

Изменение № 5 ГОСТ 19151—73 Сурик свинцовый. Технические условия

Принято решением Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол заседания № 3—93 от 17.02.93)

Дата введения 01.01.94

На обложке и первой странице под обозначением стандарта дополнить обозначением: (ИСО 510—77).

Вводную часть дополнить абзацем: «Обязательные требования к сурику свинцовому, направленные на обеспечение его безопасности для жизни, здоровья и имущества населения и охрану окружающей среды, изложены в табл. 2, пп. 1—7, пп. 4.1, 4.2, 4.3».

Пункт 1.1. Таблицу 1 для марок М-1, М-2, М-3 и М-4 изложить в новой редакции:

Марка	Код ОКП	Назначение марки
М-1	23 2212 0100 03	Для противокоррозионных лакокрасочных материалов и составов, изготавливаемых на месте применения
М-2	23 2212 0200 00	
М-3	23 2212 0300 08	Для аккумуляторов. Допускается использование для производства рядовых оптических стекол
М-4	23 2212 0400 05	
Высший сорт	23 2212 0402 03	
Первый сорт	23 2212 0403 02	

Пункт 1.2. Таблица 2. Головка. Исключить слова: «Высшая категория качества» (5 раз), «Первая категория качества» (3 раза);

графа «Наименование показателя». Показатель 1. Заменить слова: «двухоси свинца» на «диоксида свинца»;

показатель 3. Заменить слова: «окислов свинца» на «оксидов свинца»;

показатель 8. Заменить слова: «с сеткой 0,063» на «с сеткой 0063»;

графа «Норма для марки М-2». Показатель 12. Заменить значение: 24 на 18;

графа «Норма для марки М-4 первый сорт». Показатели 1, 2. Заменить значения: 26,0—29,0 на 26,0—33,0; 74,5—83,0 на 74,5—95,0;

показатель 3. Заменить значение: 99,8 на 99,5 (4 раза);

примечания изложить в новой редакции:

«Примечания:

1. Показатели «насыпная плотность» и «абсорбция серной кислоты» установлены для аккумулятора.

2. Допускается при транспортировании и хранении увеличение насыпной плотности сурика на 0,2—0,3 г/см³».

Раздел 1 дополнить пунктом — 1.4: «1.4. По согласованию с потребителем допускается изготовление свинцового сурика марок М-1 и М-2 по приложению 1»

Пункт 2.2 изложить в новой редакции: «2.2. Норму по показателю 7 табл. 2 изготовитель определяет в каждой 30-й партии, по показателям 12 для марки М-2 и 10 для марки М-3 — в каждой сотой партии, а по показателям 5, 6, 8 для марки М-4 — один раз в месяц».

При получении неудовлетворительных результатов периодических испытаний изготовитель проверяет каждую партию до получения удовлетворительных результатов испытаний подряд не менее чем в 3 партиях».

(Продолжение см. с. 30)

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.1а (после п. 3.1): «3.1а. Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и обслуживания с техническими характеристиками не хуже, а реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте».

Пункт 3.2. Заменить слова: «двуокиси свинца» на «диоксида свинца».

Пункт 3.2.1. Второй, третий абзацы изложить в новой редакции: «пипетка 1—2—1 по ГОСТ 29169—91;

бюретка по ГОСТ 29251—91 вместимостью 25 или 50 см³ с ценой деления 0,1 см³»;

шестой абзац. Исключить ссылку: «по ГОСТ 2823—73».

Пункты 3.2.3, 3.3. Заменить слова: «двуокиси свинца» на «диоксида свинца» (4 раза).

Пункт 3.4. Заменить слова: «окислов свинца» на «оксидов свинца»

Пункт 3.4.1. Второй, пятый абзацы изложить в новой редакции: «пипетки 1—2—1, 1 или 2—2—25 по ГОСТ 29169—91;

бюретка вместимостью 25 см³ с ценой деления 0,05 или 0,1 см³ по ГОСТ 29251—91»

Пункт 3.4.2. Заменить слова: «двуокиси свинца» на «диоксида свинца».

Пункт 3.4.3. Заменить слова: «свободной окиси свинца» на «свободного монооксида свинца» (2 раза), «окись свинца» на «монооксид свинца», «двуокиси свинца» на «диоксида свинца» (2 раза), «окислов свинца» на «оксидов свинца».

Пункт 3.5.1. Третий—пятый абзацы изложить в новой редакции: «пипетки 2—2—2 и 10 и 50 по ГОСТ 29169—91 и пипетка градуированная вместимостью 5 см³ по ГОСТ 29227—91;

цилиндры 1—5 и 1 или 3—25 и 50 и 100 по ГОСТ 1770—74;

бюретка по ГОСТ 29251—91 вместимостью 5 см³ с ценой деления 0,02 см³»;

девятый, одиннадцатый абзацы. Исключить ссылки: «по ГОСТ 5072—79», «по ГОСТ 2823—73».

Пункт 3.5.2. Второй абзац дополнить словами: «Допускается измерять оптическую плотность испытуемого раствора по отношению к контрольному раствору».

Пункт 3.5.4. Формула. Экспликация. Второй абзац. Заменить обозначение: m на m_1 .

Пункт 3.6.1. Третий абзац изложить в новой редакции: «пипетка 1 или 2—2—2 по ГОСТ 29169—91;

шестой абзац. Исключить ссылку: «по ГОСТ 2823—73».

Пункт 3.10 дополнить словами: «при этом берут навеску сурика массой 10,00 г».

Пункты 3.10.1—3.10.3 исключить.

Пункт 3.14.1. Третий, пятый абзацы изложить в новой редакции: «пипетка 1 или 2—2—10 по ГОСТ 29169—91;

бюретка по ГОСТ 29251—91 вместимостью 50 см³ с ценой деления 0,1 см³»;

последний абзац. Исключить ссылку: «по ГОСТ 5072—79».

Пункт 3.15.1. Седьмой абзац изложить в новой редакции: «пипетки 1—2—0,5 и 1 и 1 или 2—2—2 и 5 по ГОСТ 29169—91 и пипетки градуированные по ГОСТ 29227—91 вместимостью 5 см³»;

одиннадцатый абзац. Исключить ссылку: «по ГОСТ 5072—79».

Пункт 3.16.1. Одиннадцатый, двенадцатый абзацы изложить в новой редакции: «бюретка по ГОСТ 29251—91 вместимостью 1 см³ с ценой деления 0,01 см³»;

пипетка 1 или 2—1—1 и 2 по ГОСТ 29169—91»;

двенадцатый абзац. Исключить ссылку: «по ГОСТ 5859—78».

(Продолжение см. с. 31)

Пункты 3 17 1, 3 18 1 Седьмой абзац. Исключить ссылку «по ГОСТ 5079—79»

Пункт 4 1 изложить в новой редакции «4 1 Упаковка и маркировка свинцового сурика — по ГОСТ 9980 3—86 и ГОСТ 9980 4—86»

Пункт 4 2 Заменить ссылки ГОСТ 8828—75 на ГОСТ 8828—89, ГОСТ 16523—70 на ГОСТ 16523—89,

первый абзац дополнить словами «а также в мягкие специализированные контейнеры разового использования»

Пункт 4 3 Заменить слова «Бойтся сырости» на «Беречь от влаги», дополнить словами «и классификационного шифра 9153»

Раздел 4 дополнить пунктами — 4 4, 4 4а

«4 4 Сурик, упакованный во флаги, в фанерные барабаны, а также бочки, транспортируют пакетами в соответствии с требованиями ТУ 6—27—3—89

Сурик, упакованный в фанерные барабаны, перевозят только повагонными отправками

4 4а Транспортирование и хранение свинцового сурика — по ГОСТ 9980 5—86»

Пункт 4 6 Заменить ссылку ГОСТ 26653—85 на ГОСТ 26653—90

Пункт 6 4 Заменить значение 0,01/0,007 мг/м³ на 0,01/0,005 мг/м³

Стандарт дополнить приложениями — 1, 2

«ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Рекомендуемое

ИСО 510—77 Сурик свинцовый для красок

1. Назначение и область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает важнейшие требования и методы испытания для пигмента—сурика свинцового, предназначенного для изготовления красок

2. Ссылки

ГОСТ 5791—81* Масло льняное техническое Технические условия

ГОСТ 21119 1—75, ГОСТ 21119 2—75, ГОСТ 21119 4—75, ГОСТ 21119 8—75

Общие методы испытаний пигментов и наполнителей

ГОСТ 9980 2—86 Материалы лакокрасочные Отбор проб

3. Определения

3 1 Свинцовый сурик — это пигмент оранжевого или оранжево-красного цвета состоящий из ортоплюмбата свинца (Pb_3O_4) и монооксида свинца (PbO), не содержащий посторонних примесей, за исключением тех, которые образуются в процессе производства

3 2 Неоседающий свинцовый сурик (высокопроцентный свинцовый сурик) — свинцовый сурик, который не вызывает чрезмерного загустевания после смешивания с льняным маслом

* Допускается пользоваться стандартом до прямого введения в него ИСО 150.

(Продолжение см. с 32)

4. Технические требования и нормы

Свинцовый сурик должен отвечать требованиям, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма для типа		Метод испытания
	неоседающий (высокопроцентный) свинцовый сурик	высокодисперсный свинцовый сурик	
Массовая доля диоксида свинца, %, не менее	32,5	33,5	По разд. 6
Массовая доля ортоплюмбата свинца, %, не менее	93,2	96,0	По разд. 8
Суммарная массовая доля ортоплюмбата свинца и свободного монооксида свинца, %, не менее	99	99	По разд. 8
Массовая доля летучих веществ, %, не более	0,2	0,2	По ГОСТ 21119.1—75
Массовая доля веществ, растворимых в воде, %, не более	0,3	0,3	По ГОСТ 21119.2—75
Остаток на сите с сеткой 0063, % по массе, не более	0,75	0,3	По ГОСТ 21119.4—75
Маслоемкость	Должна быть согласована между заинтересованными сторонами		По ГОСТ 21119.8—75
Объем седиментации, см ³ , не менее	—*	30*	По разд. 9
Стойкость к осаждению	Смесь, приготовленная в соответствии с разд. 10, после 14 дней экспозиции на воздухе должна быть пригодна для нанесения кистью		По разд. 10

* Высокопроцентный сурик отличается от высокодисперсного, кроме свойств, указанных в таблице, более низким объемом седиментации.

Примечание. Все процентные соотношения рассчитаны на исходную первоначальную пробу.

5. Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 9980.2—86.

Методы испытания

При проведении испытаний используют реактивы квалификации «чистый для анализа» и дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

(Продолжение см. с. 33)

6. Определение диоксида свинца (PbO₂)

6.1. Реактивы

6.1.1. Натрия тиосульфат, раствор концентрации 0,1 моль/дм³.

6.1.2. Кислота уксусная, раствор концентрации 300 г/дм³

6.1.3. Натрия ацетат, раствор концентрации 600 г/дм³;

раствор готовят следующим образом: 600 г трехводного ацетата натрия (C₂H₃Na·3H₂O) растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до метки 1 дм³.

6.1.4. Иод, стандартный титрованный раствор концентрации 0,1 моль/дм³

6.1.5. Крахмал, индикаторный раствор;

раствор готовят следующим образом: 10 г растворимого крахмала и 10 г йодида ртути (II) перемешивают с 30 см³ воды до получения однородной суспензии; полученную суспензию выливают в 1 дм³ кипящей воды, кипятят в течение 3 мин, затем охлаждают.

6.2. Проведение испытания

0,5—0,8 г испытуемого образца сурика взвешивают с точностью до 1 мг и помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³. Последовательно приливают следующие реактивы:

25 см³ раствора тиосульфата натрия (п. 6.1.1), точно отмеренных пипеткой;

25 см³ раствора ацетата натрия (п. 6.1.3);

20 см³ раствора уксусной кислоты (п. 6.1.2).

Содержимое колбы осторожно перемешивают до растворения испытуемой пробы. Грубые частички пигмента растирают с помощью стеклянной палочки с плоским концом (после этого палочку тщательно ополаскивают). Если последние следы пигмента в колбе трудно растворяются, то рекомендуется добавить не более 0,5 г йодида калия. Когда оксиды свинца полностью растворятся (за исключением ряда нерастворимых компонентов, таких как, например, частицы металлического свинца и т. п.), оттитровывают избыток тиосульфата натрия раствором йода концентрации 0,1 моль/дм³ (п. 6.1.4), используя в качестве индикатора раствор крахмала (п. 6.1.5).

6.2.1. Контрольное испытание

Параллельно с испытанием образца проводят контрольное испытание с использованием всех реактивов, за исключением образца сурника, в указанной последовательности и тех же количествах.

6.3. Обработка результатов

Массовую долю диоксида свинца (X) в процентах в виде PbO₂ вычисляют по формуле

$$X = 0,1196 \cdot 100 \cdot \frac{(V_2 - V_1) \cdot T}{m_1} = \frac{11,96(V_2 - V_1) \cdot T}{m_1},$$

где V₁ — объем стандартного титрованного раствора йодида (п. 6.1.4), израсходованный на титрование, см³;

V₂ — объем стандартного титрованного раствора йода (п. 6.1.4), израсходованный на титрование в контрольном опыте, см³;

T — нормальность стандартного титрованного раствора йода (п. 6.1.4), моль Н⁺/дм³;

m₁ — масса испытуемой пробы пигмента, г;

0,1196 — количество диоксида свинца, соответствующее 1 см³ раствора йода концентрации 1 моль/дм³, мг.

(Продолжение см. с. 34)

7. Определение общего свинца сульфатным методом¹⁾

7.1 Реактивы

7.1.1. Сероводород

7.1.2. Кислота соляная, раствор концентрации 3 моль/дм³

7.1.3. Кислота азотная, раствор концентрации 4 моль/дм³.

7.1.4. Кислота азотная раствор концентрации 4 моль/дм³, насыщенный бромом

мом

7.1.5. Кислота серная, раствор концентрации 500 г/дм³

7.1.6. Калия гидрооксид, раствор концентрации 100 г/дм³

7.1.7. Аммония ацетат, раствор концентрации 335 г/дм³

7.1.8. Натрия сульфид, раствор концентрации 100 г/дм³.

7.1.9. Спирт этиловый или спирт денатурированный, 95 % по массе

7.1.10. Перекись водорода, раствор концентрации 30 г/дм³, не содержащий серной кислоты

7.2. Проведение испытания

7.2.1. 0,5 г испытуемого образца сурика взвешивают с точностью до 1 мг и помещают в стакан вместимостью 400 см³. Добавляют 10 см³ азотной кислоты (п 7.1.3) и по каплям приливают раствор перекиси водорода (п 7.1.10) при осторожном нагревании до полного растворения свинцового сурика. Стакан закрывают и осторожно кипятят в течение 5 мин до разложения избытка перекиси водорода и ополаскивают крышку

Примечание. Если свинцовый сурик содержит примеси, то содержимое стакана обрабатывают следующим образом: остаток в стакане, не растворимый в азотной кислоте, отфильтровывают и промывают фильтр горячей водой для полного удаления растворимого свинца. Полученный фильтрат выпаривают досуха. Добавляют 2 см³ соляной кислоты (п 7.1.2), смесь перемешивают и затем вновь выпаривают досуха на водяной бане. Операцию повторяют. Добавляют 2 см³ соляной кислоты, а затем 200 см³ воды. Содержимое стакана доводят до кипения для растворения хлорида свинца и пропускают сероводород (п 7.1.1) до охлаждения раствора. Осадок сульфида свинца отфильтровывают через бумажный фильтр и промывают насыщенным раствором сероводорода.

При наличии сурьмы остаток снова смывают в химический стакан и выпаривают 10 см³ раствора гидроксида калия (п 7.1.6) и 10 см³ раствора сульфида натрия в течение 10 мин, не доводя раствор до кипения.

Затем опять отфильтровывают сульфид свинца через ту же фильтровальную бумагу и промывают осадок раствором сульфида натрия, разбавленного 10 кратным объемом воды. Стеклопалочкой протыкают фильтровальную бумагу и смывают сульфид свинца в первоначальный стакан. Оставшийся на фильтровальной бумаге сульфид свинца растворяют азотной кислотой насыщенной бромом (п 7.1.4), и содержимое стакана нагревают до полного растворения сульфида свинца.

7.2.2. Добавляют в раствор 20 см³ серной кислоты (п 7.1.5) и осторожно выпаривают до тех пор, пока не произойдет обильное выделение дыма, не допуская сильного кипения раствора. Содержимое стакана охлаждают до комнатной температуры, осторожно добавляют 100 см³ воды, 100 см³ этилового спирта (п 7.1.9) и оставляют раствор на 2 ч.

Полученный осадок переносят в предварительно взвешенный тигель Гоука с прокладкой из асбеста или из спекшегося стеклянного порошка класса Р16 (ГОСТ 16) с размерами пор 10—16 мкм и промывают этиловым спиртом (п

¹⁾ Метод следует использовать как арбитражный. По согласованию между заинтересованными сторонами могут быть использованы и другие методы, например, хроматный, описанный в приложении 2 или метод с применением ди Na ЭДТА по п 3.4 настоящего стандарта.

(Продолжение см. с. 35)

7.1.9). Тигель нагревают, сначала осторожно, а затем прокаливают при температуре 500 °С в течение 10 мин, охлаждают и взвешивают.

Для полного экстрагирования сульфата свинца на фильтр приливают горячий раствор ацетата аммония (п. 7.1.7), промывают горячей водой, высушивают и прокаливают при температуре 500 °С в течение 10 мин, охлаждают и вновь взвешивают. Разница между результатами двух взвешиваний составит массу сульфата свинца.

7.3. Обработка результатов

Массовую долю общего свинца (X_2) в процентах в виде Pb определяют по формуле

$$X_2 = \frac{0,6832(m_5 - m_6)}{m_4} \cdot 100 = \frac{68,32(m_5 - m_6)}{m_4},$$

где m_4 — масса испытуемой пробы пигмента, г;

m_5 — масса первого осадка, г;

m_6 — масса осадка, полученного после экстрагирования ацетатом аммония, г;

0,6832 — коэффициент пересчета сульфата свинца на свинец

8. Расчет массовой доли ортоплумбата свинца и суммарной массовой доли свободного монооксида свинца и ортоплумбата свинца

Массовую долю ортоплумбата свинца (X_1) в процентах в виде Pb_3O_4 вычисляют по формуле

$$X_1 = 2,866 \cdot X,$$

где 2,866 — коэффициент пересчета диоксида свинца на ортоплумбат свинца

Суммарную массовую долю монооксида свинца (PbO) и ортоплумбата свинца (Pb_3O_4) (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = 1,077 \cdot (X_2 - 2,599X) + X_1,$$

где X — массовая доля диоксида свинца, определенная по методу, описанному в разд. 6, %;

X_1 — массовая доля ортоплумбата свинца, %;

X_2 — массовая доля общего свинца, определенная по методу, описанному в разд. 7, %;

1,077 — коэффициент пересчета свинца на монооксид свинца;

2,599 — коэффициент пересчета диоксида свинца на свинец.

9. Определение объема седиментации

9.1. Этиловый спирт 95 % по массе плотностью $\rho_{20} \sim 0,8114$ г/см³, неденатурированный.

9.2. Аппаратура

Цилиндр мерный вместимостью 50 см³ с притертой стеклянной пробкой, внутренняя высота цилиндра до метки — 50 см³ должна составлять (150 ± 3) мм.

9.3. Проведение испытания

Взвешивают $(50 \pm 0,1)$ г испытуемого образца сурика и помещают в цилиндр (п. 9.2), добавляют 35 см³ этилового спирта (п. 9.1) и взбалтывают смесь в течение 15 мин.

Затем доводят объем смеси до 50 см³ этиловым спиртом. Полученную смесь оставляют при комнатной температуре на 24 ч, после чего определяют объем седиментации с точностью до 1 см³.

(Продолжение см. с. 36)

10. Определение стойкости к осаждению

10.1. Реактивы

Масло льняное по ГОСТ 5791—81 с кислотным числом от 4 до 5 мг КОН/г.

10.2. Аппаратура

Цилиндрическая жестяная банка диаметром примерно 65 мм вместимостью около 150 см³

10.3. Проведение испытания

Тщательным растиранием испытуемого образца с льняным маслом (п 10.1) приготавливают не менее 150 см³ краски. Перетираемая паста должна содержать 8—10 % (по массе) масла. Затем полученную пасту разбавляют льняным маслом до консистенции краски. Краску наливают в жестяную банку так, чтобы уровень краски не доходил до верха цилиндрической части на 12 мм. Не закрывая банку крышкой, выставляют краску на воздух и выдерживают 14 дней при температуре окружающей среды. После этого краску в банке перемешивают и определяют степень ее загустевания.

Перемешанную краску наносят на неадсорбирующую поверхность для определения способности краски к нанесению кистью.

11. Протокол испытания

В протоколе об испытании должны быть приведены следующие сведения:

- а) ссылка на данный стандарт или на соответствующий национальный стандарт;
- б) тип и обозначение испытуемого продукта;
- в) результаты испытаний и заключение о соответствии испытуемого продукта установленным требованиям;
- г) отклонения от указанных в стандарте методик, сведения о согласовании между заинтересованными сторонами отклонений от стандартных методик;
- д) дата испытания

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Справочное

ИСО 511—74 Белила свинцовые. Хроматный метод определения содержания общего свинца

1. Реактивы

- 1.1 Кислота азотная, раствор концентрации 4 моль/дм³
- 1.2 Кислота уксусная, раствор концентрации 20 г/дм³.
- 1.3 Бумага индикаторная «конго».
- 1.4 Аммония ацетат, раствор концентрации 2 моль/дм³, свежеприготовленный
- 1.5 Перекись водорода, раствор концентрации 30 г/дм³, не содержащий серной кислоты
- 1.6 Калия бихромат, раствор концентрации 50 г/дм³.

2. Проведение испытания

0,5—1,0 г свинцового сурика взвешивают с точностью до 1 мг и помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³. Сначала прибавляют 10 см³ азотной кислоты, а затем по капле — раствор перекиси водорода до полного растворения

(Продолжение см. с. 37)

свинцового сурика Этот раствор выпаривают досуха, чтобы удалить избыток перекиси водорода. Остаток растворяют как можно в меньшем количестве азотной кислоты и добавляют к нему раствор ацетата аммония до тех пор, пока эта жидкость не перестанет давать кислую реакцию с индикаторной бумагой «конго».

Нерастворившийся остаток отфильтровывают и тщательно промывают раствором ацетата аммония. Полученный фильтрат и промывные воды (около 200 см³) нагревают до кипения и прибавляют избыток бихромата калия для осаждения свинца в виде хромата свинца (PbCrO₄). Раствор кипятят до тех пор, пока осадок не станет темно-оранжево-красным. Полученный осадок выдерживают в нагретом состоянии на водяной бане в течение 1,5—2 ч. После охлаждения полученный осадок переносят на предварительно взвешенный тигель из спекшегося стеклянного порошка НР10 (ПОР 10 или ПОР 16) с диаметром пор 5—15 мкм, промывают осадок раствором уксусной кислоты (п. 1.2), а затем горячей водой и высушивают в сушильном шкафу при температуре (100±2) °С или в вакуум-эксикаторе до постоянной массы.

3. Обработка результатов

Массовую долю общего свинца (X) в процентах в виде Рb вычисляют по формуле

$$X = \frac{0,6375 \cdot m_1}{m} \cdot 100 = \frac{63,75 \cdot m_1}{m},$$

где m_1 — масса осадка хромата свинца, г;

m — масса испытуемой пробы пигмента, г;

0,6375 — коэффициент пересчета хромата свинца на свинец.

(ИУС № 9 1993 г.)