ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ГРАФИТ ПОРОШКОВЫЙ ОСОБОЙ ЧИСТОТЫ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 23463—79

Издание официальное

25 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО УПРАВЛЕНИЮ КАЧЕСТВОМ ПРОДУКЦИИ И СТАНДАРТАМ
Москва

УДК 661.666.2-492.2 : 006.354 Группа И36

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГРАФИТ ПОРОШКОВЫЙ ОСОБОЙ ЧИСТОТЫ

Технические условия

ГОСТ 23463—79

High-purity powdery graphite.
Specifications

ОКП 19 1561 0403 08

Срок действия с 01.01.80
до 01.01.95

Настоящий стандарт распространяется на порошковый искусственный графит особой чистоты, применяемый в качестве основы при спектральном анализе различных веществ.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Порошковый графит изготовляют в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому процессу, утвержденному в установленном порядке.

1.2. Порошковый графит должен соответствовать по чистоте квалификации ос. ч. 8—4.

1.3. Массовая доля примесей в порошковом графите должна соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Издание официальное
★

© Издательство стандартов, 1979
© Издательство стандартов, 1991
Переиздание с изменениями

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

Таблица 1

Наименование примесей	Массовая доля примесей, %, не более	Наименование примесей	Массовая доля примесей, %, не более
Алюминий	$1 \cdot 10^{-5}$	Магний	$1 \cdot 10^{-5}$
Бор	$1 \cdot 10^{-5}$	Марганец	$5 \cdot 10^{-6}$
Железо	$1 \cdot 10^{-5}$	Медь	$5 \cdot 10^{-6}$
Кремний	$3 \cdot 10^{-5}$	Титан	$1 \cdot 10^{-5}$

1.4. Массовая доля частиц размером до 90 мкм в порошковом графите должна быть не менее 90%, частиц от 90 до 140 мкм — не более 10%.

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885—73 со следующим дополнением: фасовку порошкового графита производят в графитовые тигли.

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Отбор и подготовка проб для испытаний — по ГОСТ 3885—73. Точечные пробы, отобранные на трех разных уровнях по высоте тиглей, смешивают. Масса объединенной пробы должна быть не менее 210 г.

Пробы помещают в полиэтиленовые пакеты, предварительно протертые этиловым ректификованным спиртом по ГОСТ 18300—87, и герметично заваривают. На каждый пакет наклеивают этикетку, на которой указывают:

наименование предприятия-изготовителя;

наименование материала;

краткую характеристику материала;

определяемые элементы;

массу пробы;

дату отбора пробы.

3.2. Определение массовой доли алюминия, бора, железа, кремния, магния, марганца, меди и титана спектральным методом

Метод основан на возбуждении излучения пробы (с комбинированным носителем), испарением ее из канала электрода—анода дуги постоянного тока, разложении полученного излучения по длинам волн на спектрографе и фотографировании спектра с последующим измерением почернения спектральной линии определяемо-

го элемента и расчетом количественного содержания его по градуировочному графику.

3.2.1. *Аппаратура, материалы и реактивы*

Для проведения анализа применяют:

спектрограф дифракционный типа ДФС-8—1 или любой другой подобного типа средней дисперсии с решеткой 600 шт./мм;

источник питания дуги постоянного тока 200—250 В, обеспечивающий силу тока не менее 30 А;

микрофотометр типа МФ-2 или любой другой подобного типа;

спектропроектор типа ДСП-1 или любой другой подобного типа;

угли фасонные для спектрального анализа типа I, класса чистоты ос. ч 7—4, диаметром 6 мм, заточенные на конус с площадкой 1,5 мм на конце, обожженные в дуге постоянного тока (сила тока 15А) в течение 15 с;

угли фасонные для спектрального анализа типа II, класса чистоты ос. ч. 7—4, диаметром 6 мм, с каналом глубиной 6 мм и диаметром 4 мм, обожженные в дуге постоянного тока (сила тока 15 А) в течение 15 с;

порошок графитовый, не содержащий определяемых элементов, основа для образцов сравнения. Допускается на заводе-изготовителе использовать в качестве основы графитовый порошок, выпускаемый по настоящему стандарту, отобранный от наиболее чистых партий и проверенный на отсутствие (следы) определяемых элементов в условиях проведения анализа;

лампу инфракрасную типа ИКЗ-500;

бокс из органического стекла;

ступку из органического стекла с пестиком;

ступку агатовую с пестиком;

весы аналитические типа АДВ-200 или любые другие с погрешностью взвешивания не более 0,0001 г;

весы торсионные типа ВТ-500 или любые другие с погрешностью взвешивания не более 0,0005 г;

секундомер;

фотопластинки спектральные типа II или ЭС размером 13×18 см, обеспечивающие нормальные почернения аналитических линий и близлежащего фона;

проявитель и фиксаж, приготовленные по ГОСТ 13637.3—77;

алюминия окись безводную для спектрального анализа, х. ч.;

бора карбид, ч;

железа (III) окись, ос. ч. 2—4;

кремния двуокись ос. ч. 12—5 или по ГОСТ 9428—73, ч.д.а.;

магния окись по ГОСТ 4526—75, ч.д.а.;

марганца двуокись безводную, ос. ч. 9—2;

меди окись по ГОСТ 16539—79, ч. д. а., порошкообразную;

титана (IV) окись, ос. ч. 5—2;

натрий хлористый, ос. ч. 6—4, проверенный на отсутствие определяемых элементов в условиях проведения анализа;

натрий фтористый, ос. ч. 9—3, проверенный на отсутствие определенных элементов в условиях проведения анализа;

спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300—87, дважды перегнанный в кварцевом приборе или в приборе из термостойкого стекла;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72, перегнанную.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2.2. **Приготовление образцов сравнения** (ОС)

Образцы сравнения изготовляют с использованием в качестве основы графитового порошка. В основном образце сравнения (ООС), состоящем из окислов алюминия, железа, кремния, магния, марганца, меди, титана и карбида бора, должно быть в пересчете на определяемые элементы по 1% каждого из них и 92% углерода.

Основной образец сравнения готовят механическим смешиванием окислов определяемых элементов с порошковым графитом. Для этого навески массой 0,0189 г безводной окиси алюминия, 0,0128 г карбида бора, 0,0143 г окиси железа, 0,0214 г двуокиси кремния, 0,0166 г окиси магния, 0,0139 г безводной двуокиси марганца, 0,0125 г окиси меди и 0,0167 г двуокиси титана помещают в агатовую ступку и добавляют 0,9200 г порошкового графита. Смесь тщательно перетирают с этиловым спиртом из расчета твердого к жидкому по массе 1:2 в течение 2 ч и высушивают под инфракрасной лампой.

Образцы сравнения с 1 по 10 готовят последовательным разбавлением ООС, а затем каждого последующего образца порошковым графитом. Массы навесок основы и разбавляемого образца, а также массовая доля каждого из определяемых элементов в образцах сравнения указаны в табл. 2.

Таблица 2

Обозначение образца	Массовая доля каждого из определяемых элементов, %	Масса навески, г	
		порошкового графита	разбавляемого образца
ОС1	$1 \cdot 10^{-1}$	1,800	0,209 (ООС)*
ОС2	$3 \cdot 10^{-2}$	1,400	0,603 (ОС1)
ОС3	$1 \cdot 10^{-1}$	1,333	0,668 (ОС2)
ОС4	$3 \cdot 10^{-3}$	1,400	0,600 (ОС3)
ОС5	$1 \cdot 10^{-3}$	1,333	0,667 (ОС4)
ОС6	$3 \cdot 10^{-4}$	1,400	0,600 (ОС5)
ОС7	$1 \cdot 10^{-4}$	1,333	0,667 (ОС6)
ОС8	$3 \cdot 10^{-5}$	1,400	0,600 (ОС7)
ОС9	$1 \cdot 10^{-5}$	1,333	0,667 (ОС8)
ОС10	$3 \cdot 10^{-6}$	1,400	0,600 (ОС9)

* В скобках указано его обозначение.

Указанные в табл. 2 навески порошкового графита и разбавляемого образца помещают в ступку из органического стекла, тщательно смешивают с этиловым спиртом в течение 60 мин и высушивают под инфракрасной лампой.

Во избежание занесения загрязнений перетирание в ступке и высушивание под инфракрасной лампой ведут в боксе из органического стекла.

При анализе используют ОС6—ОС10.

ООС, ОС1—ОС10 хранят в плотно закрытых банках из органического стекла.

3.2.3. *Подготовка к анализу*

От каждой пробы, основы и ОС берут по три навески массой 50 мг. К каждой навеске добавляют 2 мг хлористого натрия, перемешивают с навеской и помещают в канал угольного электрода, на дно которого предварительно вносят 1 мг фтористого натрия. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.2.4. *Проведение анализа*

Нижний электрод с анализируемой пробой (основой или ОС) служит анодом, верхний, заточенный на конус, — катодом. Между электродами зажигают дугу постоянного тока силой 18 А и фотографируют спектры с экспозицией 90 с.

Спектры фотографируют спектрографом типа ДФС-8—1 с решеткой 600 шт./мм с трехлинзовой системой освещения и промежуточной диафрагмой 5 мм. Ширина щели спектрографа — 15 мкм. Спектры каждой пробы, основы и образцов сравнения регистрируют на фотопластинку по три раза.

Экспонированные фотопластинки проявляют, ополаскивают в воде, фиксируют, промывают в проточной воде 15 мин, высушивают и фотометрируют на микрофотометре.

3.2.5. *Обработка результатов*

В каждой спектрограмме фотометрируют почернения аналитических линий определяемого элемента $S_{л+ф}$ (см. табл. 3) и близлежащего фона $S_ф$ и вычисляют разность почернений $\Delta S = S_{л+ф} - S_ф$.

По трем параллельным значениям ΔS_1, ΔS_2, ΔS_3, полученным по трем спектрограммам, снятым для каждого образца, находят среднее арифметическое результатов $\overline{\Delta S}$.

По полученным средним значениям $\overline{\Delta S}$ находят по таблицам обязательного приложения ГОСТ 13637.1—77 значения $\lg\frac{I_л}{I_ф}$.

Используя значения $\lg C$ и $\lg\frac{I_л}{I_ф}$ для образцов сравнения строят градуировочный график в координатах $\lg C$, $\lg\frac{I_л}{I_ф}$. Если в спектрах основы образцов сравнения имеется слабая линия определяемого элемента, то при построении графика в координатах

Таблица 3

Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии, нм	Примечание
Алюминий	309,27	Может применяться любая из двух указанных линий алюминия
Алюминий	308,22	
Бор	249,77	—
Железо	302,11	—
Кремний	288,16	—
Магний	280,27	—
Марганец	279,48	—
Медь	327,40	Может применяться любая из двух указанных линий меди
Медь	324,75	
Титан	308,80	—

$\lg C$, $\lg\frac{I_л}{I_ф}$ вносят поправку на содержание определяемого элемента в основе образцов сравнения. Содержание определяемого элемента в основе образцов сравнения должно быть меньше соответствующих нормированных показателей, приведенных в табл. 1. Если это условие не выполняется, необходимо подобрать для основы более чистый по определяемым примесям порошковый графит.

Получив откорректированные градуировочные графики, по значению $\lg\frac{I_л}{I_ф}$ для пробы определяют массовую долю примеси в пробе.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, максимальное расхождение между крайними результатами которых не должно превышать допускаемых расхождений. Допускаемые расхождения между результатами трех параллельных определений равны отношению наибольшего из них к наименьшему, а расхождение между результатами двух анализов, полученных из трех параллельных определений каждый, — отношению большего к меньшему с доверительной вероятностью 0,90.

Допускаемые расхождения между результатами трех параллельных определений, расхождение между результатами двух анализов, а также допускаемые значения результатов анализа указаны в табл. 4.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.3. Определение гранулометрического состава

Определение гранулометрического состава осуществляют по ГОСТ 17818.2—90 со следующими дополнениями:

для рассева используют сита с сетками № 009К и 014К;

масса представительной пробы составляет 50 г, время просеивания — 20 мин.

Таблица 4

Определяемый элемент	Массовая доля определяемого элемента, %	Допускаемые расхождения		Допускаемые значения результатов анализа
		между результатами трех параллельных определений	между результатами двух анализов	
Алюминий	$1 \cdot 10^{-5}$	2,6	1,8	$8 \cdot 10^{-6}$
Бор	$1 \cdot 10^{-5}$	2,0	1,5	$8 \cdot 10^{-6}$
Железо	$1 \cdot 10^{-5}$	2,1	1,6	$8 \cdot 10^{-6}$
Кремний	$3 \cdot 10^{-5}$	2,4	1,7	$2 \cdot 10^{-5}$
Магний	$1 \cdot 10^{-5}$	2,2	1,6	$8 \cdot 10^{-6}$
Марганец	$5 \cdot 10^{-6}$	2,0	1,5	$4 \cdot 10^{-6}$
Медь	$5 \cdot 10^{-6}$	2,9	1,9	$4 \cdot 10^{-6}$
Титан	$1 \cdot 10^{-5}$	2,2	1,6	$8 \cdot 10^{-6}$

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Тигли с порошковым графитом особой чистоты упаковывают в полиэтиленовую пленку по ГОСТ 3885—73.

Обозначение тары — II—I, герметизация производится свариванием.

Номинальная толщина полиэтиленовой пленки должна быть от 0,07 до 0,10 мм включ. по ГОСТ 10354—82.

Фасовка — 300±50 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Полиэтиленовые пакеты с тиглями обертывают одним слоем мешочной бумаги по ГОСТ 2228—81 и слоем хлопчатобумажной ваты по ГОСТ 5679—91 и укладывают в плотные дощатые ящики типа 1 по ГОСТ 2991—85 или фанерные ящики типов III и IV по ГОСТ 5959—80. Фанерные ящики должны изготовляться из фанеры марки ФСФ или ФК толщиной не менее 4 мм по ГОСТ 3916.1—89, ГОСТ 3916.2—89.

Ящики выстилают водонепроницаемой бумагой. Промежутки между пакетами и стенками ящика заполняют мягким упаковочным материалом.

Ящики должны быть обтянуты металлической лентой по ГОСТ 3560—73, толщиной не менее 0,30 мм и шириной не менее 15 мм.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.3. Масса брутто дощатого ящика должна быть не более 20 кг.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.4. Порошковый графит, поставляемый в отдаленные районы и районы Крайнего Севера, упаковывают по ГОСТ 15846—79.

4.5. Маркировка пакетов — по ГОСТ 3885—73. На этикетках должно быть дополнительно указано: «Вскрывать в боксах, предварительно удалив пыль с поверхности пакета».

4.6. Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192—77 с нанесением манипуляционного знака «Боится сырости».

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.7. В каждый ящик укладывают упаковочный лист по ГОСТ 3885—73 и документ о качестве, в котором указывают:

наименование предприятия-изготовителя;
наименование продукции;
марку;
массу нетто;
номер партии;
количество грузовых мест;
дату изготовления;
значения контролируемых показателей;
штамп технического контроля;
обозначение настоящего стандарта.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.8. Графит порошковый особой чистоты транспортируют всеми видами транспорта в крытых транспортных средствах, на железнодорожном транспорте — в крытых вагонах мелкими отправками или в закрытых судовых помещениях в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.9. Порошковый графит особой чистоты хранят в упаковке изготовителя в крытых помещениях, где не должно быть пыли, агрессивных газов и паров кислот.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель должен гарантировать соответствие порошкового графита требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий хранения, установленных стандартом.

5.2. Гарантийный срок хранения порошкового графита — 12 месяцев со дня изготовления. По истечении гарантийного срока хранения перед использованием графит должен быть проверен на соответствие требованиям настоящего стандарта.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

М. А. Авдеенко, К. П. Виноградова (руководители темы), **Л. В. Синельникова**

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам 31.01.79. № 372

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. Периодичность проверки — 5 лет

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 2228—81	4.2
ГОСТ 2991—85	4.2
ГОСТ 3560—73	4.2
ГОСТ 3885—73	2.1, 3.1, 4.1, 4.5, 4.7
ГОСТ 3916.1—89	4.2
ГОСТ 3916.2—89	4.2
ГОСТ 4526—75	3.2.1
ГОСТ 5679—91	4.2
ГОСТ 5959—80	4.2
ГОСТ 6709—72	3.2.1
ГОСТ 9428—73	3.2.1
ГОСТ 10354—82	4.1
ГОСТ 13637.1—77	3.2.5
ГОСТ 13677.3—77	3.2.1
ГОСТ 14192—77	4.6
ГОСТ 15846—79	4.4
ГОСТ 16539—79	3.2.1
ГОСТ 17818.2—90	3.3
ГОСТ 18300—87	3.1, 3.2.1

6. Срок действия продлен до 01.01.95 Постановлением Госстандарта СССР от 26.07.89 № 2467

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (июль 1991 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июне 1984 г., июле 1989 г. (ИУС 10—84, 12—89)

Редактор *Л. Д. Курочкина*
Технический редактор *М. М. Герасименко*
Корректор *Л. В. Сницарчук*

Сдано в наб. 01.06.91 Подп. в печ. 12.09.91 0,75 усл. п. л. 0,75 усл. кр.-отт. 0,60 уч.-изд. л.
Тир. 3000 Цена 25 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП,
Новопресненский пер., д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Даряус и Гирено, 39. Зак. 1004.