРОШКОВОЙ КРАСОК.  
СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД  
С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ДИФЕНИЛКАРБАЗИДА

Издание официальное

БЗ 11—92/1147

ГОССТАНДАРТ РОССИИ  
Москва

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ****МАТЕРИАЛЫ ЛАКОКРАСОЧНЫЕ.**

Методы определения содержания металлов. Определение содержания «растворенного» шестивалентного хрома в пигментной части жидкой и порошковой красок. Спектрофотометрический метод с использованием дифенилкарбазида

ГОСТ Р  
50279.7—92

Paints and varnishes. Test methods of metal content. (ИСО 3856/5—84)  
Determination of „soluble” hexavalent chromium content of the pigment portion of the liquid paint or the paint in powder form. Diphenylcarbazide spectrophotometric method

ОКСТУ 2310

Дата введения 01.07.93

**1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ**

Настоящий стандарт устанавливает спектрофотометрический метод с применением дифенилкарбазида для определения содержания «растворенного» шестивалентного хрома в экстракте соляной кислоты, приготовленном из пигментной части жидкой краски или из порошковой краски по п. 8.2.3 ГОСТ Р 50279.1 или другим пригодным для этой цели стандартом.

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

По согласованию между заинтересованными сторонами допускается использовать и другие методы при условии, что они конкретизированы для шестивалентного хрома, однако в случае разногласий спектрофотометрический метод используется как арбитражный.

**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.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1993

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

## С. 2 ГОСТ Р 50279.7—92

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

### 3. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Получают окрашенное комплексное соединение смешиванием растворов, содержащих шестивалентный хром и дифенилкарбазид. После добавления ортофосфорной и серной кислот измеряют с помощью спектрофотометра цвет при длине волны 540 нм.

### 4. РЕАКТИВЫ

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

4.1. Дифенилкарбазид, раствор.

0,25 г дифенилкарбазида растворяют в смеси 50 мл ацетона и 50 мл воды.

4.2. Натрия гидроксид, раствор,  $c(\text{NaOH}) = 2$  моль/л.

4.3. Кислота серная,  $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1$  моль/л.

4.4. Кислота ортофосфорная, приблизительно 85 % (по массе) ( $\rho \approx 1,69$  г/мл).

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

Используют соляную кислоту такую же, как для приготовления испытуемого раствора по п. 6.2 ГОСТ Р 50279.1.

4.6. Хром шестивалентный, стандартный основной раствор, содержащий 100 мг Cr (VI) на литр.

282,9 мг высушенного бихромата калия взвешивают с погрешностью не более 0,1 мг, растворяют в воде в мерной колбе с одной меткой вместимостью 1000 мл, разбавляют до метки водой и тщательно перемешивают.

1 мл этого стандартного основного раствора содержит 100 мкг Cr (VI).

4.7. Хром шестивалентный, стандартный раствор, содержащий 1 мг Cr (VI) на литр.

10 мл стандартного основного раствора с шестивалентным хромом вводят пипеткой в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 мл, разбавляют до метки соляной кислотой и тщательно перемешивают. Раствор готовят в день применения.

1 мл этого стандартного раствора содержит 1 мкг Cr (VI).

### 5. АППАРАТУРА

Обычное лабораторное оборудование, а также

5.1. Спектрофотометр, пригодный для измерения при длине волны около 540 нм, с рабочей длиной кювет 10 или 20 мм.

5.2. рН-метр со стеклянным электродом и электродом сравнения.

5.3. Бюретка вместимостью 50 мл по ГОСТ 20292.

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

## 6. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

6.1. Построение калибровочного графика

6.1.1. *Приготовление стандартных колориметрических растворов*

Растворы готовят в день использования.

В каждый из пяти химических стаканов вместимостью 50 мл вводят из бюретки соответствующие объемы стандартных растворов шестивалентного хрома, указанные в таблице.

Номер стандартных колориметрических растворов	Объем стандартного раствора шестивалентного хрома, мл	Концентрация Cr (VI) в стандартном колориметрическом растворе, мкг/мл
0*	0	0
1	5	0,1
2	10	0,2
3	15	0,3
4	20	0,4

\* Компенсационный раствор.

Содержимое каждого стакана обрабатывают следующим образом: добавляют 5 мл раствора гидроксида натрия. Используя рН-метр доводят величину рН раствора до 7,0 добавлением серной кислоты. Добавляют 2 мл раствора дифенилкарбазида и 1—2 мл ортофосфорной кислоты вместе с 5 мл серной кислоты. Переливают в мерную колбу с одной меткой вместимостью 50 мл, разбавляют до метки водой и тщательно перемешивают.

6.1.2. *Спектрофотометрические измерения*

Сразу же измеряют поглощения стандартных колориметрических растворов с помощью спектрофотометра при длине волны, соответствующей максимальному поглощению (около 540 нм) по отношению к воде в кювете сравнения. Перед каждым измерением кюветы промывают стандартным колориметрическим раствором. Величины поглощения компенсационного раствора вычитают из величин поглощения других стандартных колориметрических растворов.

6.1.3. *Калибровочный график*

Строят график, откладывая на оси абсцисс массу Cr (VI) (мкг), содержащегося в 1 мл стандартных колориметрических ра-

створов, а на оси ординат — соответствующие величины поглощения. При точном соблюдении методики калибровочный график должен иметь вид прямой линии.

#### 6.2. Испытуемые растворы

Используют растворы, полученные по п. 8.2.3 ГОСТ Р 50279.1 или другими указанными и согласованными методами.

#### 6.3. Проведение испытания

Из бюретки вводят в химический стакан вместимостью 50 мл такой объем испытуемого раствора, чтобы величина поглощения находилась в пределах калибровочного графика. Обрабатывают раствор в соответствии с п. 6.1.1. Измеряют поглощение раствора по п. 6.1.2.

### 7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

#### 7.1. Расчеты

Массу «растворенного» шестивалентного хрома в экстракте соляной кислоты  $m_2$ , г, полученном по п. 8.2.3 ГОСТ Р 50279.1, вычисляют по формуле

$$m_2 = \frac{a_1 - a_0}{10^2} \cdot \frac{V_1}{V_3} \cdot 50 = (a_1 - a_0) \cdot \frac{V_1}{V_3} \cdot 5 \cdot 10^{-5},$$

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

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

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

$V_3$  — объем аликвотной доли соляной кислоты и этанола, используемый для испытания, мл.

Содержание «растворенного» шестивалентного хрома в пигментной части краски  $C_{Cr_6}$ , %, (по массе), вычисляют по формуле

$$C_{Cr_6} = m_2 \cdot \frac{10^2}{m_1} \cdot \frac{P}{10^2} = \frac{m_2 \cdot P}{m_1},$$

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

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

#### Примечания:

1. Содержание общего «растворенного» шестивалентного хрома в жидкой краске, состоящее из содержания «растворенного» шестивалентного хрома в пигментной части краски и содержания общего хрома в жидкой части краски,

выраженное в процентах по массе краски, приведено как сумма результатов, полученных по ГОСТ Р 50279.8 и настоящему стандарту.

2. Содержание общего «растворенного» шестивалентного хрома в порошковой краске вычисляют соответствующей модифицированной формулы по п. 7.1.

Если испытуемые растворы были приготовлены методами, отличающимися от приведенных в п. 6.2 ГОСТ Р 50279.1, то необходимо модифицировать приведенные выше формулы расчета содержания шестивалентного хрома.

#### 7.2. Точность расчета

Данные отсутствуют.

### 8. ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

Протокол испытания должен содержать:

- а) тип и наименование испытуемого продукта;
- б) ссылку на настоящий стандарт;
- в) метод отделения твердой фракции испытуемого продукта по разд. 6 ГОСТ Р 50279.1 (метод А, Б или В), где необходимо (не требуется для порошковых красок, см. разд. 7 ГОСТ Р 50279.1);
- г) тип растворителя или смеси растворителей, используемых для экстрагирования, где необходимо (не требуется для порошковых красок, см. разд. 7 ГОСТ Р 50279.1);
- д) результаты испытаний, выраженные в процентах по массе продукта, или содержание «растворенного» шестивалентного хрома в пигментной части краски, или содержание общего «растворенного» шестивалентного хрома в порошковой краске;
- е) любое отклонение от указанного метода испытания;
- ж) дату испытания.

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН ТК 195 «Материалы лакокрасочные»
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 16.09.92 № 1190

Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 3856/5—84 «Лаки и краски. Определение массовой доли «растворенного» металла. Часть 5. Определение массовой доли шестивалентного хрома в пигментной части жидкой или порошковой краски. Спектрофотометрический метод с использованием дифенилкарбазида»

3. Введен впервые
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение отечественного нормативно-технического документа	Обозначение соответствующего стандарта	Раздел, подраздел, пункт
ГОСТ 1770—74	ИСО 385/1—84	Разд. 2, п. 5.4
ГОСТ 6709—72	ИСО 1042—83	Разд. 2, 4
ГОСТ 20292—74	ИСО 3696—87	Разд. 2, 5.3
ГОСТ Р 50279.1—92	ИСО 6713—84	Разд. 1, 2, пп. 4.5, 6.2, 7.1, 8

Редактор *И. В. Виноградская*  
 Технический редактор *Г. А. Тереминкина*  
 Корректор *А. С. Черноусова*

Сдано в наб. 16.12.92 Подп. в печ. 02.02.92 Усл. п. л. 0,5. Усл. кр.-отт. 0,5. Уч.-изд. л. 0,35.  
 Тираж 275 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14  
 Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6, Зак. 1778