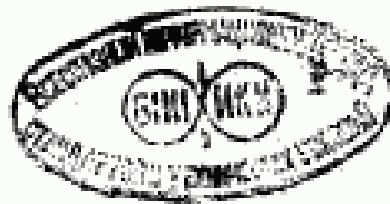


МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МИКРОТАЛЬК
МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДИСПЕРСИОННОГО СОСТАВА

Издание официальное

БЗ 2—94 2.3.60



**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ**
Минск

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Госстандартом России

ВНЕСЕН Техническим секретариатом Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 21 октября 1993 г.

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Кыргызстан	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикистандарт
Туркменистан	Туркменглавгосинспекция
Украина	Госстандарт Украины

3 ВВЕДЕН ВЗАМЕН ГОСТ 19283—81

© Издательство стандартов, 1995

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Технического секретариата Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МИКРОТАЛЬК

Методы определения дисперсионного состава

Microtalc. Methods for determination
of dispersion composition

ГОСТ

19283—93

ОКСТУ 5709

Дата введения 01.01.95

Настоящий стандарт распространяется на микроталек и устанавливает седиментационный и электропреципитационный методы определения дисперсного состава. При разногласиях между изготовителем и потребителем в оценке качества микроталек используют электропреципитационный метод.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

- 1.1. Отбор проб — по ГОСТ 19730.
- 1.2. Общие требования к методам определения дисперсного состава — по ГОСТ 19728.0.

2. СЕДИМЕНТАЦИОННЫЙ МЕТОД

2.1. Сущность метода заключается в распределении частиц микроталек по размеру в зависимости от времени их оседания в водной среде с последующим взвешиванием полученных фракций и определением массовой доли каждой фракции.

2.2. Аппаратура и реактивы

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

Прибор пипеточный ЛПОТ типа ПП-1 конструкции Ленинградского института охраны труда или установка по ГОСТ 9808, п. 5.12.1.

Шкаф сушильный электрический с номинальной температурой нагрева 250°C.

Секундомер по ТУ 25—1819.0021 или ТУ 25—1894.003.

Баня песчаная.

Тигли фарфоровые № 3 по ГОСТ 9147.

Издание официальное

Чаши выпарительные № 1 по ГОСТ 9147.

Термометр стеклянный по ГОСТ 28498 с пределами измерения температуры 10—30°C и ценой деления 0,5°C.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Сито с сеткой № 0045 по ГОСТ 6613.

Воронки простые конусообразные с коротким стеблем № 2, 5 по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Вещество вспомогательное ОП-10 по ГОСТ 8433.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. Время отбора проб фракций заданной крупности в зависимости от температуры суспензии, плотности микроталька и глубины отбора пробы выбирают по табл. 1 или вычисляют по формуле, приведенной в приложении.

Таблица 1

Зависимость времени отбора проб от диаметра частиц талька, плотности и температуры при различной глубине отбора

Температура, °С	Плотность, кг/м ³	Глубина отбора, диаметр частиц, время отбора			
		0,10 м	0,050 м	0,08 м	0,02 м
		20 мкм	10 мкм	5 мкм	2 мкм
		мин с	мин с	мин с	мин с
18	2800	4 20	17 3	57 24	1 20 42
20		4 16	16 13	54 38	1 25 23
22		4 4	15 28	52 4	1 21 22
24		3 53	14 45	49 42	1 17 39
26		3 47	14 6	47 30	1 14 13
28		3 33	13 29	45 27	1 11 1
18	2900	4 15	16 9	54 23	1 24 59
20		4 3	15 22	51 45	1 20 52
22		3 51	14 39	49 20	1 17 5
24		3 41	13 59	47 5	1 13 34
26		3 31	13 21	45 —	1 10 19
28		3 22	12 47	43 3	1 7 16
18	2950	1 8	15 44	52 59	1 22 48
20		3 56	11 58	50 26	1 18 48
22		3 45	14 16	48 4	1 15 6
24		3 35	13 37	45 52	1 11 41
26		3 25	13 1	43 51	1 8 30
28		3 16	12 27	41 57	1 5 33

Примечание. Время отбора фракции 10 мкм рассчитано с учетом среднего понижения высоты уровня зеркала суспензии на 0,005 м.

2.3.2. После отбора проб определяют среднее понижение высоты уровня зеркала суспензии. Для этого цилиндр устанавливают в строго вертикальном положении, заполняют дистиллированной водой до верхней метки (500 см³) и отбирают калиброванной пипеткой по 10 см³ до тех пор, пока уровень зеркала воды не понизится на 2—3 см.

Общее положение уровня зеркала воды, измеренное с погрешностью $\pm 0,5$ мм, делят на число отобранных проб и получают среднее понижение высоты уровня зеркала воды при отборе одной пробы. Полученное значение уровня понижения зеркала воды в цилиндре соответствует понижению уровня суспензии.

2.3.3. При проведении анализа температура суспензии должна быть постоянной. Допускаемое колебание температуры воздуха в помещении $\pm 2^\circ\text{C}$.

2.3.4. Плотность микроталька определяют по ГОСТ 19728.21.

2.4. Проведение анализа

Навеску талька массой 5 г помещают в выпарительную чашу, приливают 5 см³ этилового спирта и перемешивают стеклянной палочкой до однородной массы. В полученную суспензию приливают немного воды, перемешивают, количественно переносят в цилиндр пипеточного прибора через сито с сеткой № 0045 с помощью стеклянной палочки с резиновым наконечником и добавляют 7,5 см³ 2%-ного раствора ОП-10. Приливают воду до метки.

Остаток на сите смывают водой из промывалки в выпарительную чашу, сушат до постоянной массы и взвешивают.

Суспензию в цилиндре перемешивают мешалкой 1 мин, включают секундомер, цилиндр быстро ставят в заранее фиксированное положение и опускают пипетку для первого отбора пробы. Продолжительность отбора суспензии должна составлять около 30 с. Начинают отбор пробы за 15 с до установленного момента времени взятия пробы. Для каждой крупности талька отбирают одну пробу объемом 10 см³.

Каждую пробу суспензии переносят в предварительно высушенные до постоянной массы фарфоровые тигли. После взятия каждой пробы пипетку промывают водой над тиглем. Избыток воды выпаривают на песчаной бане и остаток высушивают в сушильном шкафу до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Время контрольного взвешивания 30 с.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Массовую долю фракций определяемой крупности материала (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m},$$

где m_1 — масса сухой пробы в суспензии, отобранной пипеткой, г;
 V — объем суспензии в цилиндре, см^3 ;
 V_1 — объем суспензии в пипетке, см^3 ;
 m — масса навески за вычетом остатка на сите № 0045, г.

Массу диспергатора 0,0004 г при расчете содержания фракции не учитывают.

2.5.2. Расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать 3%.

Если расхождение между результатами двух параллельных определений превышает приведенное значение, определение повторяют.

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

3. ЭЛЕКТРОПРЕЦИПИТАЦИОННЫЙ МЕТОД

3.1. Сущность метода заключается в последовательном переводе пробы микроталька в аэрозольное состояние — электризации частиц — электростатической классификации заряженных частиц по дифференциальным фракциям крупности и измерении совокупных зарядов фракций частиц различной крупности, осажденных на индукционных датчиках.

3.2. Аппаратура и реактивы

Весы лабораторные 3-го класса точности с погрешностью взвешивания не более 0,0005 г по ГОСТ 24104.

Прибор для определения дисперсного состава порошков ЭИП-11Т по ТУ 21—25—302.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Пластина из стекла толщиной 3—5 мм по ГОСТ 111.

3.3. Подготовка к анализу

3.3.1. 2—3 г микроталька, подготовленного по ГОСТ 19728.0, насыпают на стеклянную пластину, перемешивают и распределяют по поверхности ровным слоем толщиной 2—3 мм.

Дозатором, имеющимся в комплекте прибора, установленным вертикально к поверхностям пластины, отбирают пробу микроталька и в виде таблетки массой 0,008—0,010 г вводят в бункер диспергатора. Пробу микроталька со стеклянной пластины отбирают дозатором из разных точек методом случайной выборки.

3.3.2. Дисперсный состав микроталька определяют параллельно на четырех пробах.

3.4. Проведение анализа

3.4.1. Измерение дисперсного состава микроталька, проверку функционирования прибора и чистку прибора проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора ЭИП-11Т.

3.4.2. Измерительную линию прибора очищают перед каждой серией (4—10) измерений.

3.4.3. Проверку функционирования прибора проводят по отраслевым стандартным образцам размера частиц периодически, не реже 1 раза в месяц.

3.5. Обработка результатов

3.5.1. Результаты измерения дисперсного состава в интегральном или дифференциальном виде выражают в процентах поверхностного распределения частиц, выраженных целым числом.

Методика обеспечивает выполнение измерений с суммарной погрешностью, не превышающей 15% (основная погрешность 10%, дополнительная погрешность 5%).

3.5.2. Расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать $\pm 3\%$ (рассчитывают как среднее квадратическое отклонение).

Если расхождение между результатами параллельных определений превышает приведенное значение, проводят новую серию измерений.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов четырех последних параллельных определений.

3.5.3. Для получения результатов в процентах массового распределения частиц, т. е. для сопоставления результатов, полученных с применением прибора ЭИП-11Т, с результатами, полученными с применением пипетки ЛИОТ, показания прибора в дифференциальном виде необходимо умножить на коэффициенты:

1,4 — для фракции 20—10 мкм;

1,7 — для фракции 10—5 мкм;

2,0 — для фракции 5—2 мкм.

Полученные результаты округляют до целого числа в соответствии с СТ СЭВ 543.

РАСЧЕТ ВРЕМЕНИ ОСАЖДЕНИЯ ЧАСТИЦ МИКРОТАЛЬКА

Время осаждения (t) частиц анализируемого материала заданного диаметра эквивалентной сферы на глубину от уровня зеркала суспензии вычисляют по формуле

$$t = K \cdot h \left(\frac{2}{d} \right)^2,$$

где h — высота осаждения частиц, м;
 d — диаметр эквивалентной сферы, м;
 K — постоянная для данной суспензии, вычисляемая по формуле

$$K = \frac{g \cdot \eta}{2g(\rho_T - \rho_{ж})},$$

где η — динамическая вязкость суспензии, Па·с;
 g — ускорение свободного падения тел, равное 9,81 м/с²;
 ρ_T — плотность микроталька, кг/м³;
 $\rho_{ж}$ — плотность жидкости, кг/м³.

Постоянную K в зависимости от температуры воды и плотности микроталька выбирают по табл. 2.

Таблица 2

Температура, °С	Постоянная K для микроталька плотностью, кг/м ³			
	2700	2800	2900	3000
15	3,0761·10 ⁻⁷	2,9052·10 ⁻⁷	2,7523·10 ⁻⁷	2,6147·10 ⁻⁷
16	2,9978·10 ⁻⁷	2,8313·10 ⁻⁷	2,6823·10 ⁻⁷	2,5481·10 ⁻⁷
17	2,9223·10 ⁻⁷	2,7599·10 ⁻⁷	2,6147·10 ⁻⁷	2,4839·10 ⁻⁷
18	2,8494·10 ⁻⁷	2,6911·10 ⁻⁷	2,5495·10 ⁻⁷	2,4220·10 ⁻⁷
19	2,7793·10 ⁻⁷	2,6249·10 ⁻⁷	2,4867·10 ⁻⁷	2,3624·10 ⁻⁷
20	2,7118·10 ⁻⁷	2,5612·10 ⁻⁷	2,4263·10 ⁻⁷	2,3050·10 ⁻⁷
21	2,6470·10 ⁻⁷	2,5000·10 ⁻⁷	2,3684·10 ⁻⁷	2,2500·10 ⁻⁷
22	2,5847·10 ⁻⁷	2,4411·10 ⁻⁷	2,3126·10 ⁻⁷	2,1970·10 ⁻⁷
23	2,5251·10 ⁻⁷	2,3848·10 ⁻⁷	2,2593·10 ⁻⁷	2,1463·10 ⁻⁷
24	2,4668·10 ⁻⁷	2,3297·10 ⁻⁷	2,2071·10 ⁻⁷	2,0968·10 ⁻⁷
25	2,4115·10 ⁻⁷	2,2775·10 ⁻⁷	2,1576·10 ⁻⁷	2,0498·10 ⁻⁷
26	2,3575·10 ⁻⁷	2,2265·10 ⁻⁷	2,1094·10 ⁻⁷	2,0039·10 ⁻⁷
27	2,3057·10 ⁻⁷	2,1776·10 ⁻⁷	2,0630·10 ⁻⁷	1,9598·10 ⁻⁷
28	2,2558·10 ⁻⁷	2,1305·10 ⁻⁷	2,0183·10 ⁻⁷	1,9174·10 ⁻⁷
29	2,2072·10 ⁻⁷	2,0846·10 ⁻⁷	1,9749·10 ⁻⁷	1,8761·10 ⁻⁷
30	2,1605·10 ⁻⁷	2,0405·10 ⁻⁷	1,9331·10 ⁻⁷	1,8365·10 ⁻⁷

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 111—90	3.2
ГОСТ 6613—86	2.2
ГОСТ 6709—72	2.2
ГОСТ 8433—81	2.2
ГОСТ 9147—80	2.2
ГОСТ 9808—84	2.2
ГОСТ 18300—87	2.2, 3.2
ГОСТ 19728.0—74	1.2, 3.3.1
ГОСТ 19728.21—88	2.3.4
ГОСТ 19730—74	1.1
ГОСТ 24104—88	2.2
ГОСТ 25336—82	2.2
ГОСТ 28498—90	2.2
СТ СЭВ 543—77	3.5.3
ТУ 21—25—302—87	3.2
ТУ 25—1819.0021—90	2.2
* ТУ 25—1894—003—90	2.2

Редактор **М. И. Максимова**
Технический редактор **В. Н. Прусанова**
Корректор **Н. Л. Шнайдер**

Слано в набор 04.11.94. Подп. в печ. 06.12.94. Усл. печ. л. 0,58. Усл. кр.-отт. 0,58.
Уч.-изд. л. 0,50. Тир. 313 экз. С. 1998.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107976, Москва, Колосовский пер., 14.
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 322