

# ГРАФИТ

## МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТИ

Издание официальное

БЗ 9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
Москва

**ГРАФИТ****Методы определения удельной поверхности**Graphite.  
Methods for the determination of specific surface**ГОСТ  
13144—79**

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<sup>3</sup> по ГОСТ 29251;

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

колбы или стаканы вместимостью 150 и 1000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 23932;колбу мерную вместимостью 1000 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>); готовят следующим образом: 3 г метиленового голубого, высушенного при 105—110 °С до постоянной массы, помещают в стакан вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, приливают 600—700 см<sup>3</sup> горячей воды и нагревают при перемешивании, не допуская кипения, до полного растворения.

Раствор охлаждают и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, приливают 20—25 см<sup>3</sup> воды, перемешивают суспензию на магнитной мешалке и при перемешивании добавляют

## С. 2 ГОСТ 13144—79

1 см<sup>3</sup> 5 н. серной кислоты. Суспензию титруют раствором метиленового голубого со скоростью 0,1 см<sup>3</sup> 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<sup>2</sup>/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<sup>3</sup>;

$C$  — концентрация метиленового голубого, израсходованного на титрование, см<sup>3</sup>;

$N$  — 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<sup>2</sup>;

$m$  — 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 X-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  $\frac{1}{3}$  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 входу детектора по теплопроводности подсоединяют резиновый шланг для отвода газа-носителя в смеси с адсорбатом за пределы помещения.

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<sup>2</sup>).

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

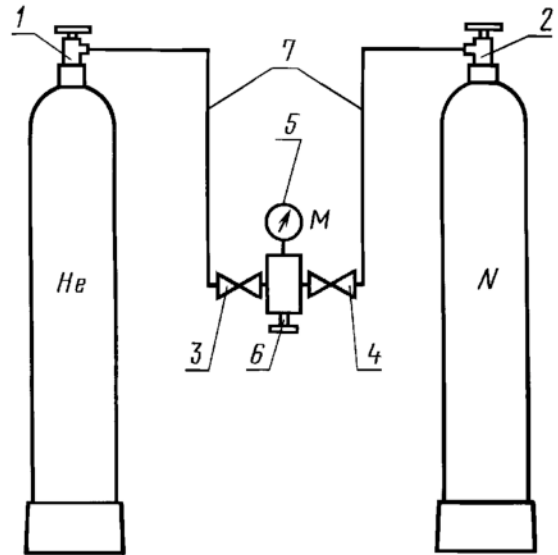
Переключатель рода работ ставят в положение, при котором включается сигнальная лампа «ДТП».

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

Включают электронный потенциометр, предварительно заправив его чернилами и бумагой.

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

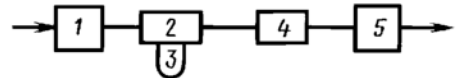
### Установка для приготовления газовой смеси



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