

**ГОСТ Р 50279.6—92  
(ИСО 3856 /4—84)**

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

---

## **МАТЕРИАЛЫ ЛАКОКРАСОЧНЫЕ**

**МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ МЕТАЛЛОВ.  
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ «РАСТВОРЕННОГО»  
КАДМИЯ. МЕТОД ПЛАМЕННОЙ АТОМНО-  
АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ И  
ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД**

**Издание официальное**

**Б3 11—92/1146**

**ГОССТАНДАРТ РОССИИ  
Москва**

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ****МАТЕРИАЛЫ ЛАКОКРАСОЧНЫЕ.****Методы определения содержания металлов.****Определение содержания «растворенного» кадмия.****Метод пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии и полярографический метод**

Paints and varnishes. Test methods of metal content. Determination of "soluble" cadmium content. Flame atomic absorption spectrometric method and polarographic method

ОКСТУ 2310

**ГОСТ Р  
50279.6—92****(ИСО 3856/4—84)****Дата введения      01.07.93****1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ**

Настоящий стандарт устанавливает два метода определения содержания кадмия 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» кадмия от 0,05 до 5% (по массе).

В качестве арбитражного метода в случае разногласий необходимо использовать метод пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии (AAC) (разд. 3). По согласованию между заинтересованными сторонами можно использовать и другие методы. В разд. 4 приведен полярографический метод.

**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. Бюretки, 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. МЕТОД ПЛАМЕННОЙ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ**

#### **3.1. Сущность метода**

Всасывают испытуемый раствор в пламя воздушно-ацетиленовой горелки. Измеряют поглощение выбранной спектральной линии, испускаемой лампой с кадмиевым полым катодом или кадмиевой разрядной лампой при длине волн 228,8 нм.

#### **3.2. Реактивы и материалы**

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

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

Используют соляную кислоту идентичную той, которую применяют для приготовления испытуемых растворов по ГОСТ Р 50279.1.

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

##### **3.2.3. Воздух сжатый.**

**3.2.4. Кадмий, стандартный основной раствор, содержащий 1 г Cd на литр** готовят следующим образом:

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

б) взвешивают с погрешностью не более 1 мг массу растворимой в воде соли кадмия определенной чистоты, содержащей точно 1 г Cd, растворяют в соляной кислоте в мерной колбе с одной меткой вместимостью 1000 мл, разбавляют до метки той же соляной кислотой и тщательно перемешивают;

в) взвешивают с погрешностью не более 1 мг точно 1 г металлического кадмия, растворяют в небольшом количестве концентрированной соляной кислоты ( $\rho \approx 1,18$  г/мл) в мерной колбе с одной меткой вместимостью 1000 мл, разбавляют до метки соляной кислотой и тщательно перемешивают.

1 мл этого стандартного основного раствора содержит 1 мг Cd.

**3.2.5. Кадмий, стандартный раствор, содержащий 10 мг Cd на литр.**

Раствор готовят в день применения.

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

1 мл этого стандартного раствора содержит 10 мкг Cd.

#### **3.3. Аппаратура**

Обычное лабораторное оборудование, а также

**3.3.1. Спектрометр пламенный атомно-абсорбционный, работающий при длине волн 228,8 нм, снабженный горелкой с воздушно-ацетиленовым пламенем.**

**3.3.2.** Лампа с кадмиевым полым катодом или кадмиевая разрядная лампа.

**3.3.3.** Бюretки вместимостью 10 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.

Из бюretки вводят в каждую из пяти мерных колб с одной меткой вместимостью 100 мл соответствующие объемы стандартных растворов кадмия, приведенные в табл. 1, разбавляют каждый раствор до метки соляной кислотой и тщательно перемешивают.

Таблица 1

Номер стандартных калибровочных растворов	Объем стандартного раствора кадмия, мл	Концентрация кадмия в стандартном калибровочном растворе, мкг/мл
0*	0	0
1	0,5	0,05
2	1	0,1
3	2	0,2
4	4	0,4

\* Контрольный раствор.

#### 3.4.1.2. Спектрометрические измерения

Устанавливают лампу с кадмиевым полым катодом в спектрометре и выбирают оптимальные условия определения кадмия. Настраивают прибор в соответствии с инструкцией изготовителя и настраивают монохроматор в области длины волны 228,8 нм для получения максимального поглощения.

Устанавливают поток ацетилена и воздуха в соответствии с характеристиками всасывающей горелки и зажигают пламя. Устанавливают развертку шкалы, если таковая имеется, таким образом, чтобы стандартный калибровочный раствор № 4 (см. табл. 1) дал почти полное отклонение на шкале.

Всасывают в пламя каждый из стандартных калибровочных растворов в порядке возрастания концентрации и повторяют со стандартным раствором № 3 для подтверждения стабильной работы прибора. После каждого измерения через горелку всасывают воду, следуя за тем, чтобы скорость всасывания оставалась постоянной.

#### 3.4.1.3. Построение калибровочного графика

Строят график, откладывая на оси абсцисс массу кадмия (мкг), содержащегося 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 порошковой краски Используют растворы, полученные по п. 8.2.3 ГОСТ Р 50279.1.

### 3.4.2.2. Жидкая часть краски

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

### 3.4.2.3. Другие испытуемые растворы.

Используют испытуемый раствор, полученный другим установленным или согласованным методом.

### 3.4.3. Проведение испытания.

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 повторно измеряют поглощение стандартного калибровочного раствора №3, чтобы убедиться, что настройка прибора не изменилась. Если поглощение испытуемого раствора выше, чем стандартного калибровочного раствора с максимальной концентрацией кадмия, разбавляют испытуемый раствор (коэффициент разбавления  $F$ ) соответственно известным объемом соляной кислоты.

## 3.5. Обработка результатов

### 3.5.1. Расчеты

#### 3.5.1.1. Пигментная часть жидкой краски

Массу «растворенного» кадмия в экстракте соляной кислоты ( $m_0$ ), г, полученной методом, указанным в п. 8.2.3 ГОСТ Р 50279.1 вычисляют по формуле

$$m_0 = \frac{a_1 - a_0}{10^8} \cdot V_1 \cdot F_1,$$

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

$a_0$  — концентрация кадмия 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;

$F_1$  — коэффициент разбавления (п. 3.4.3).

Содержание «растворенного» кадмия в пигментной части краски  $C_{Cd_1}$ , % (по массе), вычисляют по формуле

$$C_{Cd_1} = m_0 \cdot \frac{10^8}{m_1} \cdot \frac{P}{10^8} = \frac{m_0 P}{m_1},$$

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

## **С. 5 ГОСТ Р 50279.6—93**

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

### **3.5.1.2. Жидкая часть краски,**

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

$$m_2 = \frac{b_1 - b_0}{10^6} \cdot V_2 \cdot F_2,$$

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

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

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

$F_2$  — коэффициент разбавления (п. 3.4.3).

Содержание кадмия в жидкой части краски,  $C_{Cd_2}$ , % (по массе), вычисляют по формуле

$$C_{Cd_2} = \frac{m_2}{m_3} \cdot 10^2,$$

где  $m_3$  — общая масса краски, составляющей «комплект» в соответствии с п. 6.4 ГОСТ Р 50279.1, г.

### **3.5.1.3. Жидкая краска**

Содержание общего «растворенного» кадмия в жидкой краске вычисляют как сумму результатов, полученных по пп. 3.5.1.1 и 3.5.1.2

$$C_{Cd_3} = C_{Cd_1} + C_{Cd_2}.$$

### **3.5.1.4. Порошковая краска**

Содержание общего «растворенного» кадмия в порошковой краске получают при соответствующей модификации формулы по п. 3.5.1.1.

### **3.5.1.5. Другие испытуемые растворы**

Если испытуемые растворы приготавливают другими методами, отличающимися от приведенных в п. 3.4.2.3 ГОСТ Р 50279.1, необходимо модифицировать формулы расчета содержания кадмия, приведенные в пп. 3.5.1.1 и 3.5.1.2.

### **3.5.2. Точность расчета**

Сведения в настоящее время отсутствуют.

## **4. ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД**

### **4.1. Сущность метода**

Проводят электролиз испытуемого раствора в полярографической кювете и измеряют соответствующие высоты волн при определенном потенциале.

## 4.2. Реактивы

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

4.2.1. Кислота серная, раствор приблизительно 98 % (по массе) ( $\rho \approx 1,84$  г/мл).

4.2.2. Перекись водорода, раствор приблизительно 30% (по массе).

### 4.2.3. Основной раствор.

27 г хлорида аммония и 0,05 г желатина растворяют в воде, добавляют 32 мл раствора аммиака [раствор приблизительно 33% (по массе), ( $\rho \approx 0,880$  г/мл)]. Разбавляют раствор до 500 мл водой и тщательно перемешивают.

### 4.2.4. Азот в стальном баллоне, технический.

4.2.5. Кадмий, стандартный основной раствор, содержащий 1 г Cd на літр.

Раствор готовят одним из методов:

а) содержимое ампулы со стандартным раствором кадмия, содержащим 1 г Cd, переливают в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 мл, разбавляют до метки водой и тщательно перемешивают;

б) массу водорастворимой соли кадмия определенной чистоты, содержащей точно 1 г Cd, взвешивают с погрешностью не более 1 мг, помещают в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 мл, разбавляют до метки водой и тщательно перемешивают;

в) 1 г металлического кадмия взвешивают с погрешностью не более 1 мг, растворяют в небольшом количестве концентрированной соляной кислоты ( $\rho \approx 1,18$  г/мл) в колбе вместимостью 1000 мл, разбавляют до метки водой и тщательно перемешивают.

1 мл этого стандартного основного раствора содержит 1 мг Cd.

4.2.6. Кадмий, стандартный раствор, содержащий 10 мг Cd на літр.

Раствор готовят в день испытания.

10 мл стандартного основного раствора (п. 4.2.5) вводят пипеткой в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 мл, разбавляют до метки водой и тщательно перемешивают.

1 мл этого стандартного раствора содержит 10 мкг Cd.

## 4.3. Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование, а также

4.3.1. Полярограф с регистрирующим устройством.

4.3.2. Электрод измерительный ртутно-капельный.

4.3.3. Электрод сравнения — платиновый или каломельный насыщенный.

4.3.4. Вспомогательный электрод — вольфрамовый или платиновый.

4.3.5. Газопромывная склянка.

4.3.6. Пипетка соответствующей вместимостью по ГОСТ 20292.

**С. 7 ГОСТ Р 50270.8—92**

4.3.7. Бюrette вместимостью 10 мл по ГОСТ 20292.

4.3.8. Колба мерная с одной меткой вместимостью 25 мл по ГОСТ 1770.

**4.4. Проведение испытания**

4.4.1. Построение калибровочного графика

4.4.1.1. Приготовление стандартных калибровочных растворов  
Растворы готовят в день использования.

Вводят из бюrette в каждый из семи химических стаканов вместимостью 100 мл объемы стандартного раствора кадмия, приведенные в табл. 2.

**Таблица 2**

Номер стандартных калибровочных растворов	Объем стандартного раствора кадмия, мл	Концентрация кадмия в стандартном калибровочном растворе, мкг/мл
0*	0	0
1	1	0,4
2	2	0,8
3	4	1,6
4	6	2,4
5	8	3,2
6	10	4

\* Контрольный раствор.

Содержимое каждого стакана обрабатывают следующим образом

Добавляют 2 мл серной кислоты и выпаривают до появления белого дыма. Если осадок окрашен, окисляют его раствором перекиси водорода до обесцвечивания. Серную кислоту испаряют полностью и растворяют осадок в основном растворе. Переливают в мерную колбу с одной меткой вместимостью 25 мл, разбавляют до метки основным раствором и тщательно перемешивают.

**4.4.1.2. Полярографические измерения.**

Стандартные калибровочные растворы помещают каждый в отдельную полярографическую кювету. Каждый раствор деаэрируют пропусканием через него азота, предварительно очищая его пропусканием через газопромывную склянку, содержащую основной раствор.

Проводят электролиз раствора в ячейке при напряжении в интервале  $-0,5$  и  $-2,5$  В при чувствительности  $2 \cdot 10^{-8}$  А/мм. Потенциал полуволны находится в пределах  $-1,45$  и  $-1,50$  В. Измеряют высоту волн.

**4.4.1.3. Построение калибровочного графика**

Строят график, откладывая на оси абсцисс массу Cd (мкг), содержащуюся в 1 мл стандартных калибровочных растворов, а на

оси ординат — соответствующие высоты волн за вычетом показаний для контрольного опыта.

**Примечание.** Калибровочный график пригоден для определения содержания «растворенного» кадмия в твердой части испытуемого продукта от 0,015 до 0,15% (по массе). Если содержание кадмия составляет 0,0015—0,015% (по массе), то необходимо построение специального калибровочного графика. Содержание кадмия менее 0,0015% (по массе) нельзя обнаружить полярографическим методом.

#### 4.4.2. Испытуемые растворы

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

Используют растворы, полученные по п. 8.2.3.

##### 4.4.2.2. Жидкая часть краски

Используют растворы, полученные по п. 9.3.

##### 4.4.2.3. Другие испытуемые растворы

Используют растворы, полученные другими установленными или согласованными методами.

#### 4.4.3. Проведение испытания

Точно отмеренные объемы каждого из испытуемых растворов вводят в химические стаканы, при этом полученная высота волн должна находиться в пределах калибровочного графика.

Содержимое каждого стакана обрабатывают следующим образом:

Добавляют 2 мл серной кислоты и испаряют до появления белого дыма. Если осадок окрашен, окисляют его раствором перекиси водорода до обесцвечивания. Серную кислоту испаряют полностью и осадок растворяют в основном растворе. Переливают раствор в мерную колбу с одной меткой вместимостью 25 мл, разбавляют до метки основным раствором и тщательно перемешивают. Помещают раствор в полярографическую кювету, деаэрируют, проводят электролиз и измеряют высоту волны в соответствии с п. 4.4.1.2.

#### 4.5. Обработка результатов

##### 4.5.1. Расчеты

###### 4.5.1.1. Пигментная часть жидкой краски

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

$$m_0 = \frac{a_1 - a_0}{10^6} \cdot \frac{V_1}{V_3} \cdot 25,$$

где  $a_1$ ,  $a_0$  и  $V_1$  — по п. 3.5.1.1;

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

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

## **С. 9 ГОСТ Р 50279.6—92**

$$C_{Cd_1} = m_0 \cdot \frac{10^2}{m_1} \cdot \frac{P}{10^2} = \frac{m_0 \cdot P}{m_1},$$

где  $m_1$  и  $P$  — по п. 3.5.1.1.

### **4.5.1.2. Жидкая часть краски**

Массу кадмия в растворе (экстракте) ( $m_2$ ),  $F$ , полученному по п. 9.3 ГОСТ Р 50279.1, вычисляют по формуле

$$m_2 = \frac{b_1 - b_0}{10^3} \cdot \frac{V_2}{V_4} \cdot 25,$$

где  $b_0$ ,  $b_1$  и  $V_2$  — по п. 3.5.1.2;

$V_4$  — объем аликовой доли раствора, взятого для испытания, мл.

Содержание кадмия в жидкой части краски  $C_{Cd_2}$ , % (по массе), вычисляют по формуле

$$C_{Cd_2} = \frac{m_2}{m_3} \cdot 10^2,$$

где  $m_3$  — по п. 3.5.1.2.

### **4.5.1.3. Жидкая краска**

Содержание общего «растворенного» кадмия в жидкой краске рассчитывают как сумму результатов, полученных по пп. 4.5.1.1 и 4.5.1.2

$$C_{Cd_3} = C_{Cd_1} + C_{Cd_2}.$$

### **4.5.1.4. Порошковая краска**

Содержание общего «растворенного» кадмия в порошковой краске получают при соответствующей модификации формулы по п. 4.5.1.1.

### **4.5.1.5. Другие испытуемые растворы**

Если испытуемые растворы были приготовлены методами, отличающимися от приведенных в ГОСТ Р 50279.1 (п. 4.4.2.3), то необходимо модифицировать формулы расчетов, приведенные в пп. 4.5.1.1 и 4.5.1.2

### **4.5.2. Точность расчета**

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 разд. 6 ГОСТ Р 50279.1 (метод А, Б и В);
- г) тип растворителя или смеси растворителей, используемых

для экстрагирования (не предназначается для порошковой краски, см. разд. 7 ГОСТ Р 50279.1);

д) метод определения (AAC или полярографический);

е) результаты испытаний, выраженные в процентах по массе, т. е. содержание «растворенного» кадмия в пигментной части краски, содержание кадмия в жидкой части краски и содержание общего «растворенного» кадмия в жидкой краске или содержание общего «растворенного» кадмия в порошковой краске;

ж) любое отклонение от указанного метода;

з) 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 3856/4—81 «Лаки и краски. Определение массовой доли «растворенного» металла. Часть 4. Определение массовой доли кадмия. Метод пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии и полярографический метод»

3. Введен впервые

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение отечественного нормативно-технического документа	Обозначение соответствующего стандарта	Раздел, подраздел, пункт
ГОСТ 1770—74	ИСО 1042—83	3.3.4, 4.3.8
ГОСТ 6709—72	ИСО 3696—87	3.2, 4.2
ГОСТ 20292—74	ИСО 385/1—84	3.3.3, 4.3.7
ГОСТ 20292—74	ИСО 648—77	4.3.6
ГОСТ Р 50279.1—92	ИСО 6713—84	Разд. 1.5; пп. 3.2.1, 3.4.2.1, 3.4.2.2, 3.5.1.1, 3.5.1.2, 3.5.1.5, 4.5.1.1, 4.5.1.2, 4.5.1.5

Редактор *И. В. Виноградская*  
Технический редактор *В. Н. Прусакова*  
Корректор *Р. Н. Корчагина*

Сдано в набор 16.12.92. Подп. в печ. 10.03.93. Усл. печ. л. 0.75. Усл. кр.-отт. 0.75.  
Уч.-изд. л. 0,67. Тираж 310 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.  
Тип. «Московский печатник». Москва. Лялин пер., 6. Зак. 1777