МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
8930—
2015**

УГЛИ КАМЕННЫЕ

Метод определения окисленности

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Техническим комитетом по стандартизации Российской Федерации ТК 179 «Твердое минеральное топливо»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 10 декабря 2015 г. № 48)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 февраля 2016 г. № 87-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 8930—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 апреля 2017 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 8930—94

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «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

© Стандартинформ, 2016

В Российской Федерации 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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УГЛИ КАМЕННЫЕ

Метод определения окисленности

Hard coals. Method for determination of oxidation

Дата введения — 2017—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на каменные угли (угли среднего ранга) и устанавливает петрографический метод оценки окисленности углей путем подсчета участков зерен угля с признаками выветрелости и без признаков выветрелости.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 147—2013 Топливо твердое. Метод определения высшей теплоты сгорания и вычисление низшей теплоты сгорания

ГОСТ 1186—2014 Угли каменные. Метод определения пластометрических показателей

ГОСТ ISO 7404-3—2009 Методы петрографического анализа углей. Часть 3. Метод определения мацерального состава[1)]

ГОСТ ISO 7404-2—2012 Методы петрографического анализа углей. Часть 2. Методы подготовки образцов угля[2)]

ГОСТ ISO 7404-5—2009 Методы петрографического анализа углей. Часть 5. Метод микроскопического определения показателя отражения витринита[3)]

ГОСТ 8719—90 Угли бурые, каменные и антрацит. Метод определения гигроскопической влаги

ГОСТ 9284—75 Стекла предметные для микропрепаратов. Технические условия

ГОСТ 9815—75 Угли бурые, каменные, антрацит и горючие сланцы. Метод отбора пластовых проб

ГОСТ 10742—71 Угли бурые, каменные, антрацит, горючие сланцы и угольные брикеты. Методы отбора и подготовки проб для лабораторных испытаний.

ГОСТ 13739—78 Масло иммерсионное для микроскопии. Технические требования

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 ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55662—2013 «Методы петрографического анализа углей. Часть 5. Метод определения мацерального состава».

[2)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55663—2013 «Методы петрографического анализа углей. Часть 2. Методы подготовки проб углей».

[3)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55659—2013 «Методы петрографического анализа углей. Часть 5. Метод определения показателя отражения витринита с помощью микроскопа».

Издание официальное

3 Сущность метода

Сущность метода заключается в исследовании под микроскопом в отраженном свете аншлиф-брикета угля в иммерсионной среде и количественном определении по микропризнакам отношения выветрелых участков зерен к общему количеству участков зерен, попавшим в поле зрения при подсчете точечным методом.

Примечание — Показатели окисленности, полученные с использованием настоящего стандарта, связаны только с возникновением дефектов в процессе окисления угля и не отражают однозначного изменения его химического состава.

4 Отбор проб

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 10742 и ГОСТ 9815.

5 Аппаратура, материалы и реактивы

5.1 Микроскоп металлографический, минералогический, биологический или другой, позволяющий проводить исследование в отраженном свете в воздушной и иммерсионной средах, обеспечивающий общее увеличение от 250 до 600× и соответствующий требованиям ГОСТ ISO 7404-3, ГОСТ ISO 7404-5.

Окуляр микроскопа должен иметь перекрестие из тонких линий. Микроскоп подготавливают к работе в соответствии с ГОСТ ISO 7404-3 и ГОСТ ISO 7404-5.

5.2 Препаратоводитель, позволяющий передвигать образец в горизонтальном и вертикальном направлениях. Перемещение в горизонтальном направлении предпочтительно проводить с помощью счетного механизма, а в перпендикулярном можно выполнять вручную.

5.3 Счетчик для регистрации числа точек наблюдения. Применяют интеграционное устройство (МИУ), пушинтегратор системы Глаголева или счетчик, используемый в медицине при определении лейкоцитарной формулы крови. При выведении изображения на монитор и совмещении микроскопа с компьютером подсчет производят с помощью клавиатуры.

Подсчет точек наблюдения можно осуществлять вручную с регистрацией записей в лабораторном журнале.

5.4 Оборудование для установки образца, включающее предметные стекла по ГОСТ 9284, пластилин (или другой пластичный материал) и пресс для установки поверхности препарата параллельно предметному стеклу.

5.5 Масло иммерсионное по ГОСТ 13739 и ГОСТ ISO 7404-5 с показателем преломления при 23 °С и длине волны 546 нм, равным (1,5180 ± 0,0004).

6 Подготовка к анализу

Приготовление аншлиф-брикетов — по ГОСТ ISO 7404-2.

7 Порядок проведения испытаний

7.1 Микроскоп приводят в рабочее положение в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией.

На предметный столик микроскопа устанавливают препаратоводитель и присоединяют его к счетчику. (Допускается ручное перемещение предметного столика при соблюдении равномерности перемещения.)

Нажатием на клавиши счетчика проверяют и при необходимости регулируют движение препаратоводителя по предметному столику микроскопа. При применении интеграционного устройства МИУ или установки для петрографического определения с программным обеспечением работу проводят согласно прилагаемым инструкциям.

7.2 Аншлиф-брикет наклеивают на предметное стекло, используя пластилин (или другой пластичный материал), с помощью пресса устанавливают его поверхность параллельно поверхности предметного стекла и закрепляют в препаратоводителе согласно инструкции к нему.

На поверхность брикета наносят иммерсионное масло, производят фокусировку и наблюдают изображение в микроскопе при увеличении 250—600×, идентифицируя по микропризнакам угольное вещество, находящееся на пересечении линий перекрестия окуляра.

Окисленность анализируемой пробы определяют по наличию выветрелых участков угольных зерен, а именно:

7.2.1 Если перекрестие окуляра попало на зерно, полностью находящееся в поле зрения, и на этом зерне наблюдаются признаки выветрелости, одно или более, такое зерно относят к окисленным. При этом точка пересечения тонких линий перекрестия может и не находиться на микропризнаке окисленности.

7.2.2 Если зерно велико настолько, что часть его выходит за пределы поля зрения, но перекрестие окуляра попало на участок с признаками выветрелости, такое зерно относят к окисленному, при этом точка пересечения тонких линий перекрестия также может не находиться на микропризнаке окисленности.

7.2.3 Если перекрестие окуляра попадает на участки зерен без признаков выветрелости, такие зерна относят к неокисленным независимо от того, все зерно попало в поле зрения или только его участок. В последнем случае в подсчете участвует только участок, попавший в поле зрения, а все зерно не рассматривают.

7.2.4 При попадании перекрестия окуляра на связующее вещество отсчет не производят.

7.2.5 При попадании на перекрестия окуляра признаков выветрелости на границах мацералов или мацералов и минеральной части отсчет производят с осторожностью. В случае разногласий в диагностике окисленности при наличии большого количества таких участков обязательно нужно проводить определение окисленности другим (предпочтительно химическим) методом.

7.3 Аншлиф-брикет передвигают на один шаг в направлении слева направо и ведут подсчет вдоль всего образца. По достижении края брикета его перемещают на шаг примерно такой же длины в перпендикулярном направлении и ведут подсчет в обратном направлении, параллельном предыдущему, и т. д.

Выбирают такую длину шага, которая обеспечивает равномерный подсчет участков зерен по всей поверхности брикета.

7.4 Окисленность угля в анализируемой пробе определяют как отношение количества участков зерен с признаками выветрелости ко всему количеству участков, попавших в перекрестие окуляра при сканировании аншлиф-брикета, выраженное в процентах.

7.5 Всего делают не менее 400 подсчетов участков. Проводят повторный подсчет участков на том же аншлиф-брикете.

7.6 При исследовании зоны окисления углей рекомендуется одновременно с петрографическим анализом определять теплоту сгорания по ГОСТ 147, гигроскопическую влагу по ГОСТ 8719, а для спекающихся углей — пластометрические показатели по ГОСТ 1186.

7.7 При обнаружении признаков окисленности рекомендуется также произвести определение окисленности пробы угля методом щелочной экстракции по [1].

7.8 К неокисленным участкам угольных зерен относят участки без признаков выветрелости (приложение А, рисунок А.1).

7.9 К признакам окисленности относят следующие микропризнаки выветрелости:

- наличие клиновидных и разветвленных трещин в угольных зернах (приложение А, рисунки А.2—А.8).

В менее окисленных углях трещины имеют клиновидную форму и располагаются по краям угольных зерен (приложение А, рисунок А.2). Иногда край зерна с клиновидными трещинами имеет понижение рельефа и изменение цвета витринита до зеленоватого по краям трещин (приложение А, рисунки А.3 и А.4).

В более окисленном угле трещины выветрелости распространяются в глубину зерна и при этом приобретают ветвистое строение, иногда также имеется изменение цвета по краям трещин (приложение А, рисунки А.5—А.8);

- наличие пустот и каверн выщелачивания, резко выделяющихся черным цветом на общем светлом фоне полированного угля (приложение А, рисунки А.9 и А.10);

- наличие дезинтеграции угольных зерен (приложение А, рисунки А.11—А.14). Дезинтеграция наблюдается под микроскопом в виде нарушения монолитности угольных зерен многочисленными трещинами (рисунок А.11), многочисленными трещинами и пустотами выщелачивания (рисунок А.12), многочисленными пустотами и кавернами (рисунки А.13 и А.14). Появление дезинтеграции зерен в угле указывает на большую глубину процесса окисления.

8 Обработка результатов

Окисленность пробы угля (ОКп), %, рассчитывают по формуле

$$ОКп = (B \cdot 100)/(B + H),$$

где B — число окисленных участков зерен аншлиф-брикета;

H — число неокисленных участков зерен аншлиф-брикета.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение результатов двух определений.

9 Точность метода

9.1 Повторяемость

Допускаемое расхождение между результатами двух определений в условиях прецизионности по 7.4 не должно превышать 5 % при доверительной вероятности P = 95 %.

При получении результатов с расхождением более 5 % проводят третье определение. За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение двух наиболее близких определений. Результаты определений рассчитывают до первого десятичного знака, окончательные результаты округляют до целых чисел.

9.2 Воспроизводимость

Данные приведены в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон определения ОКп, %	Допускаемое расхождение при доверительной вероятности P = 95 %, %
< 10	5
> 90	5
10—90	10

Приложение А
(справочное)

Микрофотографии аншлиф-брикетов неокисленного угля и окисленных углей различной степени выветрелости, выполненные при увеличении 400×

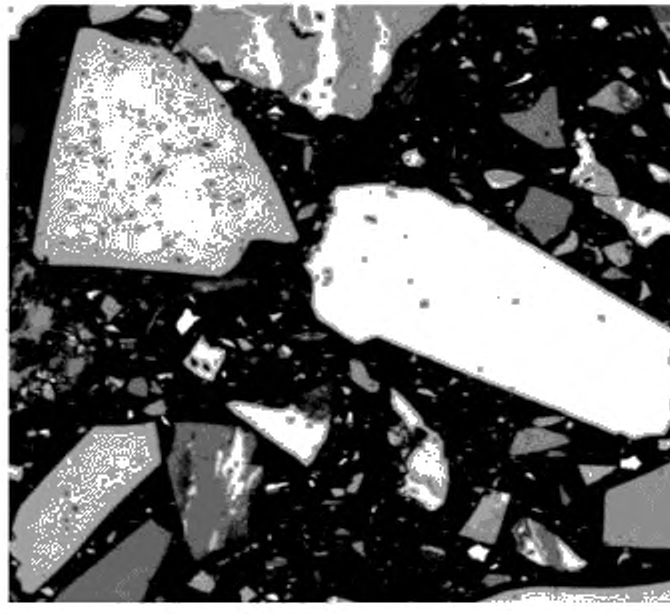


Рисунок А.1 — Неокисленные угольные зерна без признаков выветрелости

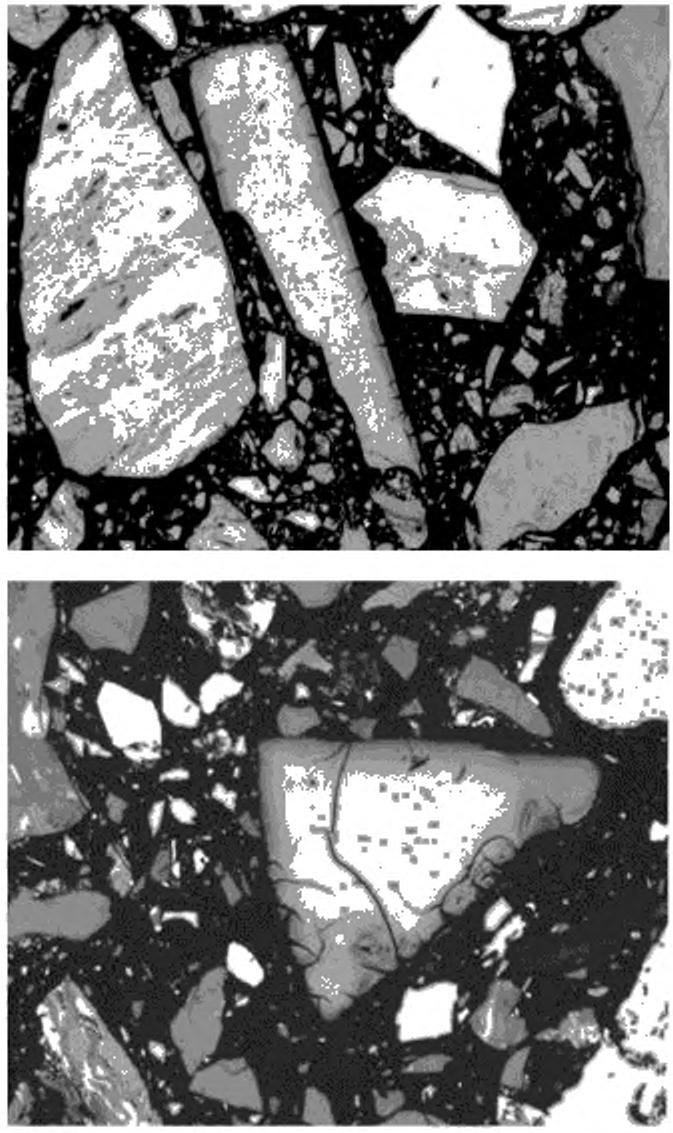


Рисунок А.2 — Клиновидные трещины по краям зерна

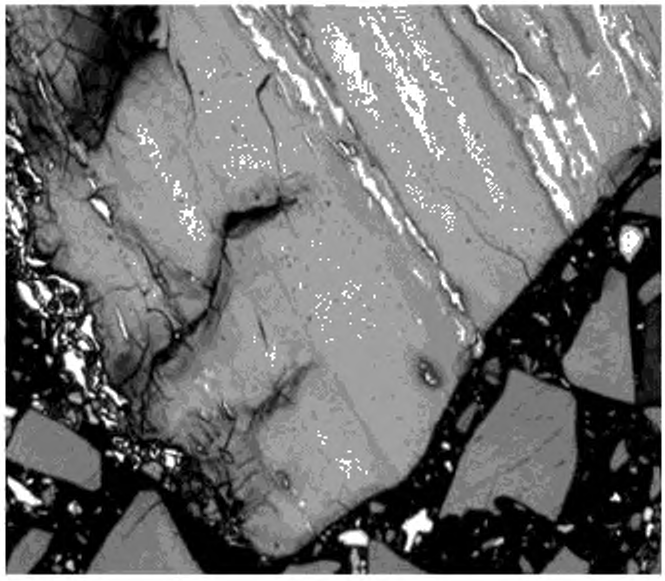


Рисунок А.3 — Клиновидные трещины и глубокие трещины с понижением рельефа и изменением цвета витринита по краям трещин

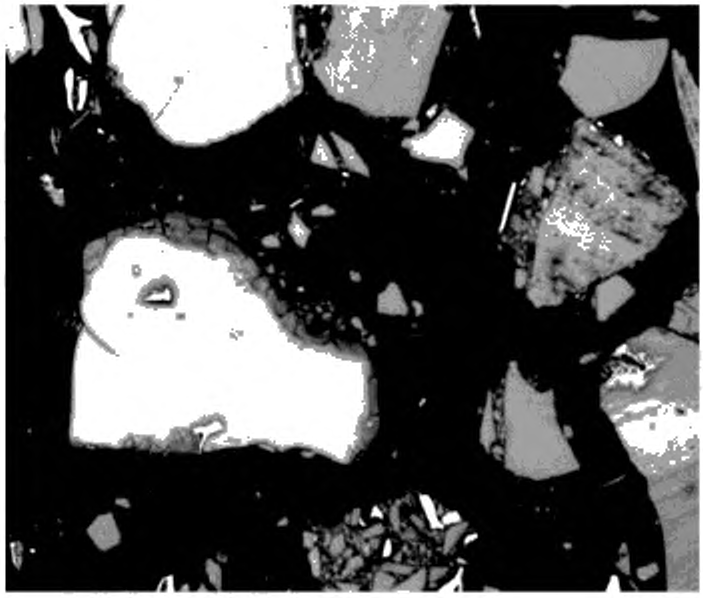


Рисунок А.4 — Клиновидные трещины по краям зерна с понижением рельефа

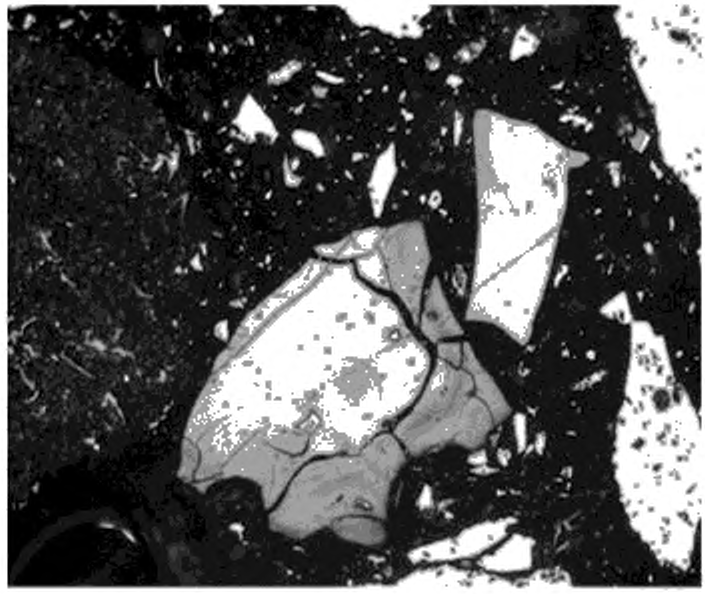


Рисунок А.5 — Клиновидные и разветвленные трещины

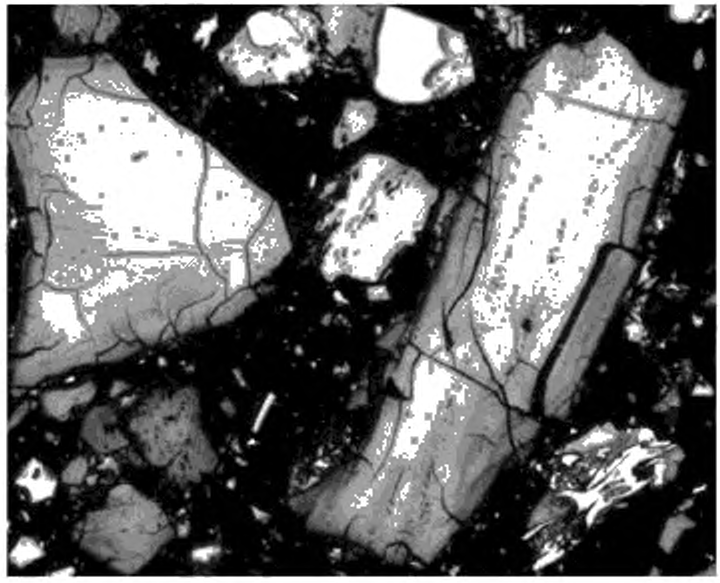


Рисунок А.6 — Клиновидные и разветвленные трещины

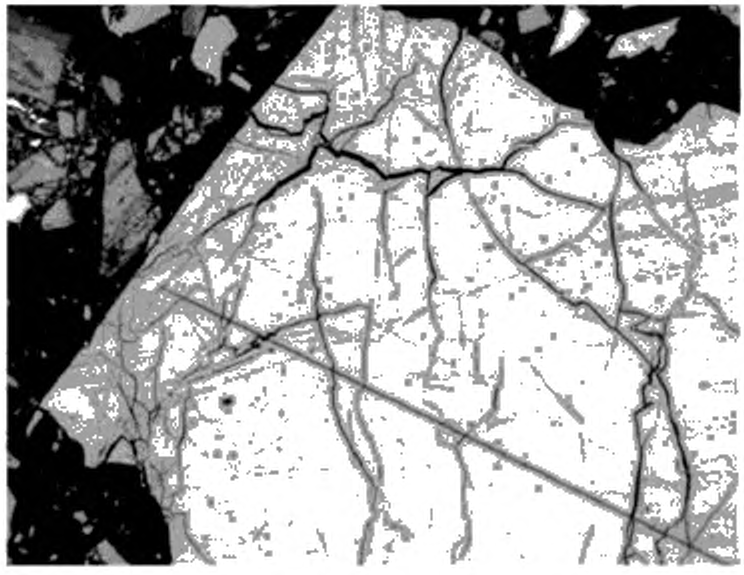


Рисунок А.7 — Клиновидные и разветвленные трещины, проникающие в глубину зерна

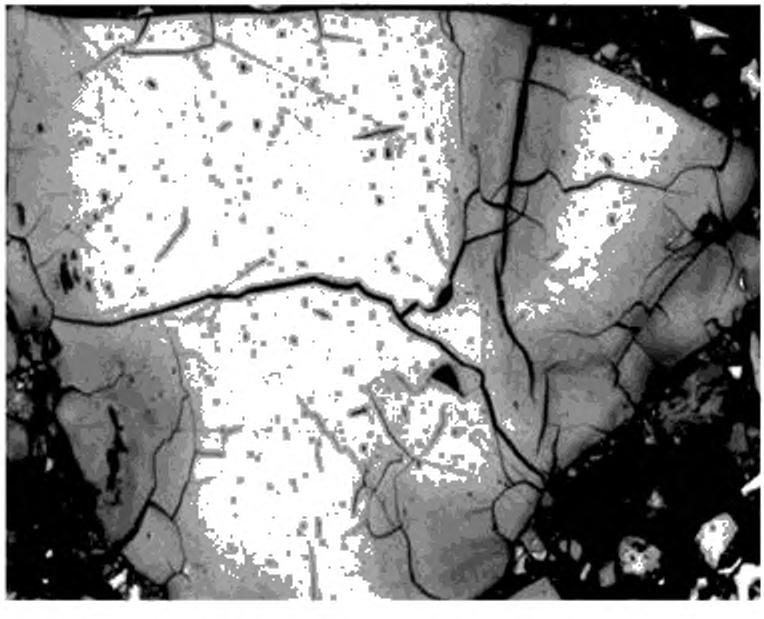


Рисунок А.8 — Клиновидные и разветвленные трещины, проникающие в глубину зерна, некоторые с понижением рельефа витринита

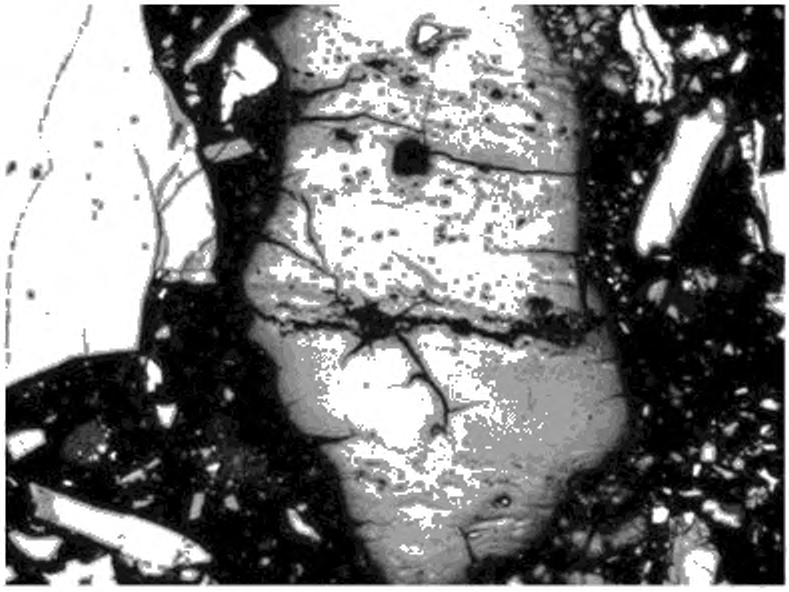


Рисунок А.9 — Пустоты и каверны выщелачивания

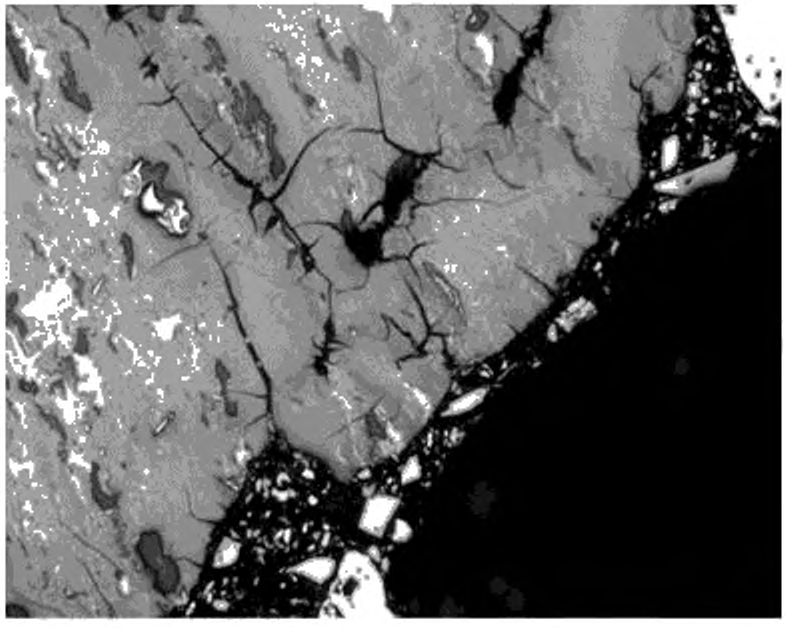


Рисунок А.10 — Краевые клиновидные трещины, разветвленные трещины, пустоты выщелачивания

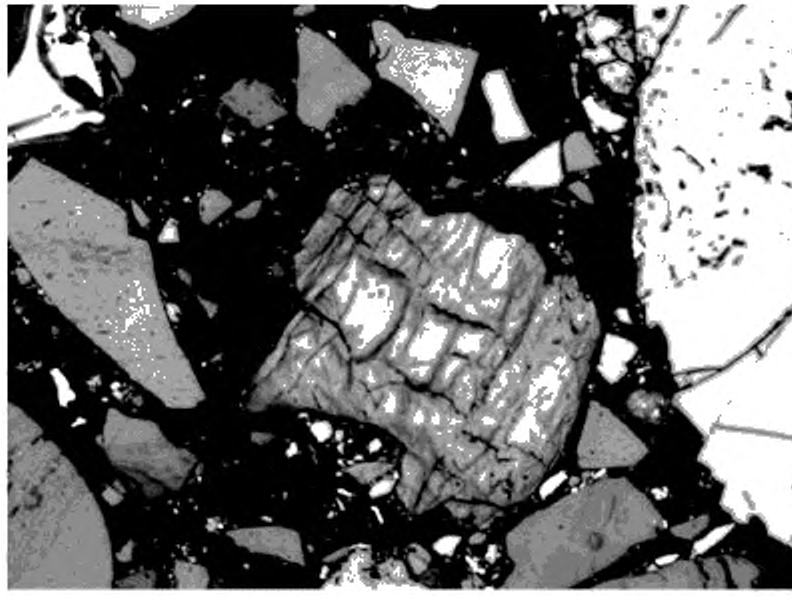


Рисунок А.11 — Дезинтеграция частицы угля

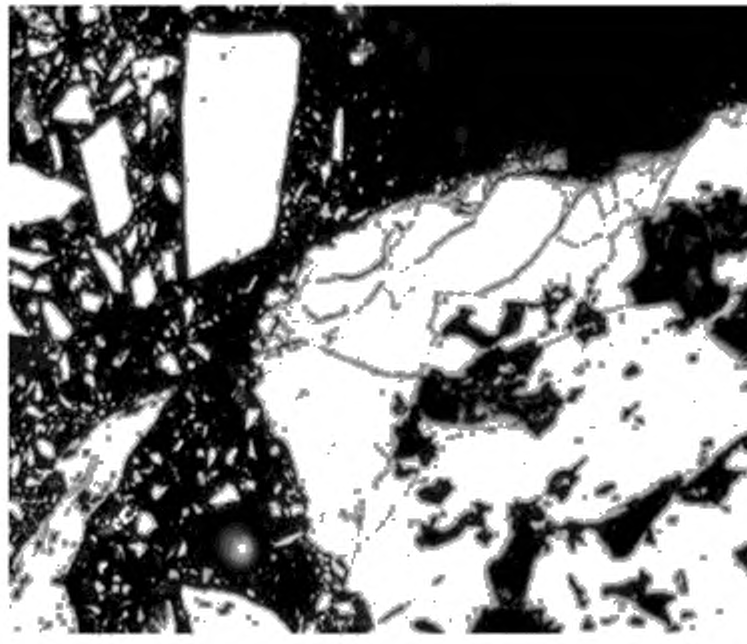


Рисунок А.12 — Дезинтеграция зерна угля с пустотами и многочисленными трещинами

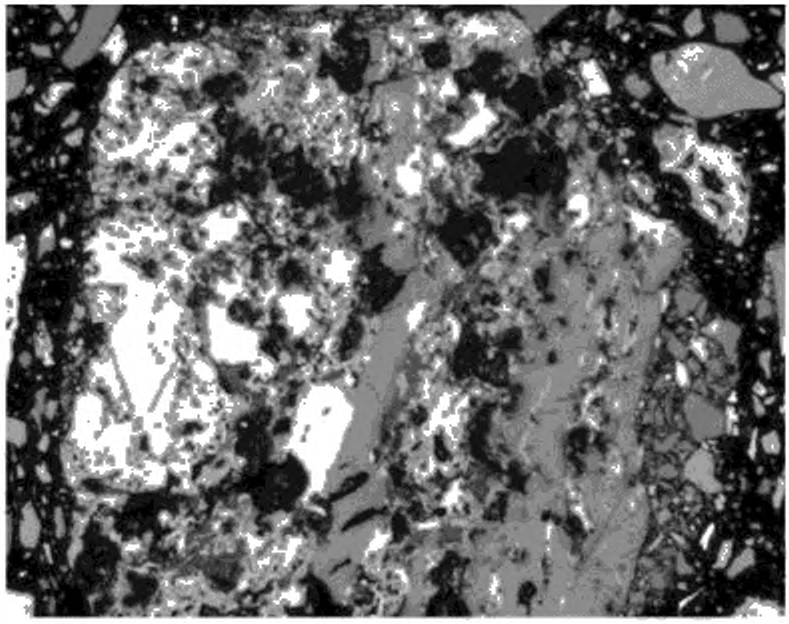


Рисунок А.13 — Дезинтеграция зерна угля с пустотами и кавернами выщелачивания

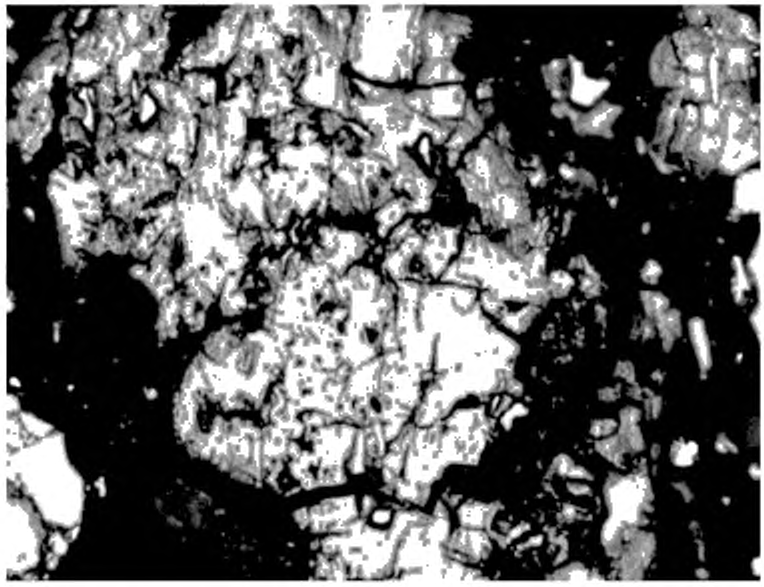


Рисунок А.14 — Глубокая дезинтеграция зерен угля

Приложение Б
(справочное)

Дифференцированный подсчет окисленных участков

При необходимости для решения вопроса об окисленности угля в технологических или исследовательских целях можно производить дифференцированный подсчет окисленных участков отдельно по видам признаков окисленности.

Для этого необходимо закрепить клавиши счетчиков или клавиатуры за признаками окисленности различных видов: краевые трещины, глубокие разветвленные трещины, трещины с понижением рельефа и изменением цвета витринита по краям трещин, участки с пустотами и кавернами выщелачивания, участки с глубокой дезинтеграцией зерен и т. п.

Окисленность пробы угля по видам окисленности ОК$_i$, %, рассчитывают по формуле

$$ОК_i = \frac{B_i \ 100}{B_i + B_j + H},$$

где B_i — число точек окисленных участков зерен аншлиф-брикета определенного вида выветрелости,

B_j — число точек окисленных участков других видов окисленности;

H — число точек неокисленных участков зерен аншлиф-брикета.

Библиография

[1] ASTM D 2862-10 Standard Test Method for Determining the Relative Degree of Oxidation in Bituminous Coal by Alkali Extraction

УДК 662.7:006.354 МКС 73.040

Ключевые слова: каменный уголь, окисление

Редактор *И.В. Кириленко*
Технический редактор *В.Ю. Фотиева*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 16.05.2016. Подписано в печать 20.05.2016. Формат 60×84 1/8 Гарнитура Ариал.
Усп. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,45. Тираж 46 экз. Зак. 1315.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

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

gost.e-ecolog.ru