

КРОН ЦИНКОВЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

Б3 12—2004



Москва
Стандартинформ
2006

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

КРОН ЦИНКОВЫЙ

Технические условия

Zinc chromate.

Specifications

ГОСТ
16763-79МКС 87.060.10
ОКП 23 2222

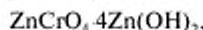
Дата введения 01.01.81

Настоящий стандарт распространяется на цинковый крон — синтетический неорганический пигмент желтого цвета с различным содержанием оксида цинка, оксида калия, оксида хрома.

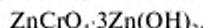
Примерные формулы: хромата цинка и калия



тетраоксихромата цинка



триоксихромата цинка



Стандарт соответствует международному стандарту ИСО 1249-74 в части, касающейся хромата цинка и калия и тетраоксихромата цинка.

Бывшие наименования пигментов и данные pH водной суспензии цинкового крона даны в приложениях 1 и 2 соответственно.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Цинковый крон должен выпускаться в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. В зависимости от состава и применения цинковый крон выпускается следующих видов: хромат цинка и калия, тетраоксихромат цинка и триоксихромат цинка.

Хромат цинка и калия применяется для изготовления эмалей и художественных красок.

Тетраоксихромат цинка применяется для изготовления противокоррозионных грунтовок.

Триоксихромат цинка применяется для изготовления фосфатирующих и противокоррозионных грунтовок.

1.3. По физико-химическим показателям цинковый крон должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма для вида			Метод испытания
	Хромат цинка и калия ОКП 23 2222 0300 02	Тетраоксихромат цинка ОКП 23 2222 0203 02	Триоксихромат цинка ОКП 23 2222 0100 08	
1. Цвет	В пределах допусков утвержденных образцов цвета	Не нормируется		По ГОСТ 16873 и п. 4.3 настоящего стандарта

Наименование показателя	Норма для вида			Метод испытания
	Хромат цинка и кальция ОКП 23 2222 0300 02	Тетраоксихромат цинка ОКП 23 2222 0203 02	Триоксихромат цинка ОКП 23 2222 0100 08	
2. Относительная красящая способность к утвержденному образцу, %, не менее	95	Не нормируется		По ГОСТ 16872 и п. 4.4 настоящего стандарта
3. Массовая доля летучих веществ, %, не более	1,0	1,0	1,5	По ГОСТ 21119.1, разд. 2 и п. 4.5 настоящего стандарта
4. Массовая доля соединений цинка в пересчете на ZnO, %	35—40	68—72	61—65	По п. 4.6
5. Массовая доля соединений хрома в пересчете на CrO ₃ , %, не менее	42	17—20	19—23	По п. 4.7
6. Массовая доля солей щелочных металлов в пересчете на K ₂ O, %, не более	12	Не нормируется		По п. 4.8
7. Массовая доля веществ, нерастворимых в аммиачном растворе хлористого аммония, %, не более	0,5	0,5	1,0	По п. 4.9
8. Массовая доля водорастворимых хроматов в пересчете на CrO ₃ , %, не более	1,0	0,1	1,7	По п. 4.10
9. Массовая доля водорастворимых сульфатов в пересчете на SO ₄ , %, не более	0,1	0,1	1,0	По п. 4.11
10. Массовая доля водорасстворимых хлоридов в пересчете на Cl, %, не более	0,1	0,1	0,1	По п. 4.12
11. Остаток после мокрого просеивания на сите с сеткой № 0063, %, не более	0,2	0,3	0,5	По ГОСТ 21119.4 и п. 4.13 настоящего стандарта
12. Маслоемкость	В пределах $\pm 15\%$ от маслоемкости согласованного образца			По ГОСТ 21119.8 и п. 4.14 настоящего стандарта
13. Укрывистость, г/м ² , не более	120	Не нормируется		По ГОСТ 8784, разд. 1 и п. 4.15 настоящего стандарта
14. Диспергируемость, мкм	Не нормируется			По п. 4.16

П р и м е ч а н и я:

- Согласованный по маслоемкости образец крона и срок его действия устанавливаются изготовителем по согласованию с потребителем.
- Диспергируемость для тетраоксихромата цинка и триоксихромата цинка не нормируется до 01.01.93. Определение обязательно.

1.2, 1.3. (Измененная редакция, Изм. № 2).

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

- Цинковый крон пожаро- и взрывобезопасен.
- Цинковый крон обладает аллергенным и канцерогенным действием, относится к I-му классу опасности, оказывает раздражающее и прижигающее действие на слизистые оболочки верхних дыхательных путей, глаза, кожные покровы.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.3. Предельно допустимая концентрация кроны (в пересчете на CrO_3) в воздухе рабочей зоны производственных помещений в соответствии с ГОСТ 12.1.005 составляет 0,01 $\text{мг}/\text{м}^3$.

2.4. Хроническое воздействие пыли, содержащей CrO_3 , вызывает изменения в легких или в желудочно-кишечном тракте. При обеих формах интоксикации характерным признаком является поражение печени. Длительное воздействие на верхние дыхательные пути приводит к прободению носовой перегородки.

2.5. Работы с цинковым кроном должны проводиться в помещениях, отвечающих требованиям, изложенным в санитарных правилах организации технологических процессов, и гигиенических требований к производственному оборудованию, утвержденных Минздравом СССР, оборудованных приточно-вытяжной вентиляцией.

При производстве и применении кроны должны соблюдаться требования пожарной безопасности и промышленной санитарии по ГОСТ 12.3.002.

2.4, 2.5. (Измененная редакция, Изм. № 2).

2.6. Все работающие с цинковым кроном должны быть обеспечены специальной одеждой и средствами защиты ног и рук по ГОСТ 12.4.103, защитными очками по ГОСТ 12.4.013* и противопылевыми респираторами ШБ-1 «Лепесток» по ГОСТ 12.4.028.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.7. Контроль содержания пыли цинкового крона (в пересчете на CrO_3) проводят в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

2.8. Работающие должны быть обеспечены санитарно-бытовыми помещениями в соответствии со СНиП 2.09.04.

2.7, 2.8. (Введены дополнительно, Изм. № 2).

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Правила приемки — по ГОСТ 9980.1.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Нормы по показателям пп. 4—7, 9, 10, 13 таблицы для хромата цинка и калия, а также пп. 7, 10, 12 для тетраоксихромата цинка и триоксихромата цинка изготавливается определяет периодически в каждой десятой партии. Показатель «диспергируемость» определяется для тетраоксихромата цинка и триоксихромата цинка в каждой двадцатой партии.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

4.1. Отбор проб — по ГОСТ 9980.2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2. Посуда и аппаратура для проведения испытаний

Посуда и оборудование лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336.

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770, 2-й класс точности.

Бюретки и пипетки, 2-й класс точности.

Электрошкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий нагрев до температуры 200 °С с пределом регулирования заданной температуры $\pm 3\%$.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104** 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г, 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1 кг и 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Гири по ГОСТ 7328*** 2 и 3-го классов точности.

Электроплитка по ГОСТ 14919 или другого типа.

Электропечь сопротивления лабораторная, обеспечивающая температуру нагрева (800 ± 10) °С.

Посуда фарфоровая по ГОСТ 9147.

Секундомер.

Термометры жидкостные стеклянные по ГОСТ 28498 типа А или Б с ценой деления 1 или 2 °С.

Допускается применение импортных реактивов, посуды, оборудования, обеспечивающих требуемую точность анализа.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.4.013—97.

** С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001 (здесь и далее).

*** С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 7328—2001.

4.3. Определение цвета проводят визуально в полном тоне по ГОСТ 16873, используя 2 см³ раствора желатина с глицерином, смесь перетирают курантом на плите и наносят шпателем на бумагу.

4.4. Относительную красящую способность хромата цинка и калия определяют по ГОСТ 16872, разд. 1. Для приготовления пасты цветного пигмента берут 1,120 г хромата цинка и калия и 0,97 см³ льняного масла. Для приготовления испытуемой и контрольной пасты берут 0,420 г пасты цветного пигмента.

4.5. Определение массовой доли летучих веществ (X) проводят по ГОСТ 21119.1, разд. 2, используя 5 г пигмента.

4.6. Определение массовой доли соединений цинка в пересчете на ZnO

4.6.1. Реактивы и растворы

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор концентрации c (1/2 $C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$) = 0,1 моль/дм³ (0,05 М); готовят по ГОСТ 10398.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, кристаллический.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей аммиака 25 %.

Смесь буферная аммиачная, pH 9,5—10; готовят следующим образом: 54 г хлористого аммония растворяют в 200 см³ воды и к полученному раствору прибавляют 350 см³ раствора с массовой долей аммиака 25 % и доводят объем раствора водой до 1 дм³; pH контролируют с помощью pH-метра.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, раствор с массовой долей уксусной кислоты 30 % или кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор концентрации c (HCl) = 1 моль/дм³ (1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1.

Эрихром черный Т, смесь индикаторная; готовят по ГОСТ 4919.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4.6.2. Проведение испытания

1,0000 г цинкового крона помещают в стакан вместимостью 250 см³. Приливают 50 см³ раствора уксусной или соляной кислоты и растворяют при 80—100 °C. К полученному раствору пигмента приливают 100 см³ воды и переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³. После охлаждения до температуры 15—25 °C доводят объем раствора водой до метки и тщательно взвешивают (раствор 1), 25 см³ раствора переносят пипеткой в коническую колбу вместимостью 250 см³, прибавляют 100 см³ воды, нейтрализуют раствором аммиака, добавляя его по каплям до изменения окраски раствора из лимонно-желтой в желтовато-зеленую. После нейтрализации добавляют 5 см³ буферной смеси и 0,05 г сухой индикаторной смеси, перемешивают и титруют трилоном Б до перехода окраски из вишневой в изумрудно-зеленую.

Параллельно проводят контрольный опыт с 50 см³ раствора уксусной или соляной кислоты и с теми же объемами реагентов без анализируемого продукта.

4.6.3. Обработка результатов

Массовую долю соединений цинка в пересчете на ZnO (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V - V_1) \cdot 0,003269 \cdot 1,2447 \cdot 10 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot (100 - X)},$$

где V — объем раствора трилона Б концентрации точно 0,1 моль/дм³ (0,05 М), израсходованный на титрование анализируемого образца, см³;

0,003269 — масса цинка, соответствующая 1 см³ раствора трилона Б концентрации точно 0,1 моль/дм³ (0,05 М);

1,2447 — коэффициент пересчета массы цинка на массу ZnO;

m — масса пробы пигмента, г;

X — массовая доля летучих веществ, %;

V_1 — объем раствора трилона Б концентрации точно 0,1 моль/дм³ (0,05 М), израсходованный на титрование контрольного опыта, см³.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,3 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа составляет $\pm 0,2$ % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Результат выражают с точностью до первого десятичного знака.

4.6.1—4.6.3. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.7. Определение массовой доли соединений хрома в пересчете на CrO_3

4.7.1. *Реактивы и растворы*

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч., раствор 1:4 по объему.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, х.ч., раствор с массовой долей йодистого калия 15 %.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068, раствор концентрации $c (\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2.

Натрий двууглекислый по ГОСТ 4201, кристаллический.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, свежеприготовленный раствор с массовой долей крахмала 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.7.2. *Проведение испытания*

50 см³ раствора 1, приготовленного по п. 4.6.2, пипеткой переносят в коническую колбу с пробкой вместимостью 500 см³, добавляют 50—70 см³ воды, 20 см³ раствора серной кислоты, 2 г двууглекислого натрия. После заполнения колбы углекислым газом приливают 20 см³ раствора йодистого калия. Колбу закрывают пробкой, смоченной раствором йодистого калия, и ставят на 5—10 мин в темное место. Затем пробку обмывают водой в ту же колбу и титруют раствором тиосульфата натрия. Перед концом титрования добавляют 3 см³ крахмала и продолжают титровать до перехода окраски раствора из синей в зеленую или голубовато-зеленую.

4.7.3. *Обработка результатов*

Массовую долю соединений хрома в пересчете на CrO_3 (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V \cdot 0,003333 \cdot 5 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot (100 - X)},$$

где V — объем раствора тиосульфата натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), израсходованный на титрование, см³;

0,003333 — масса CrO_3 , соответствующая 1 см³ раствора тиосульфата натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), г;

m — масса пробы пигмента, г;

X — массовая доля летучих веществ, %.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,3 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа составляет $\pm 0,3$ % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Результат выражают с точностью до первого десятичного знака.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.8. Определение массовой доли солей щелочных металлов в пересчете на K_2O

4.8.1. *Реактивы и растворы*

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор 1:3 по объему.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068, раствор концентрации $c (\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2.

Калий йодистый по ГОСТ 4232.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, свежеприготовленный раствор с массовой долей крахмала 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4.8.2. *Проведение испытания*

1,0000—2,5000 г пигмента взвешивают в фарфоровом тигле и прокаливают в течение 1 ч при температуре (600 ± 10) °С. После прокаливания остаток выщелачивают горячей водой температурой 75—80 °С, при этом хроматы щелочных металлов переходят в раствор, который вместе с нерастворимой частью количественно переносят на плотный бумажный фильтр с помощью 50—100 см³ горячей воды. Фильтр промывают горячей водой до полного обесцвечивания, собирая все промывные воды в коническую колбу вместимостью 250 см³ с пробкой.

Фильтрат разбавляют водой до 150 см³, добавляют 30 см³ раствора соляной кислоты и 1,5—2,0 г йодистого калия и перемешивают.

С. 6 ГОСТ 16763—79

Колбу закрывают пробкой и ставят в темное место на 5—10 мин. После этого содержимое колбы титруют раствором тиосульфата натрия до соломенно-желтого цвета, добавляют 3 см³ раствора крахмала и титруют до исчезновения синей окраски.

4.8.3. Обработка результатов

Массовую долю солей щелочных металлов в пересчете на K₂O (X₃) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{V \cdot 0,00313 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot (100 - X)},$$

где V—объем раствора тиосульфата натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), израсходованный на титрование, см³;
0,00313—масса K₂O, соответствующая 1 см³ раствора тиосульфата натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), г;

X—массовая доля летучих веществ, %;

m—масса пробы пигмента, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа составляет $\pm 0,2\%$ при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Результат выражают с точностью до первого десятичного знака.

4.8.1—4.8.3. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.9. Определение массовой доли веществ, нерастворимых в аммиачном растворе хлористого аммония

4.9.1. Реактивы, растворы и оборудование

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, кристаллический.

Аммиак водный по ГОСТ 3760; аммиачный раствор хлористого аммония готовят растворением 30 г хлористого аммония и 50 см³ аммиака в 500 см³ воды.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Машина универсальная для встряхивания типа УВМ-1 или другое встряхивающее устройство.

Тигель ТФ-40-ПОР 10 или ПОР 16 по ГОСТ 25336 или фильтр бумажный «синяя лента».

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.9.2. Проведение испытания

В колбу с пробкой помещают 5,00 г пигмента и 200 см³ аммиачного раствора хлористого аммония. Содержимое колбы перемешивают при температуре 15—25 °С в течение 30 мин, используя аппарат для встряхивания или мешалку. Затем раствор отстаивают в течение 15 мин и фильтруют декантацией через предварительно доведенный до постоянной массы фильтрующий тигель или бумажный фильтр «синяя лента». Остаток со стенок колбы переносят на фильтр при помощи стеклянной палочки с резиновым наконечником и 20—30 см³ аммиачного раствора хлористого аммония.

Фильтр с осадком промывают несколько раз водой до исчезновения желтой окраски на фильтре. Затем сушат при температуре (105±3) °С до постоянной массы.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.9.3. Обработка результатов

Массовую долю веществ, нерастворимых в аммиачном растворе хлористого аммония, (X₄) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{m_1 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot (100 - X)},$$

где m—масса пробы пигмента, г;

m₁—масса остатка, г;

X—массовая доля летучих веществ, %.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,05 % при норме 0,5 % и не более 0,1 % при норме 1,0 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа составляет $\pm 0,03\%$ при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Результат выражают с точностью до второго десятичного знака.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.10. Определение массовой доли водорастворимых хроматов в пересчете на CrO_3

4.10.1. *Оборудование, реактивы и растворы*

Машина универсальная для встряхивания типа УВМ-1 или другое встряхивающее устройство.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей соляной кислоты 20 %.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, кристаллический.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068, раствор концентрации $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, свежеприготовленный раствор с массовой долей крахмала 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.10.2. *Подготовка к испытанию*

50,00 г пигмента помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, приливают воду до метки и содержимое колбы встряхивают в течение 30 мин при температуре 15—25 °C таким образом, чтобы пигмент все время держался в суспензии. Затем суспензию отстаивают в течение 15 мин. Оставшуюся суспензию фильтруют через фильтр «синяя лента» в сухую колбу, отбрасывая первые 15—20 см³ фильтрата.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.10.3. *Проведение испытания*

50 см³ фильтрата, полученного по п. 4.10.2, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 10 см³ раствора соляной кислоты с массовой долей 20 % и 1 г кристаллического йодистого калия. Колбу закрывают пробкой, содержимое встряхивают и ставят на 5—10 мин в темное место. Затем пробку обмывают водой в ту же колбу и выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия до соломенно-желтого цвета, добавляют 3 см³ раствора крахмала и титруют до исчезновения синей окраски.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.10.4. *Обработка результатов*

Массовую долю водорастворимых хроматов в пересчете на CrO_3 (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{V \cdot 0,003333 \cdot 500 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 50 \cdot (100 - X)},$$

где V — объем раствора тиосульфата натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

0,003333 — масса CrO_3 , соответствующая 1 см³ раствора тиосульфата натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), г;

m — масса пробы пигмента, взятая по п. 4.10.2, г;

X — массовая доля летучих веществ, %.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,05 % при норме 1,0 и 1,7 % и 0,01 % при норме 0,1 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа составляет $\pm 0,01$ % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Результат выражают с точностью до первого десятичного знака.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.11. Определение массовой доли водорастворимых сульфатов в пересчете на SO_3

4.11.1. *Весовой метод*

4.11.1.1. *Реактивы и растворы*

Кислота азотная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей азотной кислоты 20 %.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор концентрации $c(\text{HNO}_3) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.).

Спирт этиловый технический по ГОСТ 17299.

Барий хлористый по ГОСТ 4108, раствор с массовой долей хлористого бария 5 %.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор с массовой долей азотнокислого серебра 2 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4.11.1.2. Проведение испытания

50 см³ фильтрата, полученного по п. 4.10.2, отбирают пипеткой и переносят в стакан вместимостью 100 см³. Затем добавляют 3 см³ соляной кислоты и 5 см³ этилового спирта. Полученный раствор нагревают до кипения, при этом наблюдается изменение окраски до зеленого цвета. Если изменения не произошло, прибавляют еще 2—3 см³ этилового спирта до изменения окраски. К горячему раствору добавляют по каплям 2 см³ (при норме не более 0,1%) и 8 см³ (при норме не более 1,0% SO₃) горячего раствора хлористого бария. Полученный раствор выдерживают на водяной бане в течение 1 ч. Раствор с осадком охлаждают, осадок количественно переносят на фильтр «синяя лента». Стакан и фильтр промывают 4—5 раз горячей водой температурой 75—80 °С порциями по 5—10 см³, а затем водой температурой 15—25 °С до отрицательной реакции на ион хлора. Проверку на полноту промывки проводят следующим образом: 2—3 см³ промывных вод собирают в пробирку, добавляют 2 см³ раствора азотокислого серебра и 1 см³ азотной кислоты, раствор не должен опалесцировать. Фильтр с осадком переносят в фарфоровый тигель, доведенный до постоянной массы, тигель с осадком помещают в холодную муфельную печь, медленно нагревают до температуры (800±10) °С и выдерживают при этой температуре в течение 10—15 мин. Тигель после охлаждения в экскаторе взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака.

Если остаток после прокаливания имеет желтый цвет (из-за загрязнения хромом), определение следует повторить.

4.11.1.1, 4.11.1.2. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.11.1.3. Обработка результатов

Массовую долю водорастворимых сульфатов в пересчете на SO₃ (X₆) вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{m_1 \cdot 0,3427 \cdot 500 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 50 \cdot (100 - X)},$$

где *m* — масса пробы пигмента, взятая по п. 4.10.2, г;

*m*₁ — масса осадка сульфата бария, г;

0,3427 — коэффициент пересчета BaSO₄ на SO₃;

X — массовая доля летучих веществ, %.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,01% (при норме не более 0,1%) и 0,1% (при норме не более 1,0%). Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа составляет ±0,01% при доверительной вероятности *P* = 0,95.

Результат выражают с точностью до второго десятичного знака.

Допускается определение массовой доли водорастворимых сульфатов в триоксихромате цинка фотометрическим методом.

При разногласиях в оценке массовой доли водорастворимых сульфатов в триоксихромате цинка анализ проводят весовым методом.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.11.2. Фотометрический метод (для триоксихромата цинка)

4.11.2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Фотоэлектроколориметры типов ФЭК-М, ФЭК-Н, ФЭК-56, колориметр фотоэлектрический концентрационный типа КФК-2 или фотометр лабораторный ЛМФ-72.

Секундомер.

Барий хлористый по ГОСТ 4108, раствор с массовой долей хлористого бария 30% в растворе соляной кислоты концентрации *c* (HCl) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.); готовят следующим образом: 300 г хлористого бария помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в растворе соляной кислоты концентрации *c* (HCl) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), доводят этой же кислотой до метки и перемешивают. Полученный раствор переносят в коническую колбу, нагревают почти до кипения и оставляют на сутки. Затем фильтруют дважды через один и тот же двойной фильтр «синяя лента». Раствор перед использованием тщательно перемешивают.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, растворы концентраций *c* (HCl) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) и *c* (HCl) = 1 моль/дм³ (1 н.); готовят по ГОСТ 25794.1.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор концентрации *c* (1/2 H₂SO₄) = 0,01 моль/дм³ (0,01 н.) в растворе соляной кислоты концентрации *c* (HCl) = 1 моль/дм³ (1 н.); готовят следующим образом: фиксанал серной кислоты переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки раствором соляной кислоты концентрации 1 моль/дм³ и перемеши-

вают. 50 см³ полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят до метки раствором соляной кислоты концентрации 1 моль/дм³ и перемешивают. 1 см³ полученного раствора содержит 0,4 мг SO₃.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.11.2.2. Подготовка к испытанию

Для построения градуировочного графика готовят образцовые растворы. Для этого при помощи бюретки отбирают в мерные колбы вместимостью 500 см³ раствор серной кислоты концентрации 0,01 моль/дм³ (0,01 н.) в объеме 15; 20; 25; 30; 35; 40; 50 см³, разбавляют до метки раствором соляной кислоты концентрации 1 моль/дм³ (1 н.) и перемешивают. В правый световой пучок прибора помещают кювету с образцовым раствором, который наливают точно до риски, в левый — кювету с дистиллированной водой.

Устанавливают оптическое равновесие при оптической плотности на правом барабане Д-0 для приборов типов ФЭК-М и ФЭК-Н и Д-0,1 для типа ФЭК-56. После этого в правую кювету из пипетки, положение которой строго фиксировано, приливают 5 см³ раствора хлористого бария. Раствор хлористого бария должен попадать в центр кюветы и всегда с определенного от нее расстояния. С момента приливания хлористого бария включают секундомер. На правом барабане устанавливают оптическую плотность Д-0,1 для фотоэлектроколориметров типа ФЭК-М и ФЭК-Н и Д-0 для типа ФЭК-56.

Далее периодическим включением фотоэлемента наблюдают за положением стрелки гальванометра на приборах типов ФЭК-М и ФЭК-Н и сектором индикаторной лампы на приборах типа ФЭК-56. При достижении нулевого положения секундомер выключают и отмечают время в секундах. Рабочий светофильтр № 7 для фотоэлектроколориметра типа ФЭК-56, № 1 — для фотоэлектроколориметров типов ФЭК-М и ФЭК-Н. По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс — lg C (мг SO₃ в 500 см³ раствора), на оси ординат — lg t (время в секундах).

4.11.2.3. Проведение испытания

10 см³ фильтрата, полученного по п. 4.10.2, помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят до метки раствором соляной кислоты концентрации 1 моль/дм³ (1 н.) и перемешивают.

В правый световой пучок прибора помещают кювету с испытуемым раствором, в левый — кювету с дистиллированной водой и измеряют время (в секундах) достижения оптической плотности так же, как при построении градуировочного графика.

4.11.2.2, 4.11.2.3. (Измененная редакция, Изм. № 1).

4.11.2.4. Обработка результатов

Массовую долю водорастворимых сульфатов в пересчете на SO₃ (X_7) в процентах вычисляют по формуле

$$X_7 = \frac{m_1 \cdot 500 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 10 \cdot 1000 \cdot (100 - X)} \cdot$$

где m_1 — масса SO₃ в 500 см³ раствора, найденная по градуировочному графику, мг;

m — масса пробы пигмента, взятая по п. 4.10.2, г;

X — массовая доля летучих веществ, %.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,1 %. Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа составляет $\pm 0,003$ % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Результат выражают с точностью до второго десятичного знака.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.12. Определение массовой доли хлоридов в пересчете на Cl

4.12.1. Ареометрический метод

4.12.1.1. Реактивы и растворы

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор концентрации c (AgNO₃) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.3.

Калий хромовокислый по ГОСТ 4459, раствор с массовой долей хромовокислого калия 5 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.12.1.2. Проведение испытания

К 50 см³ фильтрата, полученного по п. 4.10.2, добавляют 1 см³ хромовокислого калия. Раствор медленно титруют раствором азотнокислого серебра при интенсивном перемешивании, пока бледно-красно-коричневый цвет не станет постоянным.

Контрольный опыт проводят следующим образом: 1 см³ раствора хромовокислого калия прибавляют к 50 см³ воды и титруют раствором азотнокислого серебра до такого же окрашивания, как и в опыте с навеской пигмента, учитывая полученную опалесценцию и помутнение.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.12.1.3. Обработка результатов

Массовую долю водорастворимых хлоридов в пересчете на Cl (X₃) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(V - V_1) \cdot 500 \cdot 0,003546 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 50 \cdot (100 - X)}.$$

где V — объем раствора азотнокислого серебра точно 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

V₁ — объем раствора азотнокислого серебра точно 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), израсходованный на титрование контрольной пробы, см³;

0,003546 — масса хлора, соответствующая 1 см³ раствора азотнокислого серебра точно 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), г;

m — масса пробы пигмента, взятая по п. 4.10.2, г;

X — массовая доля летучих веществ, %.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.12.2. Меркуриметрический метод

4.12.2.1. Реактивы и растворы

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1 по объему.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Натрий нитропруссидный, раствор с массовой долей нитропруссида натрия 10 %, хранят в бутыли из темного стекла, если раствор позелнеет, он не пригоден к применению.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Ртуть (II) азотнокислая, 1-водная по ГОСТ 4520, раствор с (1/2[Hg(NO₃)₂·0,5H₂O]) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.3.

Раствор пригоден к применению на следующие сутки и устойчив при хранении в бутыли из темного стекла. Коэффициент поправки полученного раствора устанавливают по хлористому натрию. При этом 0,1 г хлористого натрия, прокаленного до постоянной массы при температуре (500±10) °С, взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака и растворяют в 100 см³ воды в колбе вместимостью 250 см³. К раствору добавляют 1 см³ азотной кислоты и 1 см³ раствора нитропруссида натрия, перемешивают и титруют раствором азотнокислой ртути до появления слабой неисчезающей мутти. Одновременно проводят титрование контрольной пробы. Коэффициент поправки (K) раствора азотнокислой ртути вычисляют по формуле

$$K = \frac{m}{(V - V_1) \cdot 0,005844},$$

где m — масса хлористого натрия, г;

V — объем раствора ртути (II) азотнокислой концентрации 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), израсходованный на титрование навески хлористого натрия, см³;

V₁ — объем раствора ртути (II) азотнокислой концентрации 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), израсходованный на титрование контрольной пробы, см³;

0,005844 — масса хлористого натрия, соответствующая 1 см³ точно раствора ртути (II) азотнокислой концентрации 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), г.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.12.2.2. Проведение испытания

50 см³ фильтрата, полученного по п. 4.10.2, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³. В колбу приливают 1 см³ азотной кислоты, 1 см³ раствора нитропруссида натрия, перемешивают и титруют до появления слабой неисчезающей мутти. Одновременно проводят титрование контрольной пробы со всеми применяющимися реактивами.

4.12.2.3. Обработка результатов

Массовую долю водорастворимых хлоридов в пересчете на хлор (X_9) в процентах вычисляют по формуле

$$X_9 = \frac{(V - V_1) \cdot 500 \cdot K \cdot 0,003546 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 50 \cdot (100 - X)},$$

где V — объем раствора ртути (II) азотнокислой концентрации 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

V_1 — объем раствора ртути (II) азотнокислой концентрации 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), израсходованный на титрование контрольной пробы, см³;

m — масса пробы пигмента, взятая по п. 4.10.2, г;

0,003546 — масса хлора, соответствующая 1 см³ раствора ртути (II) азотнокислой концентрации 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), г;

X — массовая доля летучих веществ, %.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,01 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа составляет $\pm 0,004$ % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Результат выражают с точностью до второго десятичного знака.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.13. Определение остатка на сите проводят по ГОСТ 21119.4, разд. 1, применяя сито с сеткой № 0063 по ГОСТ 6613, используя навеску пигмента массой 10 г.

4.14. Определение маслосъемности согласованного и испытуемого образцов проводят по ГОСТ 21119.8 шпателем или с помощью палочки в тигле, используя навеску пигмента массой 3 г.

Сравнение значения маслосъемности испытуемого образца с маслосъемностью согласованного образца проводят при испытании этих образцов одним и тем же методом. Величина маслосъемности в г/100 г пигмента указана в приложении 3.

4.13, 4.14. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4.15. Определение укрывистости проводят по ГОСТ 8784, разд. 1, используя 5 г пигмента и 3,5—4,5 г натуральной олифы по ГОСТ 7931.

4.16. Определение диспергируемости

4.16.1. *Аппаратура и материалы*

Мельница лабораторная бисерная с частотой вращения (3000 ± 250) мин⁻¹.

Стакан металлический вместимостью 250 см³.

Шарики стеклянные марки М или С для диспергирования в бисерных мельницах диаметром $(1,7 \pm 0,3)$ мм, стойкостью к абразивному износу не менее 93 %.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1 кг или 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Прибор «Клин» (гриндометр) по ГОСТ 6589 с пределами измерения 0—50 мкм.

Лак алкидный марок ПФ-060 и ПФ-064, разбавленный уайт-спиритом до массовой доли нелетучих веществ 30 %, определенных по ГОСТ 17537.

Палочка стеклянная длиной 100—150 мм, диаметром 8—12 мм с оплавленным концом.

Уайт-спирит по ГОСТ 3134.

Секундомер.

4.16.2. *Проведение испытания*

В стакан бисерной мельницы помещают 80 см³ стеклянных шариков и лак (70,00 г для тетраоксихромата цинка и 65,00 г для триоксихромата цинка). Вращая стакан, смачивают шарики лаком. К содержимому стакана добавляют пигмент (30,00 г тетраоксихромата цинка или 35,00 г триоксихромата цинка).

Содержимое стакана тщательно перемешивают стеклянной палочкой, подставляют стакан под мешалку бисерной мельницы, закрепляют в держателе, закрывают крышкой и включают бисерную мельницу. Цинковый крон диспергируют в течение 60 мин.

Сразу же после выключения бисерной мельницы стакан снимают с мешалки. С помощью стеклянной палочки отбирают пробу.

Степень перетира определяют по ГОСТ 6589.

4.16—4.16.2. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение цинкового крона — по ГОСТ 9980.3 — ГОСТ 9980.5.

(Измененная редакция, Изм. № 2).
5.2. (Исключен, Изм. № 2).

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель гарантирует соответствие цинкового крона требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения крона цинкового — 12 мес со дня изготовления.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
СправочноеТаблица соответствия наименования пигмента по ГОСТ 16763-79
и по ГОСТ 16763-71, ТУ 6-10-1325-77, ТУ 6-10-1644-77

ГОСТ 16763-79	ГОСТ 16763-71	ТУ 6-10-1325-77	ТУ 6-10-1644-77
Крон цинковый. Технические условия	Хроматы цинка	Крон цинковый. Технические условия	Тетраоксихромат цинка марки В. Технические условия

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Справочное

рН водной суспензии цинкового крона

Вид цинкового крона	рН водной суспензии
Хромат цинка и калия	6,5-7,5
Тетраоксихромат цинка	6,5-8
Триоксихромат цинка	6-7,5

ПРИЛОЖЕНИЕ 3
Справочное

Маслоемкость цинкового крона

Вид цинкового крона	Маслоемкость, г/100 г пигмента	Метод испытания
Хромат цинка и калия	20-30	По ГОСТ 21119.8 (стеклянной палочкой в тигле)
Тетраоксихромат цинка	45-65	
Триоксихромат цинка	20-40	

ПРИЛОЖЕНИЕ 3. (Введено дополнительно, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР
РАЗРАБОТЧИКИ

С.С. Мицаканов, д-р техн. наук; З.Д. Смирнова (руководитель темы); М.А. Штери, Л.П. Фролова, Г.Н. Шпицберг

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28.05.79 № 1917

3. Стандарт соответствует международному стандарту ИСО 1249-74 в части хромата цинка и калия и тетраоксихромата цинка

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, приложения	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, приложения
ГОСТ 12.1.005-88	2.3; 2.7	ГОСТ 7328-82	4.2
ГОСТ 12.3.002-75	2.5	ГОСТ 7931-76	4.15
ГОСТ 12.4.013-85	2.6	ГОСТ 8784-75	1.3; 4.15
ГОСТ 12.4.028-76	2.6	ГОСТ 9147-80	4.2
ГОСТ 12.4.103-83	2.6	ГОСТ 9980.1-86	3.1
ГОСТ 61-75	4.6.1	ГОСТ 9980.2-86	4.1
ГОСТ 1277-75	4.11.1.1; 4.12.1.1	ГОСТ 9980.3-86	5.1
ГОСТ 1770-74	4.2	ГОСТ 9980.4-2002	5.1
ГОСТ 3118-77	4.6.1; 4.8.1; 4.10.1; 4.11.1.1; 4.11.2.1	ГОСТ 9980.5-86	5.1
ГОСТ 3134-78	4.16.1	ГОСТ 10163-76	4.7.1; 4.8.1; 4.10.1
ГОСТ 3760-79	4.6.1; 4.9.1	ГОСТ 10398-76	4.6.1
ГОСТ 3773-72	4.6.1; 4.9.1	ГОСТ 10652-73	4.6.1
ГОСТ 4108-72	4.11.1.1; 4.11.2.1	ГОСТ 14919-83	4.2
ГОСТ 4201-79	4.7.1	ГОСТ 16872-78	1.3; 4.4
ГОСТ 4204-77	4.7.1; 4.11.2.1	ГОСТ 16873-92	1.3; 4.3
ГОСТ 4232-74	4.7.1; 4.8.1; 4.10.1	ГОСТ 17299-78	4.11.1.1
ГОСТ 4233-77	4.12.2.1	ГОСТ 17537-72	4.16.1
ГОСТ 4459-75	4.12.1.1	ГОСТ 21119.1-75	1.3; 4.5
ГОСТ 4461-77	4.11.1.1; 4.12.2.1	ГОСТ 21119.4-75	1.3; 4.13
ГОСТ 4520-78	4.12.2.1	ГОСТ 21119.8-75	1.3; 4.14; приложение 3
ГОСТ 4919.1-77	4.6.1; 4.7.1; 4.8.1; 4.10.1	ГОСТ 24104-88	4.2; 4.16.1
ГОСТ 6589-74	4.16.1; 4.16.2	ГОСТ 25336-82	4.2; 4.9.1
ГОСТ 6613-86	4.13	ГОСТ 25794.1-83	4.6.1; 4.11.2.1
ГОСТ 6709-72	4.6.1; 4.7.1; 4.8.1; 4.9.1; 4.10.1; 4.11.1.1; 4.11.2.1; 4.12.1.1; 4.12.2.1	ГОСТ 25794.2-83	4.7.1; 4.8.1; 4.10.1
		ГОСТ 25794.3-83	4.12.1.1; 4.12.2.1
		ГОСТ 27068-86	4.7.1; 4.8.1; 4.10.1
		ГОСТ 28498-90	4.2

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5-94 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12-94)

6. ИЗДАНИЕ (февраль 2006 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июне 1985 г., июне 1990 г. (ИУС 9-85, 10-90)

Редактор *Л.И. Нахимова*

Технический редактор *О.Н. Власова*

Корректор *В.Е. Нестерова*

Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Подписано в печать 22.03.2006. Формат 60x84¹/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,86.
Уч.-изд. л. 1,45. Тираж 40 экз. Зак. 102. С 2625.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

Набрано и отпечатано во ФГУП «Стандартинформ».