ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

БИТУМИНОЗНЫЙ УГОЛЬ И АНТРАЦИТ

МЕТОДЫ ПЕТРОГРАФИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Часть 4. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МИКРОЛИТОТИПНОГО, КАРБОМИНЕРИТНОГО И МИНЕРИТНОГО СОСТАВА

ГОСТ 28823—90
(ИСО 7404/4—88)

Издание официальное



25 коп. БЗ 1—91/22

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО УПРАВЛЕНИЮ
КАЧЕСТВОМ ПРОДУКЦИИ И СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 622.33.001.4:006.354 Группа А19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

БИТУМИНОЗНЫЙ УГОЛЬ И АНТРАЦИТ

Методы петрографического анализа

Часть 4. Метод определения микролитотипного, карбоминеритного и минеритного состава

Methods for the petrographic analysis of bituminous coal and anthracite. Part 4 Method of determining microlithotype, carbominerite and minerite composition

ОКСТУ 0309

ГОСТ 28823—90

(ИСО 7404/4—88)

Срок действия с 01.01.92
до 01.01.2002

0. ВВЕДЕНИЕ

0.1. Петрографические анализы признаны в международной практике как имеющие важное значение для решения вопросов генезиса, изменчивости угольных пластов в разрезе и по площади, их выдержанности, метаморфизма и использования угля. Международный Комитет по петрологии угля (МКПУ) разработал рекомендации по номенклатуре и методам анализа и опубликовал обширный справочник с подробным описанием широкого круга углей.

Петрографический анализ индивидуального угля дает информацию о ранге (стадии метаморфизма), мацеральном и микролитотипном составе и распределении минерального вещества в угле. Показатель отражения витринита является надежной характеристикой ранга (стадии метаморфизма) угля, а распределение показателя отражения витринита для смеси углей вместе с групповым мацеральным анализом может дать информацию о ряде важных химических и технологических свойств смесей.

Стандарт на метод петрографического анализа применяют для характеристики битуминозных углей и антрацитов при их технологическом использовании.

Информация о номенклатуре и анализе бурых углей и лигнитов содержится в «Международном словаре по петрографии углей», опубликованном МКПУ*.

* Второе издание, 1963 г.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1991

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

0.2. Микролитотипы являются ассоциациями мацералов естественного происхождения, которые характеризуют визуально различные типы углей. Принято идентифицировать микролитотип по группе мацералов или по группам, находящимся на площади размером не менее 50×50 мкм, количество которых равно или более 5 об.%. Следовательно, он может включать один мацерал или группу мацералов, если она превышает эти размеры. Микролитотипы могут включать до 20 об. % глинистых минералов, кварца и карбонатов или до 5 об.% сульфидов. Если содержание минерального вещества превышает эти величины, то исследуемый объект определяют как минерит или карбоминерит в зависимости от соотношения угля и минерального вещества.

Карбоминериты подразделяют в соответствии с типом минерального вещества.

Микролитотипы дают информацию о генезисе угольного пласта и могут содействовать в решении проблем корреляции пласта. Так как микролитотипы, наряду со стадией метаморфизма и минеральными примесями, определяют твердость и плотность угольного вещества, они влияют на поведение углей при добыче и процессах обогащения. Различные микролитотипы определяют, при данных геологических условиях, распределение микротрещин и до некоторой степени кливаж в угле. Результаты мацерального анализа можно интерпретировать более глубоко и полно, зная микролитотипный состав. Такая информация помогает оценить уголь при торговых операциях и в экспериментальных процессах, где, как известно, ассоциации мацералов играют важную роль.

Примечание. Содержание (в объемных процентах) карбонатов, глинистых минералов и кварца, с одной стороны, и сульфидов, с другой, по которому разграничивают карбоминериты и минериты, соответствует плотностям разделения концентрата, промпродукта и шлама при обогащении угля.

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает метод подсчета с использованием окуляров с сеткой с 20 пересечениями линий для определения содержания микролитотипов, карбоминеритов и минеритов в угле. Определения проводятся только на полированных препаратах в отраженном белом свете.

2. ССЫЛКИ

ИСО 7404. Методы петрографического анализа битуминозного угля и антрацита.

Часть 1. Словарь терминов.

Часть 2. Метод приготовления угольных образцов.

Часть 3. Метод определения группового мацерального состава.

Часть 5. Метод определения показателя отражения витринита с помощью микроскопа.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В настоящем стандарте применяются определения, данные в ГОСТ 17070 (ИСО 7404/1).

Наблюдение участков препарата в процессе анализа производится через сетку окуляра.

Примечание. Отнесение участка к отдельному микролитотипу, карбомениту или миниту зависит от присутствия мацералов и/или минерального вещества на 20 пересечениях сетки. Микролитотип выделяется только в том случае, если на частицу угля попадает не менее 10 пересечений.

4. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Исследование под микроскопом в отраженном свете и процедуру подсчета точек производят на представительной пробе угля, подготовленной в виде специального препарата, в соответствии с ГОСТ 9414 (ИСО 7404/2). Идентификацию микролитотипов проводят в иммерсионной среде по их мацеральному составу. Количественное соотношение мацералов устанавливают с помощью окуляра, имеющего решетку с 20 точками пересечений. Крайние линии сетки расположены на расстоянии 50 мкм в направлении оси x (абсцисса) и y (ордината). Использование такой сетки позволяет выполнять анализы при условии минимального содержания 5% и минимального размера угольных частиц 50 мкм.

5. МАТЕРИАЛЫ

Иммерсионная среда, имеющая приемлемый показатель преломления и совместимая с объективом микроскопа.

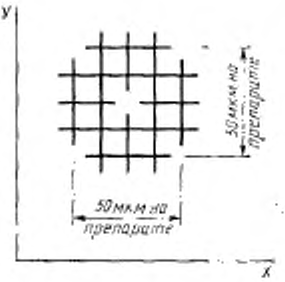
Примечание. Если проводят измерение показателя отражения на том же препарате, то следует использовать иммерсионное масло в соответствии с требованиями ГОСТ 12113 (ИСО 7404/5).

6. АППАРАТУРА

6.1. Микроскоп для проведения измерений в отраженном свете с иммерсионным объективом с увеличением от ×25 до ×60 и окуляром с увеличением от ×8 до ×12. Окуляр должен иметь приспособление для установки пластинки с сеткой.

6.2. Окулярная пластинка с сеткой, имеющей 20 пересечений, как показано на черт. 1. Расстояние между крайними пересечениями в направлении осей x и y составляет соответственно 50 мкм.

Решетка для микролитотипного анализа



Черт. 1

Примечания:

1. При общем числе пересечений, равном 20, мацерал, находящийся под одним пересечением, можно рассматривать как занимающий 5 об.% площади, покрываемой сеткой окуляра.

2. Окулярная пластинка с сеткой предназначена для использования в комбинации со специальным объективом и окуляром. При замене объектива или окуляра необходимо использовать пластинку с сеткой другого размера.

6.3. Механический столик, позволяющий передвигать препарат в направлении оси x с одинаковыми шагами такой длины, что только незначительно малая доля исследуемых частиц подсчитывается более одного раза. Длина шага равна половине максимального диаметра частицы, т. е. 0,5—0,6 мм для препаратов со стандартным верхним пределом размера частиц 1 мм. Столик также может передвигаться на несколько шагов в направлении оси y. Передвижение столика может производиться вручную или автоматически.

6.4. Счетчик, регистрирующий точки каждой категории и преимущественно подсчитывающий общий итог.

6.5. Приспособления для установки образца, включающие предметное стекло, пластилин и пресс для установки поверхности препарата параллельно предметному стеклу.

7. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Вставляют пластинку с сеткой (п. 6.2) в окуляр микроскопа (п. 6.1).

Настраивают микроскоп для работы в отраженном свете (на освещение Кёлера).

Помещают препарат, подготовленный в соответствии с ГОСТ 9414 (ИСО 7404/2), на предметное стекло, а затем на столик микроскопа. Наносят иммерсионное масло на поверхность препарата, производят фокусировку и наблюдают изображение в микроскопе.

Подсчитывают число пересечений, расположенных на угольной частице, чтобы решить, будет ли регистрироваться участок при анализе и если да, то будет ли он отнесен к микролитотипу, карбоминериту или минериту. Если число пересечений на одной угольной частице равно 10 или более, объект должен учитываться при анализе. Если ни одно пересечение не попадает на уголь или минеральное вещество, то наблюдение не учитывают (т. е. не регистрируют). Если число пересечений меньше 10, то объект регистрируют как неустановленную категорию и столик передвигают на один шаг. Число таких отклоненных объектов не должно превышать 10% от общего числа принятых в расчет и отклоненных точек (объектов). Если их доля превышает 10%, значит при подготовке препарата могло быть получено излишнее количество мелочи и следует приготовить новый образец при наличии материала. Если это невозможно, то следует сделать запись в протоколе анализа. Для идентификации мацералов под отдельным пересечением линий применяют методику ГОСТ 9114 (ИСО 7404/3). Критерии для установления приемлемости или отклонения объектов наблюдений приведены на черт. 2.

Если объект наблюдения принят для анализа, подсчитывают число пересечений, расположенных на минеральном веществе. Если число пересечений на минеральном веществе превышает число, указанное в табл. 1 для данного числа пересечений в пределах частицы, материал является карбоминеритом или минеритом.

Таблица 1

Максимально допустимое число пересечений, попадающих на минеральное вещество, при котором объект классифицируется как микролитотип

Число пересечений в пределах частицы	Число пересечений	
	Карбонаты, глинистые минералы, кварц	Сульфиды
16—20	3	0
11—15	2	0
10	1	0

Если частица является микролитотипом, ее идентифицируют в соответствии с табл. 2, не учитывая пересечения на карбонатах, глинистых минералах или кварце.

Таблица 2

Разграничение микролитотипов

Микролитотип	Расположение пересечений линий на угле
Витрит	Все пересечения на витрините
Липтит	Все пересечения на экзините (липтините)
Инертит	Все пересечения на инертините
Кларит	Все пересечения на витрините и экзините, по крайней мере одно пересечение на каждой из двух групп мацералов
Дюрит	Все пересечения на инертините и экзините, по крайней мере одно пересечение на каждой из двух групп мацералов
Витринертит	Все пересечения на витрините и инертините, по крайней мере одно пересечение на каждой из двух групп мацералов
Тримацерит	По крайней мере одно пересечение в каждой из трех групп мацералов

Эти критерии применимы к микролитотипам, содержащим минеральные вещества в пределах, не превышающих указанные в табл. 1.

Если число пересечений на минеральных веществах превышает пределы, указанные в табл. 1, отнесение объекта к минериту или карбоминериту устанавливают в соответствии с табл. 3 и 4 (по необходимости).

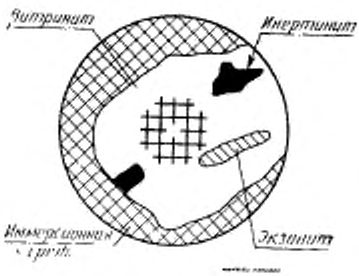
При использовании табл. 3 для идентификации карбоминерита или минерита минералы, находящиеся под пересечениями, должны быть или сульфидами, или другими минералами, но не теми и другими одновременно. Карбоминерит может называться карбанкеритом, карбаргилитом, карбосилицитом, карбопиритом или карбополиминеритом в зависимости от того, какое минеральное вещество находится под пересечением.

Если под пересечениями сетки находятся как сульфиды, так и другие минералы в пределах, указанных в табл. 4, то карбоминерит называют карбополиминеритом; в противном случае, объект относят к минериту.

Группа мацералов или группы, связанные с минеральным веществом и находящиеся под остаточными пересечениями решетки, могут быть зарегистрированы для дальнейшей характеристики карбоминерита.

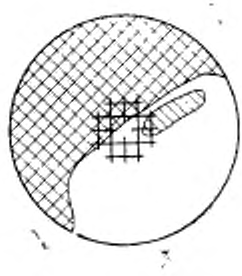
Идентифицируя точку, передвигают препарат на один шаг вдоль оси x и продолжают подсчет. Дойдя до края препарата, его перемещают на один шаг такой же длины вдоль оси y, чтобы про-

Критерии учета или отклонения объектов наблюдения



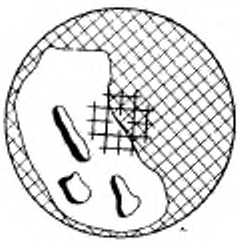
а) Объект учитывается

Все пересечения на угле
Микролитотип витрит
Все пересечения на витрините



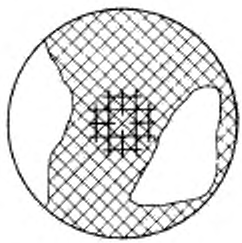
б) Объект учитывается

Более 10 пересечений на угле
Микролитотип кларит
9 пересечений на витрините, 2 на экзините



в) Объект отклоняется, но регистрируется отдельно

Менее 10 пересечений на угле



г) Ни один объект не регистрируется

На угле нет ни одного пересечения

Примечание. Подсчет пересечений сделан на одной частице.

Черт. 2

Таблица 3

Разграничение карбоминеритов (включая карбополиминерит с сульфидами) и минеритов

Число пересечений в пределах частицы	Пересечения на определенных минералах			
	Карбоминерит		Минерит	
	Карбонаты, глинистые минералы, кварц	Сульфиды	Карбонаты, глинистые минералы, кварц	Сульфиды
19—20	4—11	1—3	>11	>3
17—18	4—10	1—3	>10	>3
16	4—9	1—3	>9	>3
14—15	3—8	1—2	>8	>2
12—13	3—7	1—2	>7	>2
11	3—6	1—2	>6	>2
10	2—5	1	>5	>1

Таблица 4

Разграничение карбополиминеритов с сульфидами

Число пересечений в пределах частицы	Карбополиминерит	
	Пересечения на определенных минералах	
	Карбонаты, глинистые минералы, кварц	Сульфиды
16—20	1—3	1—3
11—15	1—2	1—2
10	1	1

должить исследование при пересечении образца в параллельном направлении.

Общее число приемлемых точек должно составлять не менее 500.

Примечание. Для определения микролитотипа принимаются во внимание только группа мацералов или группы, видимые под пересечениями линий. Если естественная граница между двумя различными микролитотипами лежит ниже сетки, определение проводят как если бы границы не было.

8. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Количество точек, отнесенных к микролитотипам, карбоминериту и минериту, выражают в процентах от общего числа определявшихся участков (точек). Полученное значение в объемных процентах округляют до ближайшего целого числа.

Число определявшихся участков (точек) и процентное содержание отбракованных наблюдений должно быть указано в протоколе.

Пример записи результатов приведен в табл. 5.

Таблица 5

Пример записи результатов

Образец №	Дата:	
Микролитотип	Число учтенных точек	Об.%
Витрит	102	20
Липтит		
Инертит	64	13
Кларит	57	11
Дюрит	115	23
Витринертит		
Триматцерит	141	28
	Сумма микролитотипов	95
Карбаргилит	13	3
Карбанкерит		
Карбосилицит		
Карбопирит	5	1
Карбополиминерит		
	Сумма карбоминеритов	4
	Число учтенных точек	Об.%
Минерит	4	1
	Общая сумма	100

Общее число учтенных наблюдений — 500.

Процент неучтенных наблюдений — 7.

Характеристика угля, связанного с карбоминеритом и минеритом, на основе:

а) общего качественного исследования

или

б) количественных данных о группах мацералов под неучтенными пересечениями

может быть записана, как показано в табл. 6.

Таблица 6

Характеристика угля, связанного с карбоминеритом и минеритом (пример)

Карбоминерит/минерит (детально)	Группа мацералов	Число учтенных объектов	Учтенные объекты, % от карбоминерита минерита
Карбаргилит	V	3	20
	V+E	12	80
Карбовирит	V	1	20
	V+E	3	60
	V+E+I	1	20
Минерит	V+I	5	100

Условные обозначения: E — экзинит (L — липтинит);
I — инертинит;
V — витринит (Vt).

9. ТОЧНОСТЬ

9.1. Сходимость

Сходимость определений содержания компонентов в объемных процентах представляет собой разницу между двумя отдельными определениями с одинаковым количеством просчитанных участков, выполненными одним и тем же оператором на одном и том же образце с использованием одной и той же аппаратуры при доверительной вероятности $P = 95\,\%$.

Сходимость вычисляют по формуле

$$(2\sqrt{2})\cdot\sigma_1,$$

где σ_1 — теоретическое среднеквадратичное отклонение.

При условии, что оператор допускает незначительные (не принимаемые в расчет) ошибки при классифицировании микролитотипов, результаты анализов могут быть вычислены с помощью среднеквадратичного отклонения (σ_1) на основе двучленного распределения по формуле

$$\sigma_1 = \sqrt{\frac{p(100-p)}{N}},$$

где p — объемный процент;

N — общее число подсчетов.

Величины теоретического среднеквадратичного отклонения и сходимость, вычисленные для диапазона значений содержания компонентов по 500 просчитанным участкам, приведены в табл. 7.

Таблица 7

Об.%	Среднеквадратичное отклонение σ_1, об.%	Сходимость $(2\sqrt{2})\,\sigma_1$
5	1,0	2,8
20	1,8	5,1
50	2,2	6,3
80	1,8	5,1
95	1,0	2,8

9.2. Воспроизводимость

Воспроизводимость определений содержания компонентов в объемных процентах представляет собой разницу между двумя отдельными определениями с одинаковым числом просчитанных

участков, выполненными двумя разными операторами на двух различных препаратах, изготовленных из одной пробы, с использованием различной аппаратуры, с доверительной вероятностью $P=95\%$.

Воспроизводимость вычисляют по формуле

$$(2\sqrt{2})\cdot\sigma_0,$$

где σ_0 — действительное среднеквадратичное отклонение.

Значения действительного среднеквадратичного отклонения обычно превышают значения теоретических величин, приведенных в табл. 7, вследствие различий в определениях разными операторами и различий между образцами. В настоящее время нет достаточных данных, чтобы оценить влияние различий в идентификации при проведении межлабораторных испытаний.

10. ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

Протокол испытания должен содержать:

а) ссылку на стандарт;

б) все необходимые подробности определения;

в) число учтенных объектов при анализе и процент отклоненных;

г) полученные результаты;

д) характеристику угля, связанного с карбоминеритом и минеритом, если проводилось определение.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН** Техническим комитетом ИСО/ТК 27 «Твердое минеральное топливо»

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного Комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 27.12.90 № 3407
Настоящий стандарт подготовлен на основе прямого применения международного стандарта ИСО 7404/4—88 «Битуминозный уголь и антрацит. Методы петрографического анализа. Часть 4. Метод определения микролитотипного, карбоминеритного и минеритного состава»

3. Срок первой проверки — 1996 г.
Периодичность проверки — 5 лет

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 9414—74	4; 7
ГОСТ 12113—83	5
ГОСТ 17070—87	3
ИСО 7404—1—84	3
ИСО 7404—2—85	4; 7
ИСО 7404—5—84	5

Редактор *Н. Е. Шестакова*
Технический редактор *В. Н. Малькова*
Корректор *И. Л. Асаулевко*

gost.e-ecolog.ru

Подп. к печ. 04.04.91 1,0 усл. п. л. 1,0 усл. кр.-отт. 0,68 уч.-изд. л.
Цена 25 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 92