

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

---

## **МАТЕРИАЛЫ ЛАКОКРАСОЧНЫЕ**

**МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ МЕТАЛЛОВ.  
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ «РАСТВОРЕННОГО»  
СВИНЦА. МЕТОД ПЛАМЕННОЙ АТОМНО-  
АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ И  
СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД  
С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ДИТИЗОНА**

**Издание официальное**

**40 руб. БЗ 11—92/1143**

**ГОССТАНДАРТ РОССИИ**  
**Москва**

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

Методы определения содержания металлов.  
Определение содержания «растворенного» свинца.  
Метод пламенной атомно-абсорбционной спектроскопии  
и спектрофотометрический метод с использованием  
дитизона

**ГОСТ Р**  
**50279.3—92**

Paint and varnishes. Test methods of metal  
content. Determination of "soluble" lead content.  
Flame atomic absorption spectrometric method  
and dithizone spectrophotometric method

**(ИСО 3856/1—84)**

ОКСТУ 2310

Дата введения 01.07.93

**1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ**

Настоящий стандарт устанавливает два метода определения содержания свинца в испытуемых растворах, полученных в соответствии с ГОСТ Р 50279.1 или другими, пригодными для этой цели стандартами.

Указанные методы предназначены для лакокрасочных материалов с содержанием «растворенного» свинца от 0,05 до 5% (по массе).

В качестве арбитражного метода в случае разногласий необходимо использовать метод пламенной атомно-абсорбционной спектроскопии (ААС) (разд. 3). По согласованию между заинтересованными сторонами можно использовать и другие методы. Если согласован спектрофотометрический метод, то следует пользоваться спектрофотометрическим методом с применением дитизона (разд. 4).

**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

ГОСТ 23932 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия.

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

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

### 3. МЕТОД ПЛАМЕННОЙ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ

#### 3.1. Сущность метода

Испытуемый раствор всасывают в пламя воздушно-ацетиленовой горелки. Измеряют поглощение выбранной спектральной линии, испускаемой со свинцовым полым катодом или свинцовой разрядной лампой при длине волны 283,3 нм.

#### 3.2. Реактивы и материалы

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

##### 3.2.1. Кислота соляная с $(\text{HCl}) = 0,07$ моль/л

Используют соляную кислоту, идентичную используемой для получения анализируемых растворов по ГОСТ Р 50279.1 (п. 3.4.2).

##### 3.2.2. Ацетилен в стальном баллоне, технический.

##### 3.2.3. Воздух сжатый.

3.2.4. Свинец, стандартный основной раствор, содержащий 1 г свинца на литр

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

б) взвешивают с погрешностью не более 1 мг 1,598 г нитрата свинца  $[\text{Pb}(\text{NO}_3)_2]$  (предварительно высушенного в течение 2 ч при температуре 105°C), разбавляют в соляной кислоте в мерной колбе вместимостью 1000 мл, разбавляют до метки таким же раствором соляной кислоты и тщательно перемешивают.

1 мл этого стандартного основного раствора содержит 1 мг Pb.

##### 3.2.5. Свинец, стандартный раствор, содержащий 100 мг/л Pb.

100 мл стандартного основного раствора свинца вводят пипеткой в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 мл, разбавляют до метки раствором соляной кислоты и тщательно перемешивают.

Раствор готовят в день использования.

1 мл стандартного раствора содержит 100 мкг Pb.

#### 3.3. Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование, а также

3.3.1. Спектрометр пламенный атомно-абсорбционный, работающий при длине волны 283,3 нм, снабженный горелкой с воздушно-ацетиленовым пламенем.

3.3.2. Лампа со свинцовым полым катодом или свинцовая разрядная лампа.

3.3.3. Бюретка вместимостью 50 мл по ГОСТ 20292.

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

### 3.4. Проведение испытания

#### 3.4.1. Построение калибровочного графика

##### 3.4.1.1. Приготовление стандартных калибровочных растворов

Растворы готовят в день применения.

В каждую из шести мерных колб вместимостью 100 мл бюреткой вводят стандартный раствор свинца в объемах, указанных в табл. 1, разбавляют каждый до метки раствором соляной кислоты и тщательно перемешивают.

Таблица 1

Номер стандартного калибровочного раствора	Объем стандартного раствора свинца, мл	Концентрация свинца в стандартном калибровочном растворе, мкг/мл
0*	0	0
1	2,5	2,5
2	5	5
3	10	10
4	20	20
5	30	30

\* Контрольный раствор.

#### 3.4.1.2. Спектрометрические измерения

Устанавливают лампу со свинцовым спектральным источником в спектрометре и оптимизируют условия для определения свинца. Настраивают прибор в соответствии с инструкцией изготовителя и настраивают монохроматор в области длины волны 283,3 нм для получения максимума поглощения.

Устанавливают поток ацетилена и воздуха в соответствии с характеристиками всасывающей горелки и зажигают пламя. Устанавливают развертку шкалы, если таковая имеется, так, чтобы стандартный калибровочный раствор № 5 (см. табл. 1) дал почти полное отклонение на шкале.

Всасывают в пламя каждый из стандартных калибровочных растворов в порядке увеличения степени концентрации и повторяют со стандартным раствором № 4 для подтверждения стабильной

работы прибора. После каждого измерения через горелку всасывают воду; следят за тем, чтобы скорость всасывания оставалась постоянной.

### 3.4.1.3. Построение калибровочного графика

Строят график, откладывая на оси абсцисс массу свинца (мкг), содержащуюся в 1 мл стандартных калибровочных растворов, а на оси ординат — разность соответствующей величины поглощения и величины поглощения при контрольном опыте.

### 3.4.2. Испытуемые растворы

#### 3.4.2.1. Пигментная часть жидкой краски и порошковая краска

Используют растворы, полученные по ГОСТ Р 50279.1 п. 8.2.3 или 8.3.2.

#### 3.4.2.2. Жидкая часть краски.

Используют растворы, полученные по ГОСТ Р 50279.1 п. 9.3.

#### 3.4.2.3. Другие испытуемые растворы

Используют растворы, полученные другим установленным или согласованным методом (например, методом по п. 8.3 ГОСТ Р 50279.1).

### 3.4.3. Проведение испытания

Сначала измеряют поглощение соляной кислоты в спектрометре после его настройки в соответствии с п. 3.4.1.2. Затем измеряют поглощение каждого испытуемого раствора три раза и снова поглощение соляной кислоты. Наконец снова определяют поглощение калибровочного раствора № 4 для того, чтобы убедиться, что настройка прибора не изменилась. Если поглощение испытуемого раствора выше, чем стандартного калибровочного раствора с самым высоким содержанием свинца, разбавляют испытуемый раствор соответственно (коэффициент разбавления  $F$ ) известным объемом соляной кислоты.

### 3.5. Обработка результатов

### 3.5.1. Расчеты

### 3.5.1.1. Пигментная часть жидкой краски

Массу «растворенного» свинца в экстракте соляной кислоты ( $m_0$ ), г, полученном в соответствии с методом, приведенным в п. 8.2.3 или 8.3.2 ГОСТ Р 50279.1, вычисляют по формуле

$$m_0 = \frac{a_1 - a_0}{106} \cdot V_1 \cdot F_1,$$

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

$a_0$  — концентрация свинца 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 пп. 8.2.3 и 8.3.2.4 ГОСТ Р 50279.1 (предположительно 77 или 502 мл соответственно), мл;

F. коэффициент разбавления (п. 3.4.3)



#### 4. СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ДИТИЗОНА

#### 4.1. Сущность метода

Проводят экстрагирование свинца из испытуемого раствора раствором дитизона в 1,1,1-трихлорэтано.

Осуществляют спектрофотометрические измерения дитизоната свинца красного цвета при длине волны  $\sim 520$  нм.

## 4.2. РЕАКТИВЫ

Во время проведения испытаний следует пользоваться только реактивами известной аналитической квалификации и водой по ГОСТ 6709.

4,2,1. Кислота соляная с  $(\text{HCl}) = 0,07$  моль/л

Используют соляную кислоту, идентичную кислоте, используемой для приготовления испытуемых растворов по ГОСТ Р 50279.1 (п. 4.4.2).

#### 4.2.2. Буферный раствор

3 г цианида калия, 6 г метабисульфата натрия и 5 г цитрата аммония растворяют в 200 мл воды, добавляют 325 мл раствора аммония ( $\rho \approx 0.880$  г/мл) и разбавляют водой до 1 л.

**ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ!**

Следует обратить внимание на сильную токсичность цианида калия и его растворов.

4.2.3. Хлорид гидроксиламмония, 20%-ный раствор (по массе)

Растворяют 20 г хлорида гидроксиламмония примерно в 75 мл воды и разбавляют до 100 мл.

**ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЯ!**

Хлорид гидроксиламмония является токсичным отравляющим веществом, вызывающим коррозию аппаратуры. Избегать попадания на кожу и в глаза.

4.2.4. 1,1,1-трихлорэтан, не содержащий ингибиторов

#### 4.2.5. Дитизон, основной раствор

Растворяют 40 мг дитизона в 100 мл 1,1,1-трихлорэтана. Хранят в холодильнике при температуре 4°C или ниже. Через семь дней после получения раствор следует вылить.

#### 4.2.6. Дитизон, рабочий раствор

Раствор готовят в день применения.

Разбавляют 10 мл основного раствора дитизона до 100 мл 1,1,1-трихлорэтаном.

4.2.7. Свинец, стандартный основной раствор 1 г/л, готовят:

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

б) взвешивают с погрешностью не более 1 мг 1,598 нитрата свинца  $[Pb(NO_3)_2]$ , предварительно высушенного в течение 2 ч

при температуре 105°C, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 мл и растворяют в соляной кислоте, а затем разбавляют до метки тем же раствором соляной кислоты и тщательно перемешивают.

1 мл данного стандартного основного раствора содержит 1 мг Pb.

4.2.8. Свинец, стандартный раствор с содержанием Pb 10 мг/л. Раствор готовят в день использования.

10 мл стандартного основного раствора свинца пипеткой переносят в мерную колбу вместимостью 1000 мл, разбавляют до метки соляной кислотой и тщательно перемешивают.

1 мл стандартного раствора содержит 10 мкг Pb.

#### 4.3. Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование, а также.

4.3.1. Спектрофотометр, обеспечивающий измерение при длине волны около 520 нм, снабженный кюветами с рабочей длиной 5 мм.

4.3.2. Воронки делительные вместимостью 50 мл по ГОСТ 23932 и ГОСТ 25336.

4.3.3. Пипетка вместимостью 10 мл по ГОСТ 20292.

4.3.4. Бюретка вместимостью 10 мл по ГОСТ 20292.

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

#### 4.4. Проведение испытания

##### 4.4.1. Построение калибровочного графика

##### 4.4.1.1. Приготовление стандартных колориметрических растворов

Данные растворы готовят в день применения.

Наливают 15 мл буферного раствора в каждую из шести делительных воронок вместимостью 50 мл, затем добавляют 1 мл раствора хлорида гидроксиламмония и 5 мл раствора дитизона. Закрывают воронки и энергично встряхивают в течение 30 с.

Дают возможность отстояться до разделения слоев, а затем нижние слои сливают в отходы. Высушивают внутреннюю часть воронок полосками фильтровальной бумаги.

В шесть делительных воронок вводят из бюретки на 10 мл соответствующие объемы стандартного раствора свинца, указанные в табл. 2. Затем из пипетки добавляют по 10 мл 1,1,1-трихлорэтана. Закрывают воронки и энергично встряхивают в течение 30 с. Дают слоям разделиться и сливают нижние слои через небольшие воронки с фильтрами для поглощения капель воды, собирая растворы в отдельные спектрофотометрические кюветы.

##### 4.4.1.2. Спектрофотометрические измерения

Измеряют величины поглощения стандартных колориметрических растворов при помощи спектрофотометра при длине волны максимального поглощения (около 520 нм) по сравнению с 1,1,1-



Таблица 2

Номер стандартного колориметрического раствора	Объем стандартного раствора свинца, мл	Концентрация свинца в стандартном колориметрическом растворе, мкг/мл
0*	0	0
1	1	1
2	2	2
3	3	3
4	4	4
5	5	5

\* Компенсационный раствор.

трихлорэтаном в кювете сравнения. Перед каждым измерением промывают кюветы стандартным колориметрическим раствором. Вычитают величину поглощения компенсационного раствора из величины поглощений других стандартных колориметрических растворов.

#### 4.4.1.3. Построение калибровочного графика

Строят график, откладывая на оси абсцисс массу свинца (мкг), содержащуюся в 1 мл стандартного колориметрического раствора, а на оси ординат — соответствующие величины поглощений. При выполнении всех требований указанной методики калибровочный график будет иметь форму прямой линии.

#### 4.4.2. Испытуемые растворы

##### 4.4.2.1. Пигменты в жидкой краске и порошковая краска.

Используют растворы, полученные по ГОСТ Р 50279.1, пп. 8.2.3 или 8.3.2.

##### 4.4.2.2. Жидкая часть краски

Используют раствор, полученный по п. 9.3 ГОСТ Р. 50279.1.

##### 4.4.2.3. Другие испытуемые растворы

Используют растворы, полученные другими установленными или согласованными методами (например, по п. 8.3.1.4 ГОСТ Р 50279.1).

#### 4.4.3. Проведение испытания

Переливают 15 мл буферного раствора и 1 мл хлорида гидроксилламмония в делительную воронку вместимостью 50 мл и экстрагируют 5 мл раствора дитизона, как описано в п. 4.4.1.1. Переливают при помощи бюретки вместимостью 10 мл объем испытуемого раствора, содержащего от 10 до 50 мкг Pb, в делительную воронку, содержащую предварительно экстрагированный раствор реагентов.

Если 1 мл испытуемого раствора содержит большие количества свинца, разбавляют испытуемый раствор известным объемом (коэффициенты разбавления  $F_1$ ,  $F_2$ ) соляной кислоты и переливают аликвотную долю разбавленного испытуемого раствора при

помощи бюретки вместимостью 10 мл в делительную воронку, содержащую предварительно экстрагированный раствор реагентов.

Размешивают содержимое делительной воронки и дают отстояться в течение нескольких минут. Затем из пипетки добавляют 10 мл 1,1,1-трихлорэтана. Закрывают воронку и встряхивают энергично в течение 30 с. Дают возможность слоям分离 и сливают нижний слой через малую воронку с сухим фильтром, чтобы собрать капли воды, а раствор заливают в кювету спектрофотометра.

Измеряют поглощение в соответствии с п. 4.4.1.2.

#### 4.5. Обработка результатов

##### 4.5.1. Расчет

##### 4.5.1.1. Пигментная часть жидкой краски

Массу «растворенного» свинца в экстракте соляной кислоты, ( $m_0$ ), г, полученном по ГОСТ Р 50279.1, пп. 8.2.3 или 8.3.2, вычисляют по формуле

$$m_0 = \frac{10 (a_1 - a_0)}{10^2} \cdot \frac{V_1}{V_3} \cdot F_1 = \frac{(a_1 - a_0) \cdot V_1 \cdot F_1}{V_3} \cdot 10^{-5},$$

где  $a_0$ ,  $a_1$ ,  $m_0$ ,  $V_1$  — см. п. 3.5.1.1;

$V_3$  — объем аликвотной доли соляной кислоты и экстракта этанола, взятых для испытания, мл;

$F_1$  — коэффициент разбавления, см. п. 4.4.3.

Содержание «растворенного» свинца в пигментной части краски  $C_{pb_1}$ , % (по массе), вычисляют по формуле

$$C_{pb_1} = m_0 \cdot \frac{10^3}{m_1} \cdot \frac{P}{10^2} = \frac{m_0 \cdot P}{m_1},$$

где  $C_{pb_1}$ ,  $P$ ,  $m_1$  — см. п. 3.5.1.1.

##### 4.5.1.2. Жидкая часть краски

Массу свинца в растворе (экстракте) ( $m_2$ ), г, полученном по п. 9.3 ГОСТ Р 50279.1 вычисляют по формуле

$$m_2 = \frac{10 (b_1 - b_0)}{10^2} \cdot \frac{V_1}{V_4} \cdot F_2 = \frac{(b_1 - b_0) \cdot V_1 \cdot F_2}{V_4} \cdot 10^{-5},$$

где  $b_1$ ,  $b_0$ ,  $V_1$  — см. п. 3.5.1.2;

$V_4$  — объем аликвотной доли раствора, взятого для испытания, мл;

$F_2$  — коэффициент разбавления, см. п. 4.4.3.

Содержание свинца в жидкой части краски  $C_{pb_2}$ , % (по массе), вычисляют по формуле

$$C_{pb_2} = \frac{m_2}{m_3} \cdot 10^2,$$

#### 4.5.1.3. Жидкая краска

Содержание общего «растворенного» свинца в жидкой краске  $C_{Pb_{\Sigma}}$ , % (по массе), вычисляют как сумму результатов, полученных в соответствии с требованиями пп. 4.5.1.1 и 4.5.1.2.

$$C_{Pb_{\Sigma}} = C_{Pb_1} + C_{Pb_2}.$$

#### 4.5.1.4. Порошковая краска

Содержание общего «растворенного» свинца в порошковой краске определяют соответствующей модификацией расчетов по п. 4.5.1.1.

#### 4.5.1.5. Другие испытуемые растворы

Если испытуемый раствор был подготовлен другими методами, отличающимися от приведенных в ГОСТ Р 50279.1 (п. 4.4.2.3), необходимо модифицировать формулы расчета содержания свинца, приведенные в пп. 4.5.1.1 и 4.5.1.2.

#### 4.5.2. Точность

Сведения в настоящее время отсутствуют

### 5. ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

Протокол испытания должен содержать:

- а) тип и наименование испытуемого продукта;
- б) ссылку на настоящий стандарт;
- в) метод отделения твердой фракции испытуемого продукта в соответствии с ГОСТ Р 50279.1, разд. 6 (метод А, Б или В);
- г) тип растворителя или смеси растворителей, используемых для экстрагирования;
- д) метод определения (ААС или спектрофотометрический с использованием дитизона);
- е) результаты испытаний, выраженные в процентах (по массе), т. е. содержание «растворенного» свинца в пигментной части краски и содержание общего «растворенного» свинца в жидкой краске или содержание общего «растворенного» свинца в порошковой краске;
- ж) любое отклонение от определенного метода;
- з) дату испытания.

