ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 72299— 2025

Породы горные

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГРАНУЛОМЕТРИЧЕСКОГО СОСТАВА МЕТОДОМ ЛАЗЕРНОЙ ДИФРАКЦИИ

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2025

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН филиалом «Апрелевское отделение ВНИГНИ» Федерального государственного бюджетного учреждения «Всероссийский научно-исследовательский геологический нефтяной институт» (к.г.-м.н. Асташкин Д.А., к.г.-м.н. Муфтахов В.А., к.г.-м.н. Оленова К.Ю., Дектерева А.В., Немченко Н.В., к.в.н. Ортман О.Р., Харламова О.В.)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 325 «Аналитический контроль»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 сентября 2025 г. № 1084-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2025

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Обозначения 3
5 Сущность метода 3
6 Аппаратура, реактивы, материалы и вспомогательные устройства 4
7 Условия измерений 5
8 Требования безопасности 5
9 Приготовление растворов 5
10 Подготовка пробы (способ А) 6
11 Подготовка пробы (способ Б) 9
12 Подготовка анализатора к проведению измерений 9
13 Выполнение измерений 9
14 Обработка результатов измерений 10
15 Метрологические характеристики 10
16 Контроль качества результатов измерений 11
17 Оформление результатов измерений 12
Приложение А (рекомендуемое) Определение расчетных показателей и коэффициентов 13
Библиография 14

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Породы горные

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГРАНУЛОМЕТРИЧЕСКОГО СОСТАВА МЕТОДОМ ЛАЗЕРНОЙ ДИФРАКЦИИ

Rocks.
Determination of the granulometric composition by laser diffraction

Дата введения — 2025—12—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод измерения гранулометрического состава (размер частиц и их распределение по фракциям) горных пород и грунтов по дифракции лазерного излучения. Также настоящий стандарт может быть использован для измерения гранулометрического состава материалов, полученных путем переработки горных пород.

Диапазон измеряемых частиц по настоящему стандарту составляет от 0,10 мкм до 3000 мкм.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 8.777 Государственная система обеспечения единства измерений. Дисперсный состав аэрозолей и взвесей. Определение размеров частиц по дифракции лазерного излучения

ГОСТ 12.2.051 Система стандартов безопасности труда. Оборудование технологическое ультразвуковое. Требования безопасности

ГОСТ 450 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 1277 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3956 Силикагель технический. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5955 Реактивы. Бензол. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 13493 Натрия триполифосфат. Технические условия

ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 20015 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 23932 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

Издание официальное

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 55054 Добавки пищевые. Пирофосфаты Е450. Общие технические условия

ГОСТ Р 55878 Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия

ГОСТ Р 58144 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике.

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1

горная порода: Устойчивая по составу и строению природная ассоциация одного или нескольких минералов или минеральных агрегатов.

[ГОСТ Р 50544, статья 4]

3.2

грунт: Любая горная порода, залегающая преимущественно в пределах зоны выветривания и являющаяся объектом инженерно-строительной деятельности человека.

[ГОСТ Р 50544, статья 14]

3.3

проба горной породы: Специально отобранный представительный объем рыхлой или разрушенной горной породы, предназначенный для исследований.

[ГОСТ Р 50544, статья 20]

3.4

проба вещества [материала] (объекта аналитического контроля): Часть вещества [материала] объекта аналитического контроля, отобранная для анализа, и/или исследования его структуры, и/или определения свойств, отражающая его химический состав, и/или структуру, и/или свойства.

[ГОСТ Р 52361, статья 7]

3.5

гранулометрический состав горной породы: Распределение по размерам количества в горной массе или породе составляющих ее кусков, зерен, частиц.

[ГОСТ Р 50544, статья 80]

3.6

дисперсная система: Система, состоящая из двух или более фаз (тел) с сильно развитой поверхностью раздела между ними.

[ГОСТ Р 51109, статья 5.6]

3.7

дифракция электромагнитного излучения: Рассеяние света вокруг контура частицы за границами ее геометрической тени вследствие отклонения светового луча от прямолинейного распространения при взаимодействии его с частицей.

[ГОСТ 8.777, пункт 3.12]

3.8

отражение: Возвращение излучения определенной поверхностью или средой без изменения частот его монохроматических составляющих.

[ГОСТ 8.654, статья 2.35]

3.9

поглощение: Превращение энергии излучения в другую форму энергии в результате взаимодействия с веществом

[ГОСТ 8.654, статья 2.3.3]

3.10

преломление: Изменение направления распространения излучения вследствие изменения скорости его распространения в оптически неоднородной среде или при переходе границы, разделяющей разные среды.

[ГОСТ 8.654, статья 2.3.1]

3.11

пропускание: Прохождение излучения сквозь среду без изменения частот его монохроматических составляющих.

[ГОСТ 8.654, статья 2.3.13]

3.12

рассеяние: Изменение пространственного распределения пучка лучей, отклоняемых во множестве направлений поверхностью или средой без изменения частот их монохроматических составляющих.

[ГОСТ 8.654, статья 2.3.27]

4 Обозначения

В настоящем стандарте применены следующие обозначения:

D_{10} — диаметр (процентильное значение), определяющий границу, для которой интегральное значение объемной доли частиц, имеющих меньший диаметр, составляет 10 %, мкм;

D_{50} — диаметр (процентильное значение), определяющий границу, для которой интегральное значение объемной доли частиц, имеющих меньший диаметр, составляет 50 % (средний диаметр частиц, медианный диаметр частиц, Md), мкм;

D_{90} — диаметр (процентильное значение), определяющий границу, для которой интегральное значение объемной доли частиц, имеющих меньший диаметр, составляет 90 %, мкм.

5 Сущность метода

Метод лазерной дифракции основан на корреляции интенсивности рассеянного излучения и угла отклонения плоской монохроматической электромагнитной волны от поверхности частиц с последующим анализом их светорассеивающих свойств.

Рассеянное излучение под разными углами регистрируется с помощью высокочувствительного многоэлементного детектора. По полученной зависимости интенсивности рассеянного излучения от угла рассеяния осуществляется расчет размеров частиц, выраженных в мкм, и их распределение по фракциям, выраженное в %.

6 Аппаратура, реактивы, материалы и вспомогательные устройства

6.1 Средства измерений и вспомогательное оборудование

6.1.1 Лазерный дифракционный анализатор размеров частиц с программным обеспечением (далее — анализатор). Анализатор должен иметь в своем составе один или несколько лазерных источников излучения, детекторы светового излучения, циркуляционную жидкостную и (или) воздушную систему для подачи диспергированной пробы в кювету с постоянным движением, встроенную функцию ультразвуковой диспергации, возможность задания коэффициента преломления дисперсионной среды и измеряемых частиц. Диапазон измерения частиц от 0,10 мкм до 3000 мкм с пределами допускаемой относительной погрешности не более ±25 %.

Примечание — В связи с разнообразием моделей лазерных дифракционных анализаторов частиц отсутствует возможность точного указания комплектации, пригодной для всех случаев.

6.1.2 Весы специального класса точности по ГОСТ Р 53228 или ГОСТ OIML R 76-1 с дискретностью 0,001 г.

6.1.3 Сита лабораторные с размером ячейки 0,05 мм, 2 мм.

6.1.4 Термометр стеклянный с ценой деления 1,0 °С.

6.1.5 Колбы мерные класса точности 2 вместимостью 100, 250 и 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770.

6.1.6 Цилиндры мерные класса точности 2 вместимостью 50, 100, 250, 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770.

6.1.7 Пипетка с одной меткой вместимостью 50 $см^3$ класса точности 2 по ГОСТ 29169.

6.1.8 Пипетки градуированные класса точности 2 вместимостью 5 и 25 $см^3$ по ГОСТ 29227.

6.1.9 Дробилка щековая лабораторная.

6.1.10 Шкаф сушильный общелабораторного назначения любого типа, обеспечивающий температуру (105 ± 2) °С.

6.1.11 Компрессор для получения сжатого воздуха с давлением до 8 бар (0,8 МПа).

6.1.12 Аппарат Сокслета.

6.1.13 Колбонагреватель лабораторный.

6.1.14 Мешалка магнитная лабораторная.

6.1.15 Ультразвуковая ванна по ГОСТ 12.2.051.

6.1.16 Емкость фарфоровая выпарительная вместимостью 100, 250 $см^3$ по ГОСТ 9147.

6.1.17 Молоток геологический.

6.1.18 Электроплитка с закрытой спиралью и потребляемой мощностью по ГОСТ 14919.

6.1.19 Колба плоскодонная коническая с пробкой и шлифом вместимостью 2000 $см^3$ по ГОСТ 25336.

6.1.20 Пробирки стеклянные с притертой стеклянной или пластиковой пробкой вместимостью 10 $см^3$.

6.1.21 Стакан высокий лабораторный градуированный по ГОСТ 23932 с ориентировочной шкалой вместимостью не менее 600 $см^3$.

6.1.22 Посуда стеклянная (в том числе из темного стекла) для хранения растворов.

6.1.23 Промывалка.

6.1.24 Стеклянные эксикаторы с крышками по ГОСТ 25336.

6.1.25 Таймер или часы (любого типа).

6.1.26 Дистиллятор или установка любого типа для получения воды дистиллированной по ГОСТ Р 58144.

6.1.27 Воронка лабораторная типа В по ГОСТ 25336.

6.1.28 Ступка фарфоровая по ГОСТ 9147.

6.1.29 Пестик с резиновым наконечником по ГОСТ 9147.

6.1.30 Шпатель фарфоровый по ГОСТ 9147.

6.1.31 Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336.

6.1.32 Палочка стеклянная лабораторная.

6.1.33 Стакан стеклянный вместимостью 150 $см^3$ по ГОСТ 25336.

6.1.34 Пипетка для переноса жидкости (Пастера) вместимостью 3,0 $см^3$.

6.1.35 Пестик фарфоровый по ГОСТ 9147.

6.2 Реактивы и материалы

6.2.1 Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.

6.2.2 Кальций хлористый по ГОСТ 450 или силикагель технический по ГОСТ 3956 (для эксикатора).

6.2.3 Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный по ГОСТ Р 55878.

6.2.4 Хлороформ по ГОСТ 20015.

6.2.5 Бензол по ГОСТ 5955.

6.2.6 Серебро азотнокислое (нитрат серебра) по ГОСТ 1277.

6.2.7 Азотная кислота по ГОСТ 4461.

6.2.8 Натрия триполифосфат по ГОСТ 13493 или пирофосфат натрия по ГОСТ Р 55054.

6.2.9 Кислота соляная по ГОСТ 3118.

6.2.10 Бумага индикаторная универсальная по [1].

Примечания

1 Все реактивы, используемые для измерений, должны быть квалификации не ниже ч.д.а. или х.ч.

2 Допускается использование средств измерения, вспомогательного оборудования, лабораторной посуды с аналогичными или лучшими метрологическими и техническими характеристиками, чем у вышеуказанных. Допускается использование реактивов с характеристиками не хуже, чем у вышеуказанных.

7 Условия измерений

7.1 При выполнении измерений соблюдают следующие условия окружающей среды, если в эксплуатационной документации на применяемое оборудование не установлены иные условия:

- температура воздуха ..... от 15 °С до 35 °С;
- относительная влажность воздуха ..... от 20 % до 85 %;
- атмосферное давление ..... от 84,0 до 106,7 кПа;
- напряжение в сети переменного тока ..... (230 ± 23) В;
- частота переменного тока ..... (50 ± 1) Гц.

7.2 Не допускается прямое попадание на лазерный дифракционный анализатор солнечных лучей.

8 Требования безопасности

8.1 При выполнении измерений, в том числе при работе с реактивами и растворами, необходимо соблюдать требования техники безопасности, установленные в соответствующих нормативных документах, стандартах, документах по охране труда и пожарной безопасности, действующих в организации.

8.2 Использование оборудования должно осуществляться в соответствии с эксплуатационной документацией.

8.3 При выполнении измерений следует соблюдать требования электробезопасности при работе с электроустановками.

8.4 Общие правила по пожаровзрывобезопасности, меры предупреждения, средства защиты работающих от воздействия неблагоприятных факторов, требования к их личной гигиене, оборудованию и к помещениям регламентированы системой стандартов безопасности труда, утвержденных в установленном порядке.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ! Настоящий стандарт не предусматривает ознакомление персонала со всем спектром требований безопасности проведения работ, связанных с его применением. Обязанностью пользователя настоящего стандарта является соблюдение соответствующих требований, касающихся безопасности жизни и здоровья в соответствии с действующим законодательством РФ в сфере безопасного проведения работ.

9 Приготовление растворов

9.1 Приготовление спирто-бензольной смеси (1:2)

В плоскодонную коническую колбу с пробкой и шлифом вместимостью 2000 $см^3$ мерным цилиндром помещают сначала 500 $см^3$ спирта, затем 1000 $см^3$ бензола и перемешивают. Раствор хранят в емкости из темного стекла не более 6 мес.

9.2 Приготовление раствора азотной кислоты молярной концентрации $c(HNO_3)$, равной 0,2 моль/дм^3

12,6 см^3 концентрированной азотной кислоты приливают к 250 см^3 дистиллированной воды, предварительно помещенной в мерную колбу вместимостью 1000 см^3. Объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Раствор хранят в стеклянной емкости не более 6 мес.

9.3 Приготовление раствора азотнокислого серебра с массовой долей 10 %

(10,00 ± 0,05) г азотнокислого серебра взвешивают в стаканчике для взвешивания или в стакане вместимостью 150 см^3, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой, добавляют две капли концентрированной азотной кислоты и тщательно перемешивают. Раствор хранят в емкости из темного стекла не более 6 мес.

9.4 Приготовление 5 %-ного раствора соляной кислоты

117 см^3 концентрированной соляной кислоты приливают к 250 см^3 дистиллированной воды, предварительно помещенной в мерную колбу вместимостью 1000 см^3. Объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Раствор хранят в стеклянной или полимерной емкости не более 6 мес.

9.5 Приготовление раствора триполифосфата натрия с массовой долей 0,7 %

(7,00 ± 0,04) г триполифосфата натрия взвешивают в стакане вместимостью 150 см^3, навеску с помощью воронки вводят в мерную колбу объемом 1000 см^3 с предварительно добавленной дистиллированной водой объемом 250—300 см^3. Раствор тщательно перемешивают, для более быстрого растворения полученную смесь рекомендуется подогреть примерно до 50 °С.

После полного растворения соли в воде раствор охлаждают до температуры воздуха в помещении (см. 7.1) и доводят дистиллированной водой до метки, после чего вновь тщательно перемешивают. Раствор хранят в емкости из темного стекла не более 2 мес.

9.6 Приготовление раствора пирофосфата натрия безводного с массовой долей 4 %

(4,00 ± 0,02) г пирофосфата натрия безводного взвешивают в стакане вместимостью 150 см^3, мерным цилиндром добавляют 96 см^3 дистиллированной воды и тщательно перемешивают. Раствор хранят в емкости из темного стекла не более 2 мес.

9.7 Приготовление раствора пирофосфата натрия декагидрата (10-водного) с массовой долей 6,7 %

(11,23 ± 0,03) г пирофосфата натрия водного взвешивают в стакане вместимостью 150 см^3, мерным цилиндром добавляют 89 см^3 дистиллированной воды. Раствор хранят в емкости из темного стекла не более 2 мес.

10 Подготовка пробы (способ А)

10.1 Отбор образцов горной породы проводят с использованием подходящего оборудования путем откалывания от керна, представительных обломков горной породы, сбора мелкообломочной горной породы массой не более 200 г. Крупные обломки горной породы раскалывают на несколько мелких фрагментов.

10.2 Для гранулометрического анализа используют образцы керна горных пород, обломков горных пород или грунтов, доведенных до суховоздушного состояния высушиванием в сушильном шкафу при температуре (105 ± 2) °С или на воздухе (при необходимости).

10.3 От углеводородов образец очищают путем экстрагирования в аппаратах Сокслета с помощью органических растворителей: хлороформа или спирто-бензольной смеси в соотношении 1:2. Метод экстрагирования заключается в длительной выдержке образцов в растворителе при температуре, близкой к температуре кипения растворителя. Допускается экстрагирование образцов проводить предварительно упакованными в конверт из фильтровальной бумаги.

Об окончании процесса экстракции судят по отсутствию окрашивания растворителя в экстракционной емкости после выдержки в нем образцов горных пород не менее 24 ч. После разгрузки аппарата Сокслета образцы выветривают в вытяжном шкафу не менее 24 ч.

10.4 При необходимости осуществляют отмывку образцов горных пород от соли в емкости методом отмачивания в дистиллированной воде путем полного погружения образцов в жидкость. Дистиллированную воду периодически меняют. Контроль наличия соли в воде осуществляют посредством качественной реакции хлорид-ионов с нитратом серебра. Для этого образцы выдерживают в дистиллированной воде не менее 24 ч. Пробу воды, в которой выдерживались образцы, объемом 5 $см^3$ помещают в пробирку вместимостью 10 $см^3$, подкисляют 1—2 каплями раствора азотной кислоты 0,2 моль/$дм^3$, прибавляют три капли 10 %-ного раствора азотнокислого серебра и взбалтывают. При отсутствии в пробе воды объемного осадка или плавающих хлопьев процесс обессоливания считают завершенным. Допускается наличие в пробе воды опалесценции или мути.

10.5 Образцы, доведенные до суховоздушного состояния, дробят на щековой дробилке с зазорами 3—5 мм, просеивают через сито с размером ячейки 2 мм. Фракцию более 2 мм подвергают измельчению на отдельные зерна в фарфоровой ступке фарфоровым пестиком, осторожно, не допуская нарушения целостности зерен.

10.6 Среднюю пробу горной породы или грунта массой (20 ± 1) г для последующего анализа отбирают методом квартования. Для квартования пробу перемешивают, разравнивают на горизонтальной поверхности и делят взаимно перпендикулярными линиями, проходящими через центр, на четыре части. Две любые противоположные четверти берут в пробу. Последовательным квартованием сокращают пробу в два, четыре раза и т. д. до получения пробы необходимой массы.

10.7 Пробу помещают в фарфоровую выпарительную емкость вместимостью 250 $см^3$, доведенную до постоянной массы. Разница между двумя последовательными взвешиваниями должна быть не более 0,010 г.

Пробу в фарфоровой емкости сушат в сушильном шкафу при температуре (105 ± 2) °С, охлаждают в эксикаторе, взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,001 г. Высушивание продолжают до тех пор, пока разница между двумя последними взвешиваниями будет не более 0,050 г.

10.8 При необходимости, для удаления карбонатных минералов взятую пробу полностью заливают 5 %-ным раствором соляной кислоты и выдерживают не менее 10 часов. Раствор соляной кислоты сливают, навеску пробы отмывают дистиллированной водой до нейтральной реакции лакмусового индикатора 6—7 pH. Полученную пробу сушат в сушильном шкафу при температуре (105 ± 2) °С, охлаждают в эксикаторе до температуры воздуха в помещении (см. 7.1). Пробу взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,001 г. Высушивание повторяют до тех пор, пока разница между двумя последними взвешиваниями будет не более 0,050 г.

10.9 Расчет потери растворимой части пробы выполняют по формуле (1).

10.10 Подготовка проб для измерения размера частиц с использованием жидкостной системы диспергирования

10.10.1 После выполнения этапа работ, приведенного в 10.1—10.8, пробу заливают дистиллированной водой температурой 75 °С—80 °С и оставляют до полного остывания. Проба должна быть полностью покрыта дистиллированной водой.

10.10.2 Для дезинтеграции (растирания) пробу переносят в фарфоровую ступку и растирают пестиком с резиновым наконечником.

10.10.3 Помутневшую воду (суспензию) периодически сливают в стеклянный стакан с градуированной шкалой ориентировочного объема вместимостью 800 $см^3$. К осадку на дне фарфоровой ступки приливают небольшими порциями дистиллированную воду и растирают до полного разделения агрегатов на зерна. Критерием полного разделения агрегатов на зерна является визуально прозрачная после растирания вода и отсутствие агрегатов.

10.10.4 Дезинтегрированные (растертые) пробы из фарфоровой ступки переносят в стакан с суспензией. Для анализа используют полученную смесь из дезинтегрированных зерен и суспензии.

10.10.5 К суспензии мерным цилиндром или пипеткой с одной меткой (Мора) вместительностью 50 $см^3$ приливают 50 $см^3$ антикоагулянта (0,7 %-ный раствор триполифосфата натрия) или добавляют в качестве антикоагулянта 5,0 $см^3$ 4 %-ного раствора безводного пирофосфата натрия или 5,0 $см^3$ 6,7 %-ного раствора пирофосфата натрия декагидрата (10-водного).

Объем суспензии доводят до 600 $см^3$ по градуированной шкале ориентировочного объема дистиллированной водой. Полученную суспензию аккуратно перемешивают стеклянной палочкой до полу-

чения гомогенного состояния. Допускается использовать магнитную мешалку на минимальной скорости вращения. Рекомендуется выдерживать накрытый стакан с суспензией в течение не менее 24 ч.

10.10.6 Непосредственно перед измерением стеклянный стакан с пробой помещают в ультразвуковую ванну на 4—6 мин. Мощность генератора ультразвуковой ванны рекомендуется устанавливать на 100 %, но не выше 300 Вт. Сразу после воздействия ультразвуком стеклянный стакан с пробой помещают на рабочую поверхность магнитной мешалки, в стакан помещают магнитный якорь и включают мешалку. Интенсивность работы магнитной мешалки должна находиться в таком диапазоне, чтобы образовалась воронка жидкости.

10.10.7 Через 4—6 мин, не останавливая перемешивания, пипеткой Пастера равномерно из 3—5 точек по глубине суспензии отбирают пробы объемом 2,5—3,0 $см^3$, которые переносят в приемную воронку лазерного дифракционного анализатора с жидкостной системой диспергирования. Допускается переносить отобранные пробы в стеклянной или фарфоровой емкости вместимостью не более 25 $см^3$ и помещать в приемную воронку анализатора, смывая остатки пробы со стенок небольшим количеством дистиллированной воды.

10.10.8 Подготовку лазерного дифракционного анализатора к работе проводят в соответствии с разделом 12. Измерения проводят в соответствии с 13.3.

10.11 Подготовка проб для измерения размера частиц комбинированным методом

10.11.1 Подготовка проб для измерения размера частиц с использованием жидкостной системы диспергирования (комбинированный метод).

10.11.1.1 После выполнения этапа работ, приведенного в 10.1—10.8, пробу заливают дистиллированной водой температурой 75 °С—80 °С и оставляют до полного остывания. Проба должна быть полностью покрыта дистиллированной водой.

10.11.1.2 Для дезинтеграции пробу переносят в фарфоровую ступку и растирают пестиком с резиновым наконечником.

10.11.1.3 Суспензию пропускают через сито с размером ячейки 0,05 мм. Оставшуюся на сите пробу повторно полностью переносят в фарфоровую ступку, приливают небольшими порциями дистиллированную воду и растирают до полного разделения агрегатов на зерна. Процедуру повторяют необходимое количество раз. Критерием полного разделения агрегатов на зерна является визуально прозрачная после растирания вода и отсутствие агрегатов.

10.11.1.4 Пробу с размером частиц равным и менее 0,05 мм полностью переносят в стеклянный стакан вместимостью 800 $см^3$ и мерным цилиндром или пипеткой с одной меткой (Мора) вместительностью 50 $см^3$ приливают 50 $см^3$ антикоагулянта (0,7 %-ный раствор триполифосфата натрия). Или добавляют в качестве антикоагулянта 5,0 $см^3$ 4 %-ного раствора безводного пирофосфата натрия или 5,0 $см^3$ 6,7 %-ного раствора пирофосфата натрия декагидрата (10-водного).

Объем суспензии доводят до 600 $см^3$ по градуированной шкале ориентировочного объема дистиллированной водой. Полученную суспензию аккуратно перемешивают стеклянной палочкой до получения гомогенного состояния. Допускается использовать магнитную мешалку на минимальной скорости вращения. Рекомендуется выдерживать накрытый стакан с суспензией в течение не менее 24 ч.

10.11.1.5 Непосредственно перед измерением стеклянный стакан с пробой помещают в ультразвуковую ванну на 4—6 мин. Мощность генератора ультразвуковой ванны рекомендуется устанавливать на 100 %, но не выше 300 Вт. Сразу после воздействия ультразвуком стеклянный стакан с пробой помещают на рабочую поверхность магнитной мешалки, в стакан помещают магнитный якорь и включают мешалку. Интенсивность работы магнитной мешалки должна находится в таком диапазоне, чтобы образовалась воронка жидкости.

10.11.1.6 Через 4—6 мин, не останавливая перемешивания, пипеткой Пастера равномерно из 3—5 точек по глубине суспензии отбирают пробы объемом 2,5—3,0 $см^3$, которые переносят в приемную воронку лазерного дифракционного анализатора с жидкостной системой диспергирования. Допускается переносить отобранные пробы в стеклянной или фарфоровой емкости вместимостью не более 25 $см^3$ и помещать в приемную воронку анализатора, смывая остатки пробы со стенок небольшим количеством дистиллированной воды.

10.11.1.7 Подготовку дифракционного анализатора к работе проводят в соответствии с разделом 12. Измерения проводят в соответствии с 13.3.

10.11.2 Подготовка проб для измерения размера частиц с использованием воздушной системы диспергирования (комбинированный метод)

10.11.2.1 Фракцию пробы с размером частиц более 0,05 мм переносят в фарфоровую выпарительную емкость и сушат в сушильном шкафу при температуре (105 ± 2) °С, охлаждают в эксикаторе до температуры воздуха в помещении (см. 7.1).

10.11.2.2 Пробу взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,001 г. Высушивание повторяют до тех пор, пока разница между двумя последними взвешиваниями будет не более 0,050 г.

10.11.2.3 Измерения размеров частиц проводят с использованием ячейки сухого диспергирования в соответствии с 13.4.

11 Подготовка пробы (способ Б)

11.1 Отбор проб горной породы проводят путем откалывания от керна обломков горной породы, сбора мелкообломочной горной породы массой не менее 1—2 г.

11.2 Пробы очищают от углеводородов согласно 10.3.

11.3 При необходимости обессоливание проводят согласно 10.4.

11.4 Пробу помещают в фарфоровую выпарительную емкость вместимостью 100 $см^3$, доведенную до постоянной массы. Разница между двумя последовательными взвешиваниями должна быть не более 0,010 г.

Пробу в фарфоровой емкости сушат в сушильном шкафу при температуре (105 ± 2) °С, охлаждают в эксикаторе, взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,001 г. Высушивание продолжают до тех пор, пока разница между двумя последними взвешиваниями будет не более 0,020 г.

11.5 При необходимости, для удаления карбонатных минералов взятую пробу полностью заливают 5 %-ным раствором соляной кислоты и выдерживают не менее 10 ч. Раствор соляной кислоты сливают, навеску пробы отмывают дистиллированной водой до нейтральной реакции лакмусового индикатора 6—7 pH. Полученную пробу сушат в сушильном шкафу при температуре (105 ± 2) °С, охлаждают в эксикаторе до температуры воздуха в помещении (см. 7.1). Пробу взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,001 г. Высушивание повторяют до тех пор, пока разница между двумя последними взвешиваниями будет не более 0,020 г.

11.6 Расчет потери растворимой части пробы выполняют по формуле (1).

11.7 После выполнения этапа работ, приведенного в 11.1—11.5, пробу заливают дистиллированной водой. Проба должна быть полностью покрыта дистиллированной водой.

11.8 Пробу с водой полностью переносят в фарфоровую ступку и растирают с использованием фарфорового пестика, а затем пестика с резиновым наконечником до разделения агрегатов на зерна.

11.9 Дезинтегрированную пробу полностью переносят в приемную воронку жидкостной системы диспергирования лазерного дифракционного анализатора. Остатки со стенок смывают небольшим количеством дистиллированной воды.

11.10 Подготовку дифракционного анализатора к работе проводят в соответствии с разделом 12. Измерения проводят в соответствии с 13.3.

12 Подготовка анализатора к проведению измерений

12.1 Подготовка лазерного дифракционного анализатора к работе проводится в соответствии с эксплуатационной документацией.

12.2 Лазерный дифракционный анализатор должен быть включен, должна работать циркуляционная система. Рекомендовано поддерживать коэффициент пропускания (прозрачности) среды в рабочем диапазоне 70 %—90 %.

12.3 Рекомендовано при настройке анализатора указывать следующее распределение размеров частиц по фракциям: 3000—2000; 2000—1000; 1000—500; 500—250; 250—100; 100—50,0; 50,0—10,0; 10,0—2,0; 2,0—1,0, 1,0—0,1 мкм. В случае необходимости может быть использована другая шкала фракций. Число считывания данных для одного измерения должно быть не менее 5000 раз.

13 Выполнение измерений

13.1 Количество пробы, необходимое для проведения одного измерения, подбирают экспериментально, ориентируясь на коэффициент пропускания. В случае отклонения от указанного рабочего диа-

пазона, следует привести параметр в соответствие путем варьирования количества вводимой в зону измерения пробы либо автоматического ее разбавления. Если коэффициент пропускания менее 70 %, то количество вводимой пробы следует уменьшить. При коэффициенте пропускания более 90 % — количество пробы следует увеличить.

13.2 Для частиц осадочных пород применяется показатель преломления 1,59. Допускается применение иных коэффициентов для горных пород другого генезиса.

13.3 Измерение при жидком диспергировании проб

13.3.1 В качестве дисперсионной жидкостной среды рекомендуется использовать дистиллированную воду.

13.3.2 Для дистиллированной воды необходимо использовать показатель преломления 1,333.

13.3.3 После подготовки проб по 10.10, 10.11.1, 11 суспензию помещают в приемную камеру анализатора с жидкостной системой диспергирования и выполняют измерение в соответствии с эксплуатационной документацией.

13.4 Измерение при воздушном диспергировании проб с размером частиц более 0,050 мм

Пробу, подготовленную в соответствии с 10.11.2, вводят в зону измерения анализатора. Измерение выполняют в соответствии с эксплуатационной документацией. Давление сжатого воздуха должно быть от 0,4 до 0,8 МПа.

14 Обработка результатов измерений

14.1 Потерю растворимой части пробы П(HCl), %, после обработки соляной кислотой вычисляют по формуле

$$П(HCl) = \frac{(m_{нач} - m_{послеHCl}) \cdot 100}{m_{нач}}, \quad (1)$$

где $m_{нач}$ — масса пробы до обработки соляной кислотой, г;

$m_{послеHCl}$ — масса пробы после обработки соляной кислотой, г.

14.2 Размеры частиц D_{10}, D_{50}, D_{90}, мкм, и расчет распределения частиц по фракциям, выраженный в %, в соответствующих границах, установленных при настройке анализатора, определяются для жидкостной ячейки и блока воздушного диспергирования отдельно с помощью программного обеспечения лазерного дифракционного анализатора, которое обеспечивает обработку сигналов, полученных при измерении, включая коррекцию фона.

Примечание — При расчете распределения частиц по фракциям за 100 % принимают не растворившуюся в соляной кислоте часть пробы.

14.3 Расчет дополнительных параметров распределения частиц проводят в соответствии с приложением А.

15 Метрологические характеристики

Метод обеспечивает получение результатов измерений с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Диапазон, мкм	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений при P = 0,95), $r_{отн}$, %	Предел промежуточной прецизионности (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами определений, полученными в условиях промежуточной прецизионности, при P = 0,95), $D_{отн}$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности, в которых находится погрешность измерения с вероятностью P = 0,95)*, δ, %
Диаметр частиц D_{10}	0,10—3000	16	33	26
Средний диаметр частиц D_{50}	0,10—3000	10	29	23

Окончание таблицы 1

Наименование показателя	Диапазон, мкм	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений при $P = 0,95$), $r_{отн}$, %	Предел промежуточной прецизионности (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами определений, полученными в условиях промежуточной прецизионности, при $P = 0,95$), $D_{отн}$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности, в которых находится погрешность измерения с вероятностью $P = 0,95$)*, δ, %
Диаметр частиц D_{90}	0,10—3000	18	35	28
* Границы относительной погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95$ соответствуют расширенной неопределенности измерений, вычисленной с применением коэффициента охвата $k = 2$ при P ориентировочно равным 0,95.				

16 Контроль качества результатов измерений

16.1 Контроль промежуточной прецизионности проводят по показателю D_{50} с использованием рабочих проб или стандартных образцов с аттестованным значением в соответствии с областью применения стандарта. Объем отобранной для контроля пробы должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа. Отобранную пробу делят на две равные части и анализируют в соответствии с методикой, максимально варьируя (по возможности) условия проведения анализа, т. е. выполняют анализы разные аналитики, в разное время, используя, при этом, разные средства измерений, наборы мерной посуды и разные партии реактивов. Два результата анализа не должны отличаться друг от друга более чем на величину допускаемых расхождений между результатами измерений.

$$|X_1 - X_2| \le D, \quad (2)$$

где X_1 — результат измерений рабочей пробы/стандартного образца, мкм;

X_2 — результат измерений этой же пробы/стандартного образца в других условиях, мкм;

D — допускаемое расхождение между результатами измерений одной и той же пробы/стандартного образца, мкм, вычисляемое по формуле

$$D = 0,01 \cdot D_{отн} \cdot X, \quad (3)$$

где X — среднее арифметическое результатов измерений X_1 и X_2, мкм;

$D_{отн}$ — относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами определений, полученными в условиях промежуточной прецизионности, при $P = 0,95$ по таблице 1, $\%_{отн.}$

16.2 Образцами для проведения контроля погрешности результатов измерений являются стандартные образцы гранулометрического состава с известным аттестованным значением. Значения размеров частиц, выраженные в мкм, в контрольных образцах должны соответствовать диапазону измеряемых размеров. Образцы для контроля анализируют в соответствии с методикой. Полученные результаты размеров частиц в образце для контроля X не должны отличаться от аттестованного значения C в этом образце более чем на величину норматива контроля K, т. е.

$$|X - C| \le K. \quad (4)$$

Перевод значений K из относительных единиц, выраженных в %, в абсолютные единицы, выраженные в мкм, осуществляют по формуле

$$K = 0,01 \cdot K_{отн} \cdot X, \quad (5)$$

где $K_{отн} = \delta$.

Значения δ приведены в таблице 1.

При превышении норматива контроля погрешности эксперимент повторяют. При повторном превышении указанного норматива K выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

16.3 Периодичность контроля устанавливают в документах системы менеджмента лаборатории.

17 Оформление результатов измерений

17.1 За результат измерений принимают среднее арифметическое значение двух результатов измерений D_{10}, D_{50}, D_{90}, мкм, выполненных в условиях повторяемости (сходимости), полученных путем двух самостоятельных введений подготовленной пробы в зону измерения анализатора.

17.2 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости (сходимости), осуществляют в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (подразделы 5.2, 5.3). Расхождение между результатами измерений не должно превышать предела повторяемости r, указанного в таблице 1.

17.3 Результаты измерений представляют в виде

$$X \pm \Delta, \text{ при } P = 0{,}95,$$

где X — результат измерений, полученный в соответствии с разделом 13, мкм;

Δ — граница абсолютной погрешности измерений размера частиц для D_{10}, D_{50}, D_{90} с доверительной вероятностью $P = 0{,}95$, мкм, вычисляемая по формуле

$$\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot X, \tag{6}$$

где δ — границы относительной погрешности измерений размера частиц для D_{10}, D_{50}, D_{90} для доверительной вероятности $P = 0{,}95$, приведенные в таблице 1, %.

17.4 Расчетные показатели фракционного распределения частиц, выраженные в %, вычисляют путем нахождения среднего значения двух результатов, полученных в условиях повторяемости (сходимости).

17.5 При применении комбинированного диспергирования с использованием жидкостной ячейки и воздушного блока для одной пробы результаты измерений выдают по каждому методу диспергирования отдельно с указанием размера частиц.

17.6 Протокол испытаний рекомендуется оформлять в соответствии с требованиями ГОСТ ISO/IEC 17025 с обязательным указанием величины потери массы образца, выраженной в %, после обработки соляной кислотой, типа дисперсионной среды, коэффициентов преломления дисперсионной среды и частиц пробы.

17.7 При необходимости указываются: медианный диаметр M_d, коэффициент сортировки S_o, коэффициент асимметрии S_a, эксцесс E_x (см. приложение А).

Приложение А
(рекомендуемое)

Определение расчетных показателей и коэффициентов

А.1 Расчет медианного диаметра M_d

Для расчета коэффициента M_d используют следующую формулу

$$M_d = D_{50,} \tag{А.1}$$

где D_{50} — размер частиц, относительно которого более крупные зерна составляют 50 %, вычисляемый по формуле

$$D_{50} = y_{i>50} + \frac{(I_{i>50} - 50) \cdot h_{i>50}}{I_{i>50} - I_{i<50}}, \tag{А.2}$$

$y_{i>50}$ — нижняя граница размера i-й фракции, мм, при $I_i > 50$;
$I_{i>50}$ — интегральная частность количества зерен i-й фракции, соответствующая значению более 50 %;
$h_{i>50}$ — разность конечных размеров i-й фракции, мм, при $I_i > 50$ %;
$I_{i<50}$ — интегральная частность количества зерен i-й фракции, соответствующая значению менее 50 %.

А.2 Расчет коэффициента сортировки S_o

Для расчета коэффициента сортировки S_o используют следующие формулы:

$$S_o = \sqrt{\frac{D_{75}}{D_{25}}}, \tag{А.3}$$

$$D_{25} = y_{i>25} + \frac{(I_{i>25} - 25) \cdot h_{i>25}}{I_{i>25} - I_{i<25}}, \tag{А.4}$$

$$D_{75} = y_{i>75} + \frac{(I_{i>75} - 75) \cdot h_{i>75}}{I_{i>75} - I_{i<75}}, \tag{А.5}$$

где D_{25} и D_{75} — размеры частиц, относительно которого более крупные зерна составляют 25 % и 75 % соответственно;
$y_{i>25/75}$ — нижняя граница размера i-й фракции, мм, при $I_{i>25/75}$;
$I_{i>25/75}$ — интегральная частность количества зерен i-й фракции, соответствующая значению более 25/75 %;
$I_{i<25/75}$ — интегральная частность количества зерен i-й фракции, соответствующая значению менее 25/75 %;
$h_{i>25/75}$ — разность конечных размеров i-й фракции, мм, при $I_{i>25/75\ \%}$.

А.3 Расчет коэффициента асимметрии S_a

Для расчета коэффициента асимметрии S_a используют следующую формулу:

$$S_a = \frac{D_{25} \cdot D_{75}}{D_{50}^2}. \tag{А.6}$$

А.4 Расчет эксцесса E_x

Для расчета эксцесса E_x используют следующую формулу:

$$E_x = \frac{D_{25} - D_{75}}{2(D_{10} - D_{90})}. \tag{А.7}$$

Библиография

[1] ТУ-6-09-1181-89 Бумага индикаторная универсальная для определения pH 1-10 и 7-14

УДК 539.215.2:006.354 ОКС 07.060

Ключевые слова: гранулометрический состав, горные породы, лазерная дифракция

Редактор *Е.Ю. Митрофанова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 23.09.2025. Подписано в печать 10.10.2025. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,95.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru