МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГРАФИТ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТИ

Издание официальное

БЗ 9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.666.2 : 539.215.3 : 006.354 Группа А19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГРАФИТ

Методы определения удельной поверхности

ГОСТ 13144—79

Graphite.
Methods for the determination of specific surface

ОКСТУ 5709

Дата введения 01.01.81

Настоящий стандарт распространяется на графит, используемый в производстве электроугольных изделий, и устанавливает методы определения удельной поверхности по адсорбции метиленового голубого и газохроматографическим методом.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам определения удельной поверхности — по ГОСТ 17818.0.

2. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТИ ПО АДСОРБЦИИ МЕТИЛЕНОВОГО ГОЛУБОГО

Сущность метода заключается в титровании графитовой суспензии 0,3 %-ным раствором метиленового голубого в присутствии серной кислоты.

Удельную поверхность рассчитывают, исходя из количества метиленового голубого, израсходованного на титрование пробы.

2.1. Аппаратура, материалы и реактивы

2.1.1. Для проведения испытания применяют:

шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева до 150 °С;

весы лабораторные 2-го класса точности с погрешностью взвешивания не более 0,0005 г по ГОСТ 24104;

мешалку магнитную типа ММ-3М;

микробюретку вместимостью 1,5 $см^3$ по ГОСТ 29251;

секундомер по ТУ 25—1819.0021, ТУ 25—1894.003;

колбы или стаканы вместимостью 150 и 1000 $см^3$ по ГОСТ 23932;

колбу мерную вместимостью 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770;

фильтры обеззоленные «синяя лента»;

кислоту серную по ГОСТ 4204, 5 н. раствор;

метиленовый голубой, 0,3 %-ный раствор (0,003 г/$см^3$); готовят следующим образом: 3 г метиленового голубого, высушенного при 105—110 °С до постоянной массы, помещают в стакан вместимостью 1000 $см^3$, приливают 600—700 $см^3$ горячей воды и нагревают при перемешивании, не допуская кипения, до полного растворения.

Раствор охлаждают и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и объем раствора доводят водой до метки.

2.2. Проведение анализа

2.2.1. Навеску графита массой около 1 г помещают в стакан вместимостью 150 $см^3$, приливают 20—25 $см^3$ воды, перемешивают суспензию на магнитной мешалке и при перемешивании добавляют

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1979
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

1 см^3 5 н. серной кислоты. Суспензию титруют раствором метиленового голубого со скоростью 0,1 см^3 раствора метиленового голубого каждые 20 с. После приливания каждой порции красителя суспензию интенсивно перемешивают на магнитной мешалке и тонкой стеклянной палочкой переносят каплю суспензии на фильтр «синяя лента». Титрование с переносом капли суспензии на фильтровальную бумагу продолжают до появления окрашенного голубого ореола вокруг темного пятна капли суспензии графита. Для контрольной проверки суспензию вновь интенсивно перемешивают в течение 2 мин и переносят каплю суспензии на фильтр. Если ореол исчезнет, титрование продолжают.

2.3. Обработка результатов

2.3.1. Удельную поверхность ($S_{уд}$) в м^2/г вычисляют по формуле

$$S_{уд} = \frac{V \cdot C \cdot N \cdot A_m}{m \cdot M} \text{ или } S_{уд} = 6{,}0 \cdot V,$$

где V — объем раствора метиленового голубого, израсходованный на титрование, см^3;

C — концентрация метиленового голубого, израсходованного на титрование, см^3;

N — постоянная Авогадро, равная $6{,}023 \cdot 10^{23}$;

A_m — площадка, занимаемая одной молекулой адсорбированного метиленового голубого в плотно упакованной пленке на поверхности графита, равная $106 \cdot 10^{-20}$, м^2;

m — масса навески графита, г;

M — молекулярная масса метиленового голубого, равная 319,9 г.

2.1.1, 2.2.1, 2.3.1. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.3.2. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

2.3.3. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать 15 отн. % относительно среднего арифметического значения.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД

Сущность метода заключается в определении количества азота, адсорбированного поверхностью графитового порошка при температуре жидкого азота.

Удельную поверхность рассчитывают по площади десорбционного пика, пропорциональной количеству азота, десорбированного навеской графитового порошка при температуре окружающей среды.

3.1. Оборудование и реактивы

3.1.1. Для проведения испытания применяют:

хроматограф лабораторный марки ЛХМ-72 с измененной газовой схемой прибора, а также любой хроматограф с детектором по теплопроводности. Допускается проводить определение удельной поверхности на хроматографе-сорбтометре «Цвет-211»;

адсорбер — U-образную стеклянную трубку длиной 120 мм, диаметром 6—7 мм;

весы лабораторные 2-го класса точности с погрешностью взвешивания не более 0,0005 г по ГОСТ 24104;

линейку измерительную металлическую по ГОСТ 427;

пенный расходомер (поставляется с хроматографом);

сосуд Дьюара по ТУ 26—04—622;

манометр образцовый на давление 1,569 Па по ТУ 25—05—1664;

секундомер по ТУ 25—1819.0021, ТУ 25—1894.003;

вентиль кислородного баллона;

трубку медную диаметром 6 мм;

азот жидкий по ГОСТ 9293;

азот газообразный по ГОСТ 9293, ос. ч.;

гелий газообразный, в. ч.;

адсорбент цеолитный типа Са Х-ТК-50.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Подготовка к анализу

3.2.1. *Приготовление азотогелиевой смеси*

3.2.1.1. Азотогелиевую смесь, содержащую 5—7 % азота и 93—95 % гелия, готовят на установке, схема которой изображена на черт. 1.

3.2.1.2. Для приготовления смеси закрывают все вентили на установке, затем открывают вентиль *1* и вентиль *3* (промыливанием проверяют линию газа-носителя на герметичность). Убедившись в отсутствии утечки, открывают вентиль *2* и вентиль *4* (проверяют линию газа-адсорбата на герметичность). Закрывают вентиль *4*, открывают запорную иглу *6* (продувают линию газа-носителя до остаточного давления в баллоне, соответствующего 75 делениям по образцовому манометру). Закрывают вентиль *3* и открывают вентиль *4* (продувают линию газа-адсорбата до остаточного давления в баллоне, соответствующего 85 делениям по образцовому манометру). Закрывают запорную иглу *6* и открывают вентиль *3*. Когда стрелка на образцовом манометре дойдет до деления 81, вентиль *3* закрывают. Закрывают вентиль *1* и вентиль *2*.

Баллон с азотогелиевой смесью выдерживают в течение 10 дней до ввода его в работу.

3.2.2. *Монтаж установки*

3.2.2.1. При монтаже установки производят изменение в газовой схеме прибора: камеры детектора *1*, *5* включают последовательно в газовую схему так, как изображено на черт. 2.

На место дозированного объема к газовому крану-дозатору при помощи металлических трубок и вакуумного шланга подсоединяют адсорбер.

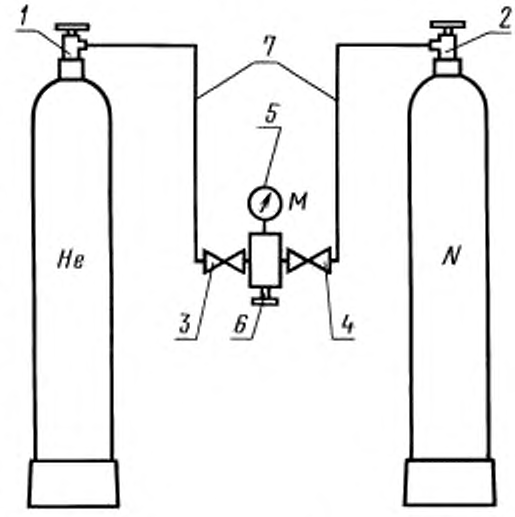
После адсорбера перед измерительной камерой детектора ставят колонку длиной 1 м, заполненную примерно на $^1/_3$ ее объема цеолитным адсорбентом.

3.2.3. *Вывод хроматографа на рабочий режим*

3.2.3.1. Обеспечивают герметичность линии газа-носителя в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору. В качестве газа-носителя используют гелий или водород, адсорбатом служит азот.

К выходу детектора по теплопроводности подсоединяют резиновый шланг для отвода газа-носителя в смеси с адсорбатом за пределы помещения.

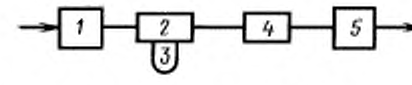
Установка для приготовления газовой смеси



1, 2, 3, 4 — вентили кислородных баллонов; *5* — образцовый манометр; *6* — запорная игла; *7* — медная трубка

Черт. 1

Газовая схема хроматографической установки



1 — сравнительная камера детектора; *2* — кран-дозатор; *3* — адсорбер; *4* — колонка; *5* — измерительная камера детектора

Черт. 2

Открывают баллон и устанавливают на входе прибора давление $9{,}8 \cdot 10^4 — 14{,}7 \cdot 10^4$ Па (1,0—1,5 кгс/см^2).

Устанавливают расход газа-носителя в смеси с адсорбатом, равным $5 \cdot 10^{-7}$ м^3/с.

Контроль расхода газа-носителя в смеси с адсорбатом осуществляют с помощью пенного расходомера.

3.2.4. *Включение системы детектирования, измерения и регистрации*

3.2.4.1. Прежде чем подать на прибор электроэнергию, необходимо убедиться в том, что все выключатели и переключатели находятся в положении «Выкл.» и прибор заземлен.

Ручку «Ток ДТ» устанавливают в крайнее левое положение.

Подают на прибор электроэнергию.

Включают пакетный выключатель «Сеть», при этом должна загореться сигнальная лампа с надписью «Сеть».

Переключатель рода работ ставят в положение, при котором включается сигнальная лампа «ДТП».

Ручкой «Ток ДТП» устанавливают ток 130 мА, а ручкой делитель ДТП — требуемый масштаб записи хроматограммы.

Включают электронный потенциометр, предварительно заправив его чернилами и бумагой.

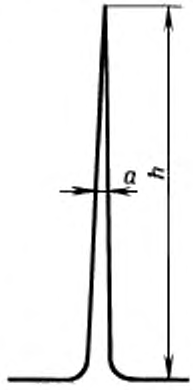
Ручками «Грубо» и «Точно» устанавливают стрелку потенциометра на нулевую отметку.

3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску графитового порошка массой около 0,04 г помещают в адсорбер *3* (см. черт. 2). Адсорбер подсоединяют к крану-дозатору *2*, который находится в положении *1* (см. инструкцию, прилагаемую к прибору).

Кран-дозатор ставят в положение *2*, при котором происходит продувка адсорбера газом-носителем в смеси с адсорбатом.

Хроматограмма десорбционного пика



Черт. 3

Когда перо самописца вернется на нулевую линию, адсорбер с навеской погружают в сосуд Дьюра с жидким азотом. Перо самописца отклоняется от нулевой линии, затем возвращается в исходное положение.

3.3.2. Включают тумблер «Диаграмма» и через 1—1,5 мин убирают сосуд Дьюара с жидким азотом.

Примерно через 30 с на диаграммной ленте записывается десорбционный пик (см. черт. 3).

Для расчета удельной поверхности графитового порошка в идентичных условиях снимают хроматограмму контрольного образца с известной удельной поверхностью, определенной методом Брунаера — Эммета — Теллера.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Концентрацию смеси (X) в процентах вычисляют из пропорции

79 — 100 %

4 — X,

откуда $X = 5{,}06$ %,

где 79 — число делений, соответствующее 100 %-ной концентрации смеси;

4 — число делений по образцовому манометру, соответствующее количеству азота, перешедшему из баллона с газом-адсорбатом в баллон с газом-носителем, %.

3.4.2. Площадь десорбционного пика ($S_п$) в см^2 вычисляют по формуле

$$S_п = h \cdot a \cdot r,$$

где h — высота пика, см;

a — ширина пика, замеренная на $^1/_2$ высоты, см;

r — масштаб записи (чувствительность прибора).

3.4.3. Удельную поверхность ($S_{уд}$) в м^2/г вычисляют по формуле

$$S_{уд} = \frac{S_1 \cdot m_2 \cdot S_{уд.к}}{m_1 \cdot S_2},$$

где S_1 — площадь пика анализируемого образца, м^2;

m_2 — масса контрольного образца, г;

$S_{уд.к}$ — удельная поверхность контрольного образца, м^2/г;

m_1 — масса анализируемого образца, г;

S_2 — площадь пика контрольного образца, м^2.

За результат определения принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать 5 отн. % относительно среднего арифметического значения.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством промышленности строительных материалов СССР и Министерством электротехнической промышленности СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   Б.Ф. Петров (руководитель темы); **И.В. Суравенков, Г.Г. Валиуллова; Л.Н. Вострова; А.С. Фиалков; А.И. Демидова; М.В. Еремина**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного Комитета СССР по стандартам 27.07.79 № 2815**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 13144—67**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 427—75	3.1.1	ГОСТ 24104—88	2.1.1, 3.1.1
ГОСТ 1770—74	2.1.1	ГОСТ 29251—91	2.1.1
ГОСТ 4204—77	2.1.1	ТУ 25—05—1664—74	3.1.1
ГОСТ 9293—74	3.1.1	ТУ 25—1819.0021—90	2.1.1, 3.1.1
ГОСТ 17818.0—90	1.1	ТУ 25—1894.003—90	2.1.1, 3.1.1
ГОСТ 23932—90	2.1.1	ТУ 26—04—622—87	3.1.1

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

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (январь 1999 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июне 1989 г. (ИУС 9—89)**

Редактор *Т.А. Леонова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *И.Л. Шнайдер*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 22.03.99. Подписано в печать 07.04.99. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,60.
Тираж 142 экз. С2527. Зак. 311.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru