

СССР Всесоюзный Комитет Стандартов при Совнаркомѐ СССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ОБЩЕСОЮЗНЫЙ СТАНДАРТ	ГОСТ 478—41
	КРОН СВИНЦОВЫЙ СУХОЙ	Взамен ОСТ 10179—39
		Группа Л18

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ И НАЗНАЧЕНИЕ

1. Крон свинцовый—пигмент желтого или оранжевого цвета различных оттенков, состоящий в основном из сульфохроматов ($m \text{PbCrO}_4 \cdot n \text{PbSO}_4$) и оксихроматов свинца ($m \text{PbCrO}_4 \cdot n \text{PbO} \cdot \text{H}_2\text{O}$).

2. Крон свинцовый применяется для изготовления масляных, эмалевых и нитрокрасок, типографских красок, а также при производстве карандашей, клеенки и других изделий.

II. КЛАССИФИКАЦИЯ

3. В зависимости от физико-химических показателей различают следующие сорта крона:

- а) крон высокодисперсный;
- б) крон „цельный“ 00;
- в) крон „цельный“ 0;
- г) крон 1;
- д) крон 2.

4. Крон высокодисперсный выпускается желтого цвета, а крон остальных сортов—лимонного, желтого и оранжевого цветов.

5. Крон 1 и крон 2 содержат в качестве наполнителя тяжелый шпат или известняк.

III. ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

6. Состав и физико-химические показатели (таблицу см. стр. 2 и 3).

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Цена 55 коп.

Перепечатка воспрещена

Внесен Народным комиссариатом химической промышленности СССР	Утвержден Всесоюзным Комитетом Стандартов 31/III 1941 г.	Срок введения 15/VI 1941 г.
--	---	--------------------------------

Название показателей	Крон высокодисперсный	Крон, цельный* 00			Крон, цельный* 0			Крон 1			Крон 2		
		Лимонный	Желтый	Оранжевый	Лимонный	Желтый	Оранжевый	Лимонный	Желтый	Оранжевый	Лимонный	Желтый	Оранжевый
	Желтый												
а) Соединения свинца в пересчете на окись свинца в ‰, не менее	69	70	69	80	70	68	79	35	34	39	17,5	17	19,5
б) Соединения хрома в пересчете на хромовый ангидрид в ‰, не менее	30,0	13,9	27,8	17,0	13,8	27,0	16,9	6,9	13,5	8,45	3,45	6,75	4,23
в) Тяжелый шпат или известняк в ‰, не более	Не определяется							50	50	50	75	75	75
г) Соединения свинца, растворимые в уксусной кислоте, в пересчете на окись свинца в ‰, не более	0,5	0,75	0,5	Не определяется	1,5	1,0	Не определяется	1,0	0,75	Не определяется	0,75	0,5	Не определяется
д) Свинец металлический в ‰, не более	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	не определяется					
е) Растворимые в воде соли в ‰, не более	0,4	0,5	0,4	0,4	0,75	0,5	0,5	0,88	0,75	0,75	0,94	0,88	0,88
ж) Влага гигроскопическая в ‰, не более	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,5	1,5	1,5	1,75	1,75	1,75
з) Реакция водной вытяжки	Должна характеризоваться значением pH, лежащим в пределах от 6,5 до 7,5												

Продолжение

Название показателей	Крон высокодисперсный	Крон „цельный“ 00			Крон „цельный“ 0			Крон 1			Крон 2		
		Желтый	Лимонный	Желтый	Оранжевый	Лимонный	Желтый	Оранжевый	Лимонный	Желтый	Оранжевый	Лимонный	Желтый
	и) Остаток на сите с 10 000 отверстий на 1 см ² в ‰, не более	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	Не определяется				
к) Остаток на сите с 4 900 отверстий на 1 см ² в ‰, не более				Не определяется				1,2	1,2	1,2	1,8	1,8	1,8
л) Остаток на сите с 1 600 отверстий на 1 см ² в ‰, не более				Полный просев				0,05	0,05	0,05	0,075	0,075	0,075
м) Укрывистость в пересчете на сухой пигмент в г/м ² , не более	40	60	50	45	65	50	45	115	70	55	190	120	110
н) Цвет и оттенок.	В пределах двух образцов „вилки“ оттенков данного цвета												
о) Интенсивность по сравнению с эталоном, не менее . . .	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,45	0,45	0,45	0,23	0,23	0,23

Примечания:

1. Эталоны по цвету и интенсивности согласовываются с потребителями, утверждаются Народным комиссариатом химической промышленности и хранятся на заводе-изготовителе, откуда они могут быть затребованы потребителями.
2. Применяемый для производства авиационных эмалей и красок крон „цельный“ должен изготавливаться из двухосновного уксуснокислого свинца.
3. Для производства карандашей, типографских красок и внутривозовского потребления лакокрасочной промышленности допускается выпуск крона „цельного“ 0 в виде пасты с содержанием воды не более 35%.
4. Для производства масляных красок в кроне „цельном“ 0 допускается примесь металлического свинца в количестве до 0,5%.
5. Для кронов оранжевого цвета допускается красновато-оранжевый оттенок.
6. Нормы по показателям а, б, в, г, д, е установлены в пересчете на высушенный продукт.

Крон свинцовый сухой

ГОСТ 478—41

IV. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

7. Пробы отбирают от 10% общего количества мест партии, но не менее чем из 3 мест при малых партиях.

8. Пробы берут доходящим до дна шупом, соединяют вместе, тщательно перемешивают и распределяют на железном листе или гладкой деревянной поверхности в виде прямоугольника слоем примерно 1 см толщиной. Прямоугольник делят на квадраты и из каждого квадрата отбирают ложкой пропорциональные количества пигмента: общий вес полученной таким образом средней пробы должен быть не менее 1200 г.

9. Среднюю пробу тщательно перемешивают и рассыпают в две чистые сухие банки со стеклянными притертыми или корковыми пробками. На каждую банку наклеивают этикетку с обозначениями: наименования завода-изготовителя, названия продукта, номера партии и даты отбора пробы.

10. Одну пробу передают в лабораторию для анализа, а другую опечатывают и хранят в течение двух месяцев на случай арбитражного анализа. Лаборатория для арбитражного анализа выбирается по соглашению сторон.

V. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

11. Определение содержания соединений свинца. На аналитических весах отвешивают: при анализе крона высокодисперсного или „цельного“ 0,6—0,7 г испытуемого крона и при анализе крона 1 или 2—около 2 г. Навеску помещают в стакан емкостью 300 мл, прибавляют 40 мл соляной кислоты (уд. в. 1,19) и 2 мл 95%-ного этилового спирта. Раствор упаривают на водяной бане до объема 10—15 мл, разбавляют 100 мл воды и кипятят в течение 10 мин. После отстаивания раствор фильтруют через плотный фильтр и осадок промывают горячей дистиллированной водой до отрицательной реакции на ион хлора. Объем фильтрата доводят до 150 мл, добавляют 25%-ный раствор аммиака до появления слабой муты; приливают 2 мл соляной кислоты (уд. в. 1,19) и нагревают до кипения. Через нагретый раствор пропускают сероводород в течение 15 мин., затем прибавляют 100 мл горячей дистиллированной воды и вторично пропускают сероводород до полного осаждения свинца. Жидкость, находящуюся над осадком, осторожно декантируют через фильтр, не допуская

попадания осадка на фильтр, а осадок в стакане трижды промывают сероводородной водой, каждый раз декантируя ее через фильтр. По окончании декантации фильтр промывают стеклянной палочкой и осадок с фильтра смывают горячей дистиллированной водой в стакан. Для удаления приставших к фильтру частиц сернистого свинца фильтр обливают над стаканом 15—25 мл нагретого до кипения 2 н раствора азотной кислоты и промывают нагретой до кипения дистиллированной водой до тех пор, пока промывные воды перестанут давать с каплей метилоранжа розовое окрашивание. Раствор в стакане упаривают до объема 100 мл. Стакан накрывают часовым стеклом, раствор кипятят в течение 10 мин. и отфильтровывают выделившуюся серу. К фильтрату прибавляют 10%-ный раствор аммиака до появления слабой мути, которую растворяют, приливая разбавленную 1:2 ледяную уксусную кислоту, добавляют избыток ее в количестве 5 мл и 2 г уксуснокислого аммония. Раствор нагревают до кипения и осаждают свинец 5—8 мл насыщенного раствора хромата или бихромата калия. По охлаждении раствора осадок фильтруют через предварительно высушенный и взвешенный стеклянный фильтр-тигель № 4 или же фарфоровый тигель с пористым дном (А₁ или А₂) и промывают раствором, содержащим 1% уксусной кислоты и 2% уксуснокислого аммония, до отрицательной реакции на ион CrO_4^{2-} (проба с AgNO_3). Осадок промывают еще 3—4 раза дистиллированной водой и сушат в сушильном шкафу при температуре 110—120°C до постоянного веса. Общее содержание соединений свинца в процентах в пересчете на окись свинца А вычисляют по формуле:

$$A = \frac{a \cdot 0,6906 \cdot 100}{b},$$

где:

a—вес осадка хромовокислого свинца в г,

b—навеска крона в г,

0,6906—коэффициент для пересчета хромовокислого свинца на окись свинца.

12. Определение содержания соединений хрома. На аналитических весах отвешивают: при анализе крона высокодисперсного или „цельного“ около 1 г испытуемого крона и при анализе крона 1 или 2—около 2 г. Навеску помещают в стакан, куда приливают 25 мл 5%-ного

раствора едкого натра. Накрыв стакан часовым стеклом, раствор нагревают, кипятят в течение 5 мин. и декантируют через фильтр в коническую колбу емкостью 750 мл, не допуская попадания осадка на фильтр. В стакан с осадком приливают 25 мл 5%-ного раствора едкого натра, кипятят в течение 10 мин., после чего фильтруют и тщательно промывают осадок на фильтре горячей дистиллированной водой. К фильтрату по охлаждению прибавляют 3 г кристаллического иодистого калия и, после размешивания при встряхивании, приливают 10—12 мл соляной кислоты (уд. в. 1,19) до тех пор, пока раствор не станет прозрачным. Колбу с раствором накрывают часовым стеклом и через 10 мин. доводят объем раствора водой до 600 мл. Выделившийся иод титруют 0,1 н раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала.

Содержание соединений хрома в пересчете на хромовый ангидрид в процентах B вычисляют по формуле:

$$B = \frac{k \cdot a \cdot 0,003333 \cdot 100}{b},$$

где:

a —объем 0,1 н раствора тиосульфата, пошедший на титрование, в мл,

b —навеска крона в г,

k —коэффициент для приведения объема раствора тиосульфата к точно 0,1 н,

0,003333—вес хромового ангидрида, соответствующий 1 мл 0,1 н раствора тиосульфата, в г.

Примечание. Применяемый для анализа иодистый калий должен быть испытан на содержание иодноватых солей, для чего 2 г кристаллического иодистого калия растворяют в 100 мл соляной кислоты, разбавленной 1:3 (уд. в. 1,19), после 10-минутной выдержки разбавляют водой и титруют 0,1 н раствором тиосульфата. При наличии в иодистом калии иодноватых солей в основное определение вносят поправку.

13. Определение содержания соединений свинца, растворимых в уксусной кислоте. На аналитических весах отвешивают при анализе крона высокодисперсного или „дельного“ около 5 г испытуемого крона и при анализе крона 1 или 2—около 10 г. Навеску помещают в стакан емкостью 300 мл, где обрабатывают 60 мл 10%-ного раствора уксусной кислоты в течение 10—15 мин. при нагревании до температуры 90—100°C. После отстаивания раствор декантируют через плотный фильтр,

осадок в стакане снова обрабатывают 60 *мл* 10%-ного раствора уксусной кислоты в тех же условиях и содержимое стакана фильтруют через тот же фильтр. Осадок на фильтре промывают 2%-ным раствором уксусной кислоты 8—10 раз, затрачивая 12—15 *мл* на каждую промывку. Промывной раствор присоединяют к основному фильтру.

В дальнейшем анализ в зависимости от сорта испытуемого крона производят по следующим методам.

а) При анализе кронов высокодисперсного и „цельного“ полученный фильтрат нейтрализуют 25%-ным раствором аммиака (проба с лакмусовой бумажкой), добавляют к нему 5 *мл* разбавленной 1:2 ледяной уксусной кислоты и 2 г уксуснокислого аммония. Раствор нагревают до кипения и осаждают свинец 5—8 *мл* 2 н раствора хромата или бихромата калия. По охлаждении раствор фильтруют через плотный фильтр. Осадок на фильтре промывают 1%-ным раствором уксусной кислоты, затем 2%-ным раствором уксуснокислого аммония до отрицательной реакции на ион CrO_4^{2-} (проба с азотнокислым серебром), после чего 3—4 раза холодной дистиллированной водой. Промытый осадок растворяют на фильтре в разбавленной 1:3 соляной кислоте (уд. в. 1,19), фильтр промывают сначала той же кислотой, а затем водой. Фильтрат и промывные воды помещают в колбу Эрленмейера емкостью 750 *мл*, куда прибавляют 5 *мл* соляной кислоты (уд. в. 1,19) и 1—1,5 г иодистого калия. Колбу накрывают часовым стеклом и по истечении 10 мин. доводят объем раствора водой до 600 *мл*. Выделившийся иод титруют 0,1н раствором тиосульфата натрия. Процентное содержание соединений свинца, растворимых в уксусной кислоте, в пересчете на окись свинца *B* вычисляют по формуле:

$$B = \frac{k \cdot a \cdot 0,012692 \cdot 0,5861 \cdot 100}{b},$$

где:

a—объем 0,1 н раствора тиосульфата, пошедший на титрование, в *мл*,

b—навеска крона в г,

k—коэффициент для приведения объема раствора тиосульфата точно к объему 0,1 н,

0,012692—количество иода, соответствующее 1 *мл* 0,1 н раствора тиосульфата, в г,

0,5861—коэффициент для пересчета иода на окись свинца.

б) При анализе крона 1 и 2 фильтрат нейтрализуют 10%-ным раствором аммиака, подкисляют 2 *мл* соляной кислоты (уд. в. 1,19) и нагревают до кипения. В нагретый раствор пропускают сероводород в течение 15 мин., затем прибавляют 100 *мл* горячей воды и вторично пропускают сероводород до полного осаждения свинца. Жидкость, находящуюся над осадком, осторожно декантируют через фильтр, не допуская попадания осадка на фильтр, а затем три раза промывают осадок сероводородной водой, каждый раз декантируя через фильтр. По окончании декантации фильтр прорывают стеклянной палочкой и осадок с фильтра смывают горячей дистиллированной водой в стакан.

Для удаления приставших к фильтру частиц сернистого свинца фильтр обливают над стаканом 15—25 *мл* нагретого до кипения 2 н раствора азотной кислоты и промывают горячей дистиллированной водой до тех пор, пока промывные воды не перестанут давать с каплей метилоранжа розового окрашивания. Раствор упаривают в стакане до объема 100 *мл*. Стакан накрывают часовым стеклом, кипятят раствор в течение 10 мин. и выделившуюся серу отфильтровывают.

К фильтрату прибавляют 10%-ный раствор аммиака до появления слабой мути, нейтрализуют разбавленной 1:2 ледяной уксусной кислотой, добавляют 5 *мл* такой же уксусной кислоты, 2 *г* уксуснокислого аммония, нагревают до кипения и осаждают свинец 5—8 *мл* насыщенного раствора хромата или бихромата калия.

В дальнейшем испытание производят как при анализе крона высокодисперсного и „цельного“.

14. Определение содержания металлического свинца. На аналитических весах отвешивают около 5 *г* крона, помещают его в стакан емкостью 100—150 *мл*, приливают 10 *мл* 2 н раствора уксусной кислоты, 5 *мл* 1 н раствора азотнокислого свинца, 10 *мл* 1 н раствора уксуснокислого аммония, 10—15 *мл* дистиллированной воды и нагревают на песчаной бане в течение 10—15 мин. После этого прибавляют 30 *мл* 0,1 н раствора азотнокислого серебра и снова нагревают в течение 40—50 мин. на песчаной бане, добавляя воду для сохранения объема в 40—50 *мл*. По охлаждении раствор вместе с осадком переносят в мерную колбу емкостью 100 *мл*, объем его доводят до метки дистиллированной водой и после отстаивания

фильтруют через сухой фильтр в сухую посуду. Отбросив первые 15—20 *мл* фильтрата, пипеткой берут 50 *мл* его, помещают в коническую колбу емкостью 250 *мл*, прибавляют 6—8 *мл* азотной кислоты (уд. в. 1,4) и избыток азотнокислого серебра титруют 0,1*н* раствором роданистого аммония в присутствии азотнокислого окисного железа до появления слабого окрашивания, не исчезающего при легком встряхивании. Процентное содержание металлического свинца Γ вычисляют по формуле:

$$\Gamma = \frac{60,99 (30 \cdot k_1 - 2 \cdot a \cdot k_2) \cdot T}{b},$$

где:

k_1 —коэффициент для приведения объема раствора азотнокислого серебра к объему точно 0,1*н* раствора,

k_2 —коэффициент для приведения объема раствора роданистого аммония к объему точно 0,1*н* раствора,

a —объем 0,1*н* раствора роданистого аммония, пошедший на титрование, в *мл*,

b —навеска кроны в *г*,

T —количество азотнокислого серебра в 1 *мл* точно 0,1*н* раствора в *г*.

15. Определение содержания наполнителя

а) Процентное содержание наполнителя в кроне 1 и 2 лимонного и желтого цветов D вычисляют по формуле:

$$D = 100 - (1,36A + 0,2B - 0,36B).$$

б) Процентное содержание наполнителя в кроне 1 и 2 оранжевого цвета D_1 вычисляют по формуле:

$$D_1 = 100 - (A + 1,08B),$$

где:

A —общее содержание свинца в пересчете на окись свинца в %, по п. 11,

B —содержание соединений хрома в пересчете на хромовый ангидрид в %, по п. 12,

B —содержание соединений свинца, растворимых в уксусной кислоте, в %, по п. 13.

16. Определение содержания влаги производят по ОСТ 10086—39, М. И. 1 „Методы испытания лакокрасочных материалов и покрытий“.

17. Определение содержания растворимых в воде солей производят по ОСТ 10086—39, М. И. 1.

18. Определение реакции водной вытяжки производят по ОСТ 10086—39, М. И. 1.

19. Определение остатка на сите производят по ОСТ 10086—39, М. И. 2.

20. Определение укравистости производят по ОСТ 10086—39, М. И. 13.

Для растирания крона и последующего разведения до малярной консистенции применяют натуральную олифу (ОСТ НКПП 520) в количестве:

для крона высокодисперсного и „цельного“ от 33 до 43% от веса взятого пигмента

для крона 1 от 28 до 35% от веса взятого пигмента,

для крона 2 от 25 до 32% от веса взятого пигмента.

21. Определение цвета производят по ОСТ 10086—39, М. И. 19.

Сравнение цвета пленки испытуемого образца с цветом пленки эталона производят через полчаса после нанесения краски.

22. Определение интенсивности производят по ОСТ 10086—39, М. И. 15.

Примечание. Методы определения общего содержания свинца в пересчете на окись свинца и содержания соединений хрома в пересчете на хромовый ангидрид, изложенные в п.п. 11 и 12, являются арбитражными.

ОТК заводов разрешается пользоваться для этих определений упрощенными методами анализа, обеспечивающими неменьшую точность.

VI. УПАКОВКА И МАРКИРОВКА

23. Крон свинцовый упаковывают: в деревянные бочки, вес нетто—до 200 кг; фанерные барабаны, вес нетто—50—60 кг и kraftцеллюлозные мешки, вес нетто—до 60 кг.

Бочки и барабаны выкладывают внутри плотной бумагой. Днища бочек должны быть заранее просверлены, на отверстия должны быть набиты фанерные или жестяные кружки.

24. Число железных обручей на бочке должно быть не менее одного с каждого конца; остальные обручи могут быть деревянными.

25. На крышках бочек и барабанов при помощи трафарета краской обозначают: производственную марку завода-изготовителя, название и сорт краски, номер партии, номер места, вес брутто и нетто и „ГОСТ 478—41“.

26. Каждая партия крона должна сопровождаться паспортом с указанием данных испытания продукта и с заключением ОТК завода-изготовителя.

Изменения

В разделе III „Технические условия“ примечание 3 принято временно в следующей редакции:

„3. Для производства карандашей, типографских красок и для внутривзаводского потребления лакокрасочной промышленности допускается выпуск крона оранжевого и желтого марки „цельный“ 0 в виде пасты с содержанием воды не более 45% и крона лимонного марки „цельный“ 0 в виде пасты с содержанием воды не более 55%“.

(Пост. № В-1801 5/VIII—41 г.)

Временно, впредь до особого распоряжения, разрешена упаковка в ящики деревянные и льнопеньковые мешки, проклеенные с внутренней стороны крепованной бумагой.

(Пост. № 1683 18/VII—41 г.)