Издание официальное

СССР Комитет стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров Союза ССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ ГРАФИТ П	ГОСТ 8295—57 Взамен ОСТ 10555—40 Группа А11

Графит П представляет собой графитовый концентрат, полученный путем обогащения графитовых руд Ботогольского, Завальевского и Тайгинского месторождений, содержащих кристаллический графит.

I. ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

1. Графит П разделяется на две марки А и Б.

Обозначение марок графита в зависимости от месторождения устанавливается следующее:

ПБ-А графит П ботогольский марки А
ПБ-Б графит П ботогольский марки Б
ПЗ-А графит П завальевский марки А
ПЗ-Б графит П завальевский марки Б
ПТ-А графит П тайгинский марки А
ПТ-Б графит П тайгинский марки Б

2. Графит П по показателям качества должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименования показателей	Нормы	
	Марка А	Марка Б
1. Содержание золы (A^c) в %, не более	7,0	9,0
2. Содержание влаги (W^d) в %, не более	1,0	1,0
3. Содержание летучих веществ (V^c) в %, не более	1,0	1,0
4. Содержание серы ($S^c_{об}$) в %, не более	0,2	0,2
5. Тонина помола:		
остаток на сите № 020	Отсутствие	
остаток на сите № 016 в %, не более	1,5	1,5

Внесен Министерством промышленности строительных материалов СССР	Утвержден Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов 17/I 1957 г.	Срок введения 1/IV 1957 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Продолжение

Наименования показателей	Нормы	
	Марка А	Марка Б
6. Реакция водной вытяжки	Нейтральная	
7. Содержание углерода (C^c в %, не менее	92	90

Примечания:

1. Для графита марок ПБ-А и ПБ-Б допускается слабощелочная реакция, но не более 0,001% в пересчете на NaOH.
2. Номера сит по ГОСТ 3584—53.

3. Графит П не должен содержать зерен кварца, определяемых методом, описанным ниже.

4. В графите П не допускаются посторонние примеси, в том числе графит другого месторождения.

II. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

5. Графит П должен быть принят отделом технического контроля предприятия-поставщика. Поставщик должен гарантировать соответствие качества выпускаемого графита по каждой партии требованиям настоящего стандарта.

6. Потребитель имеет право производить проверку поступающего к нему графита П по всем пунктам настоящего стандарта, применяя указанные ниже правила отбора проб и методы испытаний.

7. Вес партии устанавливается не свыше 20 *т* при единовременной отгрузке. Количество менее 20 *т* считается отдельной партией. Партия должна содержать графит П только одной марки.

8. Для установления качества графита от каждой партии из разных мест отбирают 10% мешков. Остаток количеством менее 5 мешков не учитывается; при остатке, состоящем от 5 мешков и более, отбирают еще 1 мешок. От каждого отобранного мешка, из трех разных мест при помощи щупа отбирают пробу весом около 0,1 *кг*.

9. Отобранные таким образом пробы соединяют, тщательно перемешивают и способом квартования сокращают до остатка весом около 1 *кг*.

10. Полученную таким образом среднюю пробу делят на две равные части, из которых одну помещают в пакет из плотной бумаги и используют для испытаний, а другую — в стеклянную банку с притертой пробкой или в пакет из плотной бумаги, опечатывают и хранят в лаборатории в течение трех месяцев на случай арбитражных испытаний.

Запечатанную банку или запечатанный пакет снабжают надписью, в которой указывают номер партии, дату отбора пробы, фамилию лица, отбиравшего пробу, марку графита, номер и дату испытания по лабораторному журналу, номер вагона и железнодорожной накладной, наименование и адрес потребителя.

11. Отобранную по пп. 8 и 9 пробу подвергают испытаниям методами, описанными ниже, на соответствие поставляемого графита техническим требованиям настоящего стандарта. Результаты испытаний записывают в лабораторный журнал.

12. В случае несоответствия результатов испытаний требованиям настоящего стандарта, производят повторное испытание пробы, отобранной тем же порядком от удвоенного количества мешков. Если и при повторном испытании проба не будет соответствовать хотя бы по одному из показателей настоящего стандарта, вся партия подлежит забракованию.

13. Выбор лаборатории для арбитражных испытаний производится по соглашению сторон.

III. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

Взятие навески для определения влажности и подготовка пробы для анализа.

14. Пробу, поступившую в лабораторию, вскрывают и помещают в стеклянную банку с притертой пробкой емкостью 1 *л*, тщательно перемешивают, переворачивают банку в различных направлениях в течение 3—5 *мин*, после чего открывают банку, берут из нее около 5 *г* графита, помещают в стаканчик с притертой крышкой, предварительно высушенный до постоянного веса, и взвешивают с точностью до 0,0002 *г*. Все эти операции необходимо производить возможно быстрее, чтобы избежать потери влаги. Содержание влаги во взятой навеске определяют согласно п. 15.

Оставшуюся часть пробы перемешивают, сокращают способом квартования до 100—120 *г*, которые идут для химического анализа, а остаток используют для остальных определений.

15. Определение содержания влаги. Навеску графита около 5 *г* высушивают в сушильном шкафу при температуре 105—110° С в течение 2 *ч*. Затем навеску с графитом вынимают из шкафа, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают. После взвешивания производят контрольные просушивания, продолжительностью 30 *мин* каждое до тех пор, пока разность в весе при двух последовательных взвешиваниях будет менее 0,01 *г*. Для расчета принимают последний вес.

Все взвешивания производят с точностью до 0,0002 *г*. Во время сушки в шкафу стаканчик с графитом должен быть с открытой крышкой, а при охлаждении и взвешивании — с закрытой.

Содержание влаги в процентах (W^a) вычисляют по формуле:

$$W^a = \frac{G_1 \cdot 100}{G},$$

где:

G_1 — убыль в весе при высушивании графита в *г*;

G — вес взятой навески в *г*.

16. Определение содержания летучих веществ. Навеску в 2—3 *г* графита, предварительно высушенного в соответствии с п. 15, прокаливают в муфельной печи при температуре 400° С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Прокаливание повторяют до тех пор, пока разность в весе при двух последовательных контрольных прокаливаниях будет менее 0,001 *г*.

Все взвешивания производят с точностью до 0,0002 *г*. Содержание летучих веществ в процентах (V^c) вычисляют по формуле:

$$V^c = \frac{G_1 \cdot 100}{G},$$

где:

G_1 — убыль в весе при прокаливании графита в *г*;

G — вес взятой навески до прокаливания в *г*.

Определение содержания летучих веществ разрешается пропроизводят параллельно в двух навесках. Расхождение между параллельными определениями не должно быть более 0,1%.

Определение содержания летучих веществ разрешается производить также в навеске невысушенного графита с последующим вычитанием процента содержания влаги.

17. Определение содержания золы. Навеску графита в 2—3 *г*, высушенного в соответствии с п. 15, помещают в предварительно прокаленную и взвешенную фарфоровую лодочку (тигель) и прокаливают в электрической (трубчатой) печи или муфеле при температуре 900—1000° С. По окончании прокаливания лодочку с зольным остатком вынимают из печи, охлаждают сначала на воздухе в течение 5 *мин*, затем в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают. После этого производят контрольные прокаливания зольного остатка, продолжительностью 15 *мин* каждое, до тех пор, пока разность в весе при двух последовательных взвешиваниях будет менее 0,001 *г*. Для расчета принимают последний вес.

Все взвешивания производят с точностью до 0,0002 *г*.

Содержание золы в процентах (A^c) в графите вычисляют по формуле:

$$A^c = \frac{G_1 \cdot 100}{G},$$

где:

G_1 — вес зольного остатка в *г*;

G — вес взятой навески в *г*.

Определение содержания золы по каждой пробе производят параллельно в двух навесках.

Расхождение между параллельными определениями не должно быть более 0,4%.

18. Определение содержания серы (арбитражный метод). Все данные химического анализа вычисляют на навеску, высушенную при 105 — 110°С. Поэтому навески берут или из материала, высушенного при 105 — 110°С до постоянного веса, или же одновременно со взятием навески для химического анализа берут навеску, в которой определяют влагу по п. 15. В этом случае на основании полученных результатов первую навеску пересчитывают на высушенную при 105—110°С по следующей формуле:

$$G_1 = \frac{G(100 - W^a)}{100},$$

где:

G_1 — навеска, высушенная при 105—110°С, в *г*;

G — вес взятой навески в *г*;

W^a — содержание влаги в испытуемой пробе в %.

Применяемые реактивы и растворы

1) Окись цинка.

2) Углекислый натрий безводный, «ч. д. а.», по ГОСТ 83—63.

3) Соляная кислота крепкая (уд. в. 1,19), «ч. д. а.», по ГОСТ 3118—67.

4) Хлористый барий, «х. ч.» или «ч. д. а.», по ГОСТ 4108—65, 10%-ный водный раствор.

5) Азотнокислое серебро по ГОСТ 1277—63, 3%-ный водный раствор.

6) Серная кислота крепкая (уд. в. 1,84), «ч. д. а.», по ГОСТ 4204—66.

Ход анализа

Навеску около 1 *г* тщательно измельченного графита помещают в агатовую ступку, прибавляют 6—7 *г* смеси окиси цинка и сухой безводной соды (4 части ZnO, одну часть Na_2CO_3) и хорошо перемешивают пестиком.

Содержимое ступки переносят затем без потерь в фарфоровый тигель, под который подложен лист черной глянцевой бумаги, насыпают в ступку новую порцию смеси $ZnO + Na_2CO_3$ (около 1 *г*), перемешивают пестиком, захватывая все приставшие к ступке частицы, и переносят в тот же тигель. Это повторяется еще один или два раза с новыми порциями смеси, пока смесь после растирания в ступке не будет оставаться белого цвета.

Затем ставят тигель в отверстие, проделанное в широком, косо поставленном, асбестовом листе, накрывают не слишком плотно крышкой и нагревают примерно 1,5 *ч* на обыкновенной горелке с дутьем или в электрической муфельной печи. Дав тиглю остыть,

переносят спекшуюся массу в стакан, приставшие к стенкам тигля частицы выщелачивают водой, для чего наливают ее в тигель, доводят до кипения, а затем сливают в стакан с основной массой. Приливают в стакан 100—150 *мл* воды, накрывают часовым стеклом, кипятят несколько минут на сетке и фильтруют сквозь фильтр средней плотности с белой полоской. Осадок на фильтре хорошо промывают горячей водой.

Если фильтрат получается несколько мутным от прошедшей сквозь фильтр окиси цинка, на это не сбращают внимания.

Фильтр с осадком высушивают, переносят в тот же фарфоровый тигель, озоляют, прибавляют 1—1,5 *г* безводной соды, тщательно перемешивают и повторяют прокаливание, обработку водой, фильтрование и промывание по приведенному выше способу.

К соединенным фильтратам, закрыв стакан часовым стеклом, осторожно через носик стакана приливают разбавленную до 2 н соляную кислоту до кислой реакции (пользуясь индикатором) с небольшим (1—2 *мл*) избытком. Поставив стакан на сетку, нагревают до удаления всего CO_2, после чего, смыв с часового стекла приставшие к нему капли обратно в стакан, осаждают серную кислоту, добавляя по каплям к горячему раствору 10%-ный раствор хлористого бария, перемешивая стеклянной палочкой. Обычно для полноты осаждения достаточно 2,5—3 *мл*.

Стакан с осадком ставят на несколько часов на водяную баню или, лучше всего, оставляют на ночь. Отстоявшуюся в стакане жидкость фильтруют через плотный беззольный фильтр (голубая полоска). Осадок переносят из стакана на тот же фильтр и промывают горячей водой на фильтре до полного удаления ионов хлора.

Для определения полноты удаления ионов хлора берут в пробирку 3—5 *мл* из последней порции фильтрата и добавляют к нему 3—4 капли раствора азотнокислого серебра. Если при этом не выпадает осадок хлористого серебра или образуется только легкая опалесценция, промывку считают законченной, в противном случае промывку осадка продолжают.

Влажный фильтр с осадком сернокислого бария переносят во взвешенный платиновый или фарфоровый тигель, предварительно прокаленный до постоянного веса. Фильтр слегка уплотняют и, осторожно подогревая тигель на плитке или горелке, высушивают, затем обугливают, не допуская его воспламенения. Тигель прокаливают до постоянного веса и вычисляют вес полученного сернокислого бария.

Для получения точных результатов необходимо ввести поправку на чистоту реактивов, влияние солей щелочных металлов на осаждение $BaSO_4$ и т. д.

Для этого проводят контрольный опыт: в другой тигель помещают такое же количество смеси $ZnO+Na_2CO_3$, какое применялось

для разложения графита, и прокаливают этот тигель столько же времени и в тех условиях, в каких прокаливался тигель с исследуемым веществом. После выщелачивания содержимого тигля водой и фильтрования подкисляют фильтрат соляной кислотой и приливают из бюретки 0,1 н раствор серной кислоты в таком количестве, чтобы содержание серы в этом растворе стало приблизительно равным содержанию ее в графите.

Титр серной кислоты должен быть предварительно установлен ацидометрически или осаждением хлористым барием. Затем осаждают раствор хлористым барием так же, как и при обработке пробы. Осадок $BaSO_4$ прокаливают и взвешивают. Вычтя из найденного количества $BaSO_4$ то, которое отвечает введенному количеству 0,1 н H_2SO_4, получают поправку.

Содержание серы в графите ($S^c_{об}$) в процентах вычисляют по формуле:

$$S^c_{об} = \frac{(G_1 - G_2 + G_3)\,0{,}1373 \cdot 100}{G},$$

где:

G_1 — вес сернокислого бария, полученного при рабочем опыте, в *г*;

G_2 — то же, в контрольном опыте;

G_3 — количество сернокислого бария в *г*, отвечающее количеству введенной в контрольном опыте 0,1 н серной кислоты;

0,1373 — коэффициент для пересчета веса сернокислого бария на вес серы;

G — вес взятой навески графита в *г*.

19. Определение содержания серы методом сжигания. Метод основан на сжигании навески графита в токе воздуха и окислении сернистого ангидрида раствором перманганата по реакции:

$$2KMnO_4 + 5SO_2 + 3H_2SO_4 = K_2SO_4 + 2MnSO_4 + 5SO_3 + 3H_2O.$$

Применяемые реактивы и растворы

1) Серная кислота крепкая (уд. в. 1,84), «ч. д. а.», по ГОСТ 4204—66, 10—20%-ный водный раствор.

2) Марганцовокислый калий, «ч. д. а.», по ГОСТ 4527—65, 0,01 н раствор.

3) Хромовая смесь.

4) Натронная известь, по ГОСТ 4455—48.

5) Хлористый кальций, «ч. д. а.», по ГОСТ 4161—67.

Аппаратура и посуда

1) Склянка Тищенко с хромовой смесью и пустая для улавливания брызг хромовой смеси.

2) Две U-образные трубки или колонка с прокаленным хлористым кальцием и натронной известью.

3) Реометр.

4) Трубчатая горизонтальная электропечь, рассчитанная на нагрев до 1200° С.

5) Трубка фарфоровая, длиной не менее 0,5 *м*, с внутренним диаметром 18—20 *мм*.

6) Газопромыватель № 1 диаметром 15 или 25 *мм*.

7) Поглотительный сосуд (приемник).

8) Каплеуловитель.

9) Бюретка.

10) Регулятор давления (винтовой зажим Гофмана).

11) Водоструйный насос.

12) Фарфоровые лодочки по размеру фарфоровой трубки.

13) Шомпол с крючком на одном конце и сделанным перпендикулярно шомполу по размеру фарфоровой трубки колечком на другом конце.

Подготовка к проведению анализа

Прибор собирается по следующей схеме:

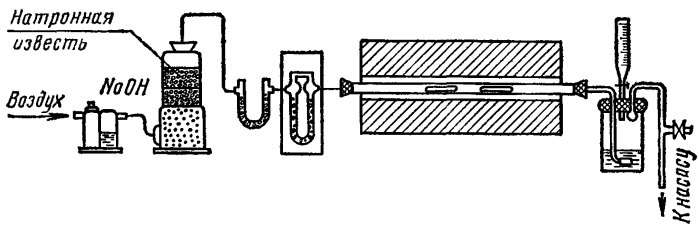


Схема сборки приборов

В печь вставляют фарфоровую трубку так, чтобы конец ее, обращенный к поглотительному сосуду, выступал от края печи на 100 *мм*. Трубку закрывают с обеих сторон резиновыми пробками, в которых просверливают отверстия для стеклянных трубок.

У резиновой пробки приемника для удобства срезают верхнюю часть и проделывают три отверстия: для ножки газопромывателя, для каплеуловителя и для носика бюретки.

Склянки Тищенко соединяют между собой или с U-образными трубками; U-образные трубки или колонку — с реометром; реометр — через стеклянную трубку и пробку — с фарфоровой трубкой; последнюю (с другого конца печи) — с газопромывателем; каплеуловитель через тройник соединяют толстостенной резиновой трубкой с водоструйным насосом. На третий конец тройника надевают мягкую резиновую трубку с винтовым зажимом Гофмана для регулирования скорости подачи в трубчатую печь.

Собранный прибор должен быть проверен на герметичность.

При закрытом зажиме весь воздух просасывают водоструйным насосом через фарфоровую трубку для сжигания. Открывая зажим, впускают воздух из комнаты через боковой отвод и уменьшают таким путем скорость прохождения воздуха по трубке, отчего столбик воды в реометре падает.

Реометр градуируют и проверяют по аспиратору. Для очищения поступающего в фарфоровую трубку воздуха, его предварительно пропускают через хромовую смесь, натронную известь и хлористый кальций.

Пробки, закрывающие фарфоровую трубку, периодически меняют, так как после нескольких нагреваний печи они твердеют и герметичность аппарата нарушается.

Ход анализа

Навеску около 1 *г* графита помещают в предварительно прокаленные и взвешенные с точностью до 0,0002 *г* две фарфоровые лодочки и распределяют его в лодочке равномерным слоем.

В приемник наливают 10—20%-ный раствор серной кислоты на 2—3 *см* выше пористой пластинки газопромывателя и добавляют из бюретки 0,01 н раствор перманганата до слабо-розового окрашивания.

Раскаленную в трубчатой электрический печи до красного или лучше до белого каления фарфоровую трубку соединяют с реометром и газопромывателем согласно схеме. Затем включают водоструйный насос и регулируют скорость подачи воздуха по реометру на 0,5—0,8 *л* в 1 *мин*. Когда кислота в течение нескольких минут перестанет обесцвечиваться, приступают к выполнению самого анализа.

Спускают в приемник из бюретки 4—5 *мл* 0,01 н раствора перманганата от нулевого деления бюретки, не выключая насоса, быстро открывают фарфоровую трубку со стороны реометра, шомполом вдвигают обе лодочки примерно на середину печи, закрывают пробку и следят за окраской раствора, добавляя перманганат по мере обесцвечивания.

Сгорание серы происходит, в основном, в течение первых минут. Сжигание ведут около 30 *мин* в зависимости от температуры печи.

На следы несгоревшего графита не следует обращать внимания.

Несколько определений проводится без замены кислоты в приемнике.

Содержание серы в графите ($S_г^c$) в процентах вычисляют по формуле:

$$S_г^c = \frac{V \cdot 0{,}00016 \cdot 100}{G_1 - G_2} = \frac{0{,}016 \cdot V}{G},$$

где:

V — объем точно 0,01 н раствора $KMnO_4$, израсходованного на окисление сернистого ангидрида, в *мл*;

G — навеска графита в *г*;

G_1 — вес лодочек с навеской графита в *г*;

G_2 — вес двух пустых лодочек в *г*;

0,00016 — количество серы, соответствующее 1 *мл* точно 0,01 н раствора $KMnO_4$, в *г*.

Производят два параллельных определения, из которых выводят среднее арифметическое, округляемое до сотых долей процента.

Допустимое расхождение между двумя параллельными определениями должно быть не более 0,02%.

В случае недопустимого расхождения между двумя определениями, производится третье определение.

Примечания:

1. Остаток в лодочках можно использовать для определения содержания золы в графите путем дальнейшего прокаливания до постоянного веса.

2. Ввиду незначительного содержания серы в графите определенное значение серы горячей ($S^{c}_{г}$) принимают за содержание общей серы ($S^{c}_{об}$).

20. Определение реакции водной вытяжки

Применяемые реактивы и растворы

1) Метиловый красный по ГОСТ 5853—51;

2) Фенолфталеин по ГОСТ 5850—51;

3) Соляная кислота крепкая (уд. в. 1,19), «ч. д. а.», по ГОСТ 3118—67, 0,01 н раствор.

Ход анализа

Навеску 2 *г* графита кипятят в 20—40 *мл* дистиллированной воды в течение 15 *мин* в стакане, накрытом часовым стеклом. Водную вытяжку отфильтровывают, делят на две части и в одну из них приливают раствор метилового красного (индикатора), а в другую — раствор фенолфталеина. В обоих случаях для графита Завальевского и Тайгинского месторождений реакция вытяжки должна быть нейтральная.

Для графита Ботогольского месторождения допускается щелочность до 0,001% в пересчете на NaOH, определяемая титрованием 0,01 н раствором соляной кислоты. Вода, применяемая для определения нейтральности, испытывается в тех же условиях и теми же индикаторами.

21. Определение тонины помола производится на приборе, производящем механическое просеивание с автоматическим встряхиванием сит.

Для этого из отобранной пробы берут 100 *г* графита, помещают на сито и просеивают в течение 15 *мин*. По окончании просеивания оставшийся на сите графит ссыпают на лист бумаги, обметая сито мягкой кистью и взвешивают. Полученный вес в граммах выражает остаток на сите в процентах.

Просеивание производят сквозь сита, имеющие размеры стороны ячейки в свету 0,20 и 0,16 *мм*. Допускается раздавливание комочков графита при помощи мягкой кисти.

Все взвешивания производят с точностью до 0,01 *г*.

Примечание. При отсутствии механического сита, ситовый анализ разрешается производить вручную. В протоколе испытаний должно быть указано, каким методом производится анализ.

22. Определение зерен кварца. Остаток графита, не прошедший сквозь сито с отверстием 0,16 *мм* (сито № 016), после взвешивания согласно п. 21 просматривают в монокулярную телескопическую лупу М—ЛМ. При обнаружении зерен кварца с размерами более 0,16 *мм* вся партия графита бракуется.

23. Вычисление содержания углерода на сухую массу (C^c) в процентах производится по следующей формуле:

$$C^c = 100 - A^c - V^c,$$

где:

A^c — найденное содержание золы в испытуемой пробе в %;

V^c — найденное содержание летучих веществ в испытуемой пробе в %.

IV. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА И ДОКУМЕНТАЦИЯ

24. Графит П упаковывают в бумажные непропитанные четырехслойные мешки (ГОСТ 2227—65) весом до 40 *кг*.

25. На каждом мешке должна быть нанесена несмываемой краской через трафарет надпись с обозначением завода-изготовителя, марки графита, номера партии и порядкового номера мешка.

26. Каждая партия графита П должна сопровождаться документом, в котором должны быть указаны:

а) номер и дата выдачи документа;

б) наименование поставщика и его адрес;

в) марка графита;

г) номер партии;

д) вес и количество мест в партии;

е) данные качественной характеристики графита по химическому и гранулометрическому составу;

ж) номер настоящего стандарта.

V. ХРАНЕНИЕ И ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ

27. Графит П должен перевозиться в чистых крытых вагонах с закрытыми люками и храниться в закрытых сухих помещениях.

Хранение графита П россыпью не допускается.

Замена

ГОСТ 83—63 введен взамен ГОСТ 83—41.
ГОСТ 1277—63 введен взамен ГОСТ 1277—41.
ГОСТ 2227—65 введен взамен ГОСТ 2227—51.
ГОСТ 3118—67 введен взамен ГОСТ 3118—46.
ГОСТ 4108—65 введен взамен ГОСТ 4108—48.
ГОСТ 4161—67 введен взамен ГОСТ 4161—48.
ГОСТ 4204—66 введен взамен ГОСТ 4204—48.
ГОСТ 4527—65 введен взамен ГОСТ 4527—48.

gost.e-ecolog.ru