

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

---

# МАТЕРИАЛЫ ЛАКОКРАСОЧНЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ МЕТАЛЛОВ.  
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ «РАСТВОРЕННОГО»  
БАРИЯ. МЕТОД ПЛАМЕННОЙ АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ  
СПЕКТРОМЕТРИИ

Издание официальное



ГОССТАНДАРТ РОССИИ  
Москва

36 руб. БЗ 11—92, 1145

**МАТЕРИАЛЫ ЛАКОКРАСОЧНЫЕ**

Методы определения содержания металлов.

Определение содержания «растворенного» бария.

Метод пламенной атомно-эмиссионной спектроскопии

**ГОСТ Р**

**50279.5—92**

Paints and varnishes. Test methods of metal  
content. Determination of „soluble“ barium content.  
Flame atomic emission spectrometric method

**(ИСО 3856/3—84)**

ОКСТУ 2310

Дата введения 01.07.93

**1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ**

Настоящий стандарт устанавливает метод пламенной атомно-эмиссионной спектроскопии (АЭС) для определения содержания бария в испытуемых растворах, полученных в соответствии с ГОСТ Р 50279.1 или другими, пригодными для этой цели, стандартами.

Указанный метод предназначен для лакокрасочных материалов с содержанием «растворенного» бария от 0,05 до 5 % (по массе).

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

**2. ССЫЛКИ**

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

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 20292—74 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 закиси азота и ацетилена и измеряют излучение, испускаемое барием при длине волны 553,5 нм. Устраняют ионизацию атомов бария в пламени горелки добавлением хлорида калия.

### 4. РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

При испытании используют реактивы только известной аналитической квалификации и воду по ГОСТ 6709.

4.1. Калия хлорид, раствор, 50 г/л.

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

Используют раствор соляной кислоты, идентичный раствору, применяемому для приготовления испытуемых растворов по ГОСТ Р 50279.1.

4.3. Азота закись в стальном баллоне, техническая.

4.4. Ацетилен в стальном баллоне, технический.

4.5. Барий, стандартный основной раствор, содержащий 1 г Ва в 1 л.

Раствор готовят одним из двух способов:

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

б) 1,779 г дигидрата хлорида бария ( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) взвешивают с погрешностью не более 1 мг, растворяют в соляной кислоте в мерной колбе вместимостью 1000 мл, доводят до метки тем же раствором соляной кислоты и тщательно перемешивают.

1 мл этого стандартного раствора содержит 1 мг Ва.

4.6. Барий, стандартный раствор, содержащий 20 мг Ва в 1 л.

20 мл стандартного основного раствора бария вводят пипеткой в мерную колбу вместимостью 1000 мл, разбавляют до метки соляной кислотой и тщательно перемешивают. Раствор готовят в день применения.

1 мл этого стандартного раствора содержит 20 мкг бария.

### 5. АППАРАТУРА

Стеклянная лабораторная посуда, используемая для испытаний, не должна содержать барий.

Обычное лабораторное оборудование, а также

5.1. Спектрометр пламенный атомно-эмиссионный, работающий при длине волны 563,5 нм, снабженный горелкой, работающей на смеси ацетилена и закиси азота.

5.2. Пипетки необходимого объема по ГОСТ 20292.

5.3. Бюретки вместимостью 10 и 50 мл по ГОСТ 20292.

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

5.5. Устройство регистрирующее.

Рекомендуется использовать компенсационный самописец.

## 6. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

6.1. Построение калибровочного графика

6.1.1. *Приготовление стандартных калибровочных растворов*

Растворы готовят в день испытания.

Из бюретки вводят в каждую из шести мерных колб вместимостью 50 мл с одной меткой стандартные растворы бария, приведенные в таблице, добавляют по 5 мл раствора хлорида калия, разбавляют до метки раствором соляной кислоты и тщательно перемешивают.

Номер стандартного калибровочного раствора	Объем стандартного раствора бария, мл	Концентрация бария в стандартном калибровочном растворе, мкг/мл
0*	0	0
1	2	0,8
2	5	2
3	10	4
4	20	8
5	40	16

\* Контрольный раствор.

6.1.2. *Спектрометрические измерения*

Эмиссию стандартных калибровочных растворов измеряют в спектрометре в соответствии с инструкцией изготовителя.

Для определения и корректировки фона излучения, характерного для кальция, проводят измерения при соответствующей точке, приближающейся к линии бария, или регистрируют излучение при длине волны от 553,0 до 554,0 нм.

6.1.3. *Построение калибровочного графика*

Строят график, откладывая на оси абсцисс массу бария в мкг, содержащегося в 1 мл стандартных калибровочных растворов, а на оси ординат—соответствующие величины излучения, скорректированного на фон.

6.2. Испытуемые растворы

6.2.1. *Пигментная часть жидкой краски и порошковая краска*

Пипеткой помещают соответствующие объемы ( $V_3$ ) каждого из растворов, приготовленных по п. 8.2.3 ГОСТР 50279.1, в колбы вместимостью 50 мл с одной меткой.

Концентрация бария в испытуемых растворах должна быть в пределах калибровочного графика. Добавляют по 5 мл раствора хлорида калия, разбавляют до метки раствором соляной кислоты и тщательно перемешивают.

#### 6.2.2. Жидкая часть краски

Пипеткой вводят растворы соответствующего объема ( $V_4$ ), полученные по п. 9.3 ГОСТ Р 50279.1, в колбы вместимостью 50 мл с одной меткой.

Концентрация бария в испытуемых растворах должна находиться в пределах калибровочного графика. Затем добавляют по 5 мл раствора хлорида калия, разбавляют до метки раствором соляной кислоты и тщательно перемешивают.

#### 6.2.3. Другие испытуемые растворы

Вводят пипеткой растворы соответствующего объема, полученные указанным или согласованным методом, в мерные колбы вместимостью 50 мл.

Концентрация бария в испытуемых растворах должна находиться в пределах калибровочного графика. Добавляют по 5 мл раствора хлорида калия, разбавляют до метки раствором соляной кислоты и тщательно перемешивают.

### 6.3. Проведение испытания

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

## 7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

### 7.1. Расчеты

#### 7.1.1. Пигментная часть жидкой краски

Массу «растворенного» бария в экстракте соляной кислоты ( $m_0$ ), г, полученная по п. 8.2.3 ГОСТ Р 50279.1, вычисляют по формуле

$$m_0 = \frac{a_1 - a_0}{10^3} \cdot \frac{V_1}{V_3} \cdot 50 \cdot F_1 = (a_1 - a_0) \cdot \frac{V_1}{V_3} \cdot F_1 \cdot 5 \cdot 10^{-5},$$

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

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

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

$V_3$  — объем аликвотной доли соляной кислоты и объем экстракта этанола, взятые для испытания (п. 6.2.1), мл;

$F_1$  — коэффициент разбавления по п. 6.3.

Содержание «растворенного» бария в пигментной части краски  $C_{Ba_1}$ , % (по массе), вычисляют по формуле

$$C_{Ba_1} = m_0 \cdot \frac{10^3}{m_1} \cdot \frac{P}{10^2} = \frac{m_0 \cdot P}{m_1},$$

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

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

#### 7.1.2. Жидкая часть краски

Массу бария в растворе (экстракте), полученном по п. 9.3 ГОСТ Р 50279.1, вычисляют по формуле

$$m_2 = \frac{b_1 - b_0}{10^3} \cdot \frac{V_2}{V_4} \cdot 50 \cdot F_2 = (b_1 - b_0) \cdot \frac{V_2}{V_4} \cdot F_2 \cdot 5 \cdot 10^{-5},$$

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

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

$F_2$  — коэффициент разбавления по п. 6.3;

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

$V_4$  — объем аликвотной доли испытуемого раствора, мл.

Содержание бария в жидкой части краски  $C_{Ba_2}$ , % (по массе), вычисляют по формуле

$$C_{Ba_2} = \frac{m_2}{m_3} \cdot 10^2,$$

где  $m_3$  — общая масса «комплекта» краски по п. 6.4 ГОСТ Р 50279.1.

#### 7.1.3. Жидкая краска

Содержание общего «растворенного» бария в жидкой краске рассчитывают как сумму результатов, полученных по пп. 7.1.1 и 7.1.2.

$$C_{Ba_3} = C_{Ba_1} + C_{Ba_2}.$$

#### 7.1.4. Порошковая краска

Содержание общего «растворенного» бария в порошковой краске рассчитывают при соответствующей модификации расчетов по п. 7.1.1.

#### 7.1.5. Другие испытуемые растворы

Если испытуемые растворы были подготовлены методами, отличающимися от приведенных в ГОСТ Р 50279.1 (п. 6.2.3), то необходимо изменить формулы, по которым велись расчеты содержания бария, в пп. 7.1.1 и 7.1.2.

#### 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 ГОСТ Р 50279.1, разд. 6 (метод А, Б или В), если это необходимо;
- г) тип растворителя или смесь растворителей, используемых для экстрагирования, если это необходимо;
- д) результаты испытаний, выраженные в процентах по массе, т. е. содержание «растворенного» бария в пигментной части краски, жидкой части краски и в жидкой краске, или содержание общего «растворенного» бария 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 3856/3—84 «Лаки и краски. Определение массовой доли «растворенного» металла.

Часть 3. Определение массовой доли бария. Метод пламенной атомно-эмиссионной спектроскопии»

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	5.4
ГОСТ 6709—72	ИСО 648—77	Разд. 4
ГОСТ 20292—74	ИСО 1042—83	5.3
ГОСТ 20292—74	ИСО 3696—87	5.2
ГОСТ Р 50279.1—92	ИСО 6713—84	Разд. 1, 8, пп. 4.2,
	ИСО 6713—90	6.2.1, 6.2.2, 7.1.1,
		7.1.2, 7.1.5

Редактор И. В. Виноградская

Технический редактор Г. А. Теребинкина

Корректор В. С. Черная

Сдано в наб. 17.12.92 Подп. в печ. 08.02.93 Усл. п. л. 0,5. Усл. кр.-отт. 0,5. Уч.-изд. л. 0,40. Тираж 273 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14  
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1770