

ГРАФИТ

Метод определения
дисперсного состава

Graphite. Method for
determination of disperse
composition

ГОСТ

17818.7—90

ОКСТУ 5709

Срок действия с 01.07.91
до 01.07.96

Настоящий стандарт распространяется на скрытокристаллический графит и кристаллический графит, полученный при раздельном или совместном обогащении природных руд, графитсодержащих отходов металлургического и других производств, и устанавливает метод определения дисперсного состава.

Сущность метода заключается в количественном распределении частиц графита по крупности в зависимости от времени их оседания в воде и последующем весовом определении полученных фракций крупности.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 17818.0.

2. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

Прибор пипеточный ЛИОТ типа ПП-1 конструкции Ленинградского института охраны труда.

Шкаф электрический сушильный с номинальной температурой нагрева 250 °С.

Секундомер по ГОСТ 5072.

Баня песчаная.

Чаша выпарительная № 1 по ГОСТ 9147.

Тигли № 3 по ГОСТ 9147.

Термометр стеклянный с пределом измерения температуры от 10 до 30 °С и ценой деления 0,5 °С.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Сито с сеткой № 0045 по ГОСТ 6613.

Воронка простая конусообразная с коротким стеблем № 5 по ГОСТ 25336.

Цилиндр мерный вместимостью 500 см³ по ГОСТ 1770.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Танин, свежеприготовленный раствор, приготовленный растворением 2 г танина в 50 см³ воды с добавлением 2 см³ аммиака и разбавлением до 1000 см³ водой.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Определяют плотность графита по ГОСТ 17818.8.

3.2. При проведении анализа температура суспензии должна быть постоянной. Допускаемое колебание температуры воздуха в помещении $\pm 2^{\circ}\text{C}$.

3.3. Время отбора проб фракций заданной крупности в зависимости от температуры суспензии, плотности графита и глубины отбора пробы выбирают по таблице.

Температура суспензии, °C	Плотность графита, г/см ³	Интервал времени отбора проб с частицами диаметром, мкм									
		20		10		6		5		4	
		мин	с	мин	с	ч	мин	с	ч	мин	с
18	1,80	18	14	18	37	1	30	2	2	9	40
20		17	17	46	6	1	25	23	2	2	56
22		16	34	44	10	1	21	48	1	57	47
24		15	50	42	12	1	18	9	1	52	32
26		15	23	41	—	1	15	56	1	49	21
28		14	23	38	21	1	11	—	1	42	15
18		17	10	45	46	1	24	45	2	2	2
20		16	16	43	23	1	20	20	1	55	41
22		15	35	41	34	1	16	59	1	51	—
24		14	64	39	43	1	13	34	1	45	54
26	1,85	14	28	38	36	1	11	24	1	42	54
28		13	32	36	5	1	6	50	1	36	14
18		16	13	43	13	1	20	2	1	55	16
20		15	22	40	59	1	15	54	1	47	16
22		14	43	39	16	1	12	43	1	44	49
24		14	4	37	31	1	9	28	1	40	1
26		13	40	36	27	1	7	30	1	37	12
28		12	47	34	5	1	3	7	1	30	54
18		15	21	40	57	1	15	50	1	49	12
20		14	33	38	49	1	11	53	1	43	31
22	1,90	13	57	37	12	1	8	53	1	39	11
24		13	20	35	32	1	5	48	1	34	46
26		12	57	34	32	1	3	58	1	32	5
28		12	7	32	17	—	59	48	1	26	6
18		14	35	38	54	1	12	—	1	43	48
20		13	50	36	46	1	8	24	1	38	20
22	2,00	13	15	35	20	1	5	28	1	34	12
24		12	40	33	46	1	2	31	1	30	—

Продолжение

Температура сушки, °С	Плотность графита, г/см³	Интервал времени отбора проб с частицами диаметром, мкм									
		20		10		6		5		4	
		мин	с	мин	с	ч	мин	с	ч	мин	с
26	2,05	12	18	32	48	1	—	45	1	27	29
28		11	30	30	41	—	56	49	—	21	47
18		13	54	37	3	—	8	31	—	38	47
20		13	10	35	7	—	5	2	—	33	40
22		12	37	33	39	—	2	24	—	29	45
24		12	4	32	9	—	59	32	—	25	48
26		11	43	31	15	—	57	52	—	23	19
28		10	57	29	13	—	54	6	—	17	55
18		13	16	35	22	—	5	28	—	34	12
20		12	34	33	32	—	2	6	—	29	24
22	2,10	12	3	32	8	—	59	29	—	25	48
24		11	31	30	41	—	56	50	—	21	50
26		11	11	29	41	—	55	14	—	19	34
28		10	28	27	53	—	51	39	—	14	24
18		12	41	33	9	—	2	38	—	30	11
20	2,15	12	2	32	4	—	59	23	—	25	30
22		11	31	30	44	—	55	54	—	21	57
24		11	1	29	22	—	54	22	—	18	18
26		10	42	28	32	—	52	50	—	16	4
28		10	—	26	41	—	49	24	—	11	8
18		12	9	32	25	—	—	—	—	26	24
20		11	11	30	44	—	56	55	—	21	58
22		10	43	29	27	—	54	32	—	18	32
24		10	15	28	8	—	52	6	—	15	1
26		9	57	27	20	—	50	38	—	12	54
28	2,20	9	19	25	34	—	47	20	—	8	10
18		11	40	31	7	—	57	38	—	22	59
20		11	4	29	30	—	54	38	—	18	40
22		10	36	28	16	—	52	21	—	15	23
24		10	8	27	1	—	50	1	—	12	—
26		9	50	26	19	—	48	36	—	9	58
28		9	12	24	33	—	45	27	—	5	28
18		11	13	29	55	—	55	25	—	18	—
20		10	38	28	22	—	52	32	—	15	36
22	2,30	10	12	27	11	—	50	20	—	12	36
24		9	44	25	58	—	48	5	—	9	14
26		9	28	25	14	—	46	44	—	7	17
28		8	51	23	36	—	43	42	—	2	57
18		10	48	28	49	—	53	21	—	16	48
20	2,35	10	15	27	19	—	50	35	—	12	50
22		9	49	26	11	—	48	28	—	9	47
24		9	23	25	—	—	46	19	—	6	40
26		9	7	24	18	—	45	—	—	4	48
28		8	31	22	43	—	42	5	—	14	36
18	2,40	10	25	27	47	—	51	27	—	10	12
20		9	53	26	21	—	48	47	—	7	12
22		9	28	25	14	—	46	45	—	4	19
24		9	2	24	7	—	44	39	—	2	24
26		8	47	23	26	—	43	23	—	58	26
28		8	11	21	55	—	40	35	—	—	—

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску графита массой 5 г помещают в коническую колбу вместимостью 500 см³, приливают 5 см³ свежеприготовленного раствора танина и 200 см³ воды. Суспензию встряхивают в течение 20 мин и количественно переносят в цилиндр пипеточного прибора через сито с сеткой № 0045, предварительно смоченное водой и вставленное в воронку.

Навеску графита на сите промывают небольшими порциями воды над цилиндром пипеточного прибора до тех пор, пока вода, проходящая через сито, не будет содержать графита, объем воды при этом не должен превышать 200 см³.

Остаток графита на сетке смывают водой в выпарительную чашу, сушат при 105–110°C до постоянной массы, охлаждают в экскаторе и взвешивают.

В цилиндр пипеточного прибора с суспензией приливают воду до метки и замеряют температуру суспензии. Суспензию в цилиндре перемешивают мешалкой 1 мин, включают секундомер, цилиндр быстро ставят в заранее фиксированное положение и опускают пипетку для отбора пробы с глубины, м:

0,18	— для частиц с диаметром эквивалентной сферы 20 мкм;
0,12	» » » » » 10 мкм;
0,08	» » » » » 6 и 5 мкм.

Продолжительность отбора пробы должна составлять не более 30 с. Начинают отбор пробы за 15 с до установленного по таблице времени взятия пробы. Для каждой фракции крупности графита берут одну пробу.

Каждую пробу суспензии переносят в предварительно высушенный до постоянной массы фарфоровый тигель. После взятия каждой пробы пипетку прибора промывают водой над тиглем. Избыток воды выпаривают на песчаной бане и остаток высушивают в сушильном шкафу при 105–110°C до постоянной массы, охлаждают в экскаторе и взвешивают. Время контрольного высушивания 30 мин.

5 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю остатка графита на сетке № 0045 (X_{+45}) в процентах вычисляют по ГОСТ 17818.2, разд. 4.

5.2. Массовую долю фракции определяемой крупности графита (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot (100 - X_{+45})}{V_1 \cdot (m - m_2)},$$

где m_1 — масса сухой пробы в суспензии, отобранный пипеткой, г;

V — объем суспензии в цилиндре, см³;

X_{+45} — массовая доля остатка графита на сетке № 0045, %;

V_1 — объем суспензии в пипетке, см³;

m — масса навески графита, г;

m_2 — масса остатка на сетке № 0045, г.

Массу диспергатора 0,0002 г при расчете массовой доли фракции не учитывают.

5.3. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 1%.

5.4. Пример расчета массовой доли фракций определяемой крупности приведен в приложении.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Справочное

**ПРИМЕР РАСЧЕТА МАССОВОЙ ДОЛИ ФРАКЦИИ
КРУПНОСТИ ГРАФИТА БОЛЕЕ 45, МЕНЕЕ 20, 10 И 5 мкм**

1. Условия проведения анализа:

плотность графита — $2,00 \cdot 10^3$ кг/м³;

вязкость жидкости — $1,00 \cdot 10^3$ н·с/м²;

плотность жидкости — $1,005 \cdot 10^3$ кг/м³;

температура суспензии — 20°C;

объем суспензии в цилиндре — 500 см³;

объем отобранный пробы суспензии — 10 см³;

масса навески графита — 5 г;

диспергатор — 5 см³ аммиачного раствора танина;

интервал времени отбора проб с частицами диаметром эквивалентной сферы 20, 10 и 5 мкм — согласно таблице настоящего стандарта 13 мин 50 с; 36 мин 46 с; 1 ч 38 мин 20 с.

2. В ходе анализа массы отобранных и высушиваемых остатков составляют: остаток на сетке № 0045 — 0,3 г

пробы с частицами диаметром эквивалентной сферы менее 20 мкм — 0,0537 г;

пробы с частицами диаметром эквивалентной сферы менее 10 мкм — 0,0140 г;

пробы с частицами диаметром эквивалентной сферы менее 5 мкм — 0,0082 г.

Массовая доля остатка на сетке № 0045 составит

$$X_{+45} = \frac{0,3 \times 100}{5} = 6\%$$

Массовую долю фракций менее 20, 10 и 5 мкм вычисляют по формуле, приведенной в п. 5.2 настоящего стандарта

$$X_{<20} = \frac{0,0537 \times 500 (100 - X_{+45})}{10 (5 - 0,3)} = 53,7\%$$

$$X_{<10} = \frac{0,0140 \times 500 (100 - X_{+45})}{10 (5 - 0,3)} = 14,0\%$$

$$X_{<5} = \frac{0,0082 \times 500 (100 - X_{+45})}{10 (5 - 0,3)} = 8,2\%$$

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Концерном «Союзминерал»

РАЗРАБОТЧИКИ

И. В. Суравенков, Л. А. Харланчева (руководитель темы)

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.03.90 № 684

3. ВЗАМЕН ГОСТ 17818.7-75

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 1770-74	2
ГОСТ 3760-79	2
ГОСТ 5072-79	2
ГОСТ 6613-86	2
ГОСТ 9147-80	2
ГОСТ 17818.0-90	1
ГОСТ 17818.2-90	5.1
ГОСТ 17818.8-90	3.2
ГОСТ 25336-82	2