ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 59262— 2020

УГЛИ БУРЫЕ, КАМЕННЫЕ И АНТРАЦИТ

Метод определения микротвердости и микрохрупкости

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2020

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным автономным образовательным учреждением высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» (НИТУ «МИСиС»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 179 «Топливо твердое минеральное»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 11 декабря 2020 г. № 1288-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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 (www.gost.ru)

© Стандартинформ, оформление, 2020

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

УГЛИ БУРЫЕ, КАМЕННЫЕ И АНТРАЦИТ

Метод определения микротвердости и микрохрупкости

Brown coals, hard coals and anthracite.
Method for determination of microhardness and microbrittleness

Дата введения — 2021—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на бурые, каменные угли (далее — угли) и антрацит и устанавливает методы определения микротвердости и микрохрупкости витринита или гуминита (для бурых углей) в аншлиф-брикетах и аншлиф-штуфах путем индентирования (вдавливания) алмазного наконечника в форме четырехгранной пирамиды.

Метод определения микротвердости и микрохрупкости углей и антрацита предназначен для сравнительной оценки их физико-механических свойств.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 9284 Стекла предметные для микропрепаратов. Технические условия

ГОСТ 9450 Измерение микротвердости вдавливанием алмазных наконечников

ГОСТ 17070 Угли. Термины и определения

ГОСТ OIML R 111-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Гири классов E_1, E_2, F_1, F_2, M_1, M_{1-2}, M_2, M_{2-3} и M_3. Часть 1. Метрологические и технические требования

ГОСТ Р 55663 (ИСО 7404-2:2009) Методы петрографического анализа углей. Часть 2. Методы подготовки проб углей

ГОСТ Р 58221 (ИСО 7404-1:2016) Методы петрографического анализа углей. Часть 1. Словарь терминов

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

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 заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 17070 и ГОСТ Р 58221.

Издание официальное

4 Сущность метода

Сущность метода определения микротвердости заключается в измерении диагонали квадратного отпечатка, оставшегося на поверхности испытуемого образца после вдавливания алмазного наконечника правильной четырехгранной пирамиды под постоянной нагрузкой P, приложенной в течение определенного времени.

Сущность метода определения микрохрупкости витринита углей и антрацита заключается в определении количества отпечатков индентора на поверхности испытуемого образца с признаками хрупкой деформации при разных нагрузках. Микрохрупкость витринита оценивают по среднему значению нагрузки $P_{ср}$, при которой происходит хрупкая деформация.

5 Метод определения микротвердости углей и антрацита

5.1 Требования к аппаратуре, средствам измерений и материалам

5.1.1 Прибор для измерения микротвердости, включающий в себя оптическую систему и автоматическую или ручную систему нагружения (индентор), должен отвечать следующим требованиям:

- прибор должен быть защищен от вибраций;
- оптическая система прибора должна обеспечивать возможность идентификации выбранного для измерений участка образца;
- прибор должен быть снабжен системами косого освещения или поляризации освещения для проведения испытаний на образцах антрацитов и каменных углей высокой стадии метаморфизма;
- должна быть обеспечена возможность использования в качестве индентора четырехгранной пирамиды с квадратным основанием по ГОСТ 9450;
- точность позиционирования индентора должна обеспечивать условия испытания, приведенные в 5.4.1;
- индентор не должен оставлять отпечаток на образце при опускании без нагрузки.

5.1.2 Образцовые меры твердости (далее — эталонный образец). Рекомендуется использовать эталонные меры твердости (микротвердости) Виккерса ММТВ-МЕТ, № 65701-16 в Государственном реестре средств измерений.

5.1.3 Набор гирь класса точности M_3 по ГОСТ OIML R 111-1 (при использовании приборов с ручным нагружением). При использовании автоматических систем нагружения, пределы допускаемых погрешностей нагрузки не должны превышать значений погрешностей для масс гирь указанного класса точности, установленных ГОСТ OIML R 111-1.

5.1.4 Предметные стекла по ГОСТ 9284.

5.1.5 Пластилин для закрепления исследуемого образца или аналогичные материалы, позволяющие зафиксировать образец и обеспечить постоянное положение рабочей поверхности образца.

5.1.6 Приспособление (пресс) для установления плоскости поверхности образца перпендикулярно к оси индентора.

5.2 Подготовка проб

Подготовку аншлиф-брикетов или аншлиф-штуфов для анализа проводят по ГОСТ Р 55663.

Микротвердость на аншлиф-штуфах определяют на полированных поверхностях, перпендикулярных к слоистости штуфов углей и антрацита.

Перед испытанием необходимо предварительно убедиться в том, что поверхность образца пригодна для измерений. Для этого предварительно оценивают количество, вид и расположение трещин, дефектов и царапин на зернах витринита или гуминита. Суммарная площадь зерен, пригодных для испытаний, должна обеспечить проведение необходимого количества испытаний по 5.4.4 таким образом, чтобы расстояние между центрами соседних отпечатков, а также между центром отпечатка и включениями прочих мацералов, минералов, трещин и дефектов составляло не менее трехкратной величины диагонали отпечатка. Если образец не удовлетворяет этим условиям, его бракуют и готовят новый образец.

5.3 Подготовка к испытанию

5.3.1 Включают и настраивают прибор (5.1.1) в соответствии с руководством по его эксплуатации. Проверяют правильность работы прибора. Для этого на эталонных образцах (5.1.2) проводят разовые

измерения. Если при опускании индентора без нагрузки на эталонный образец на нем не остается отпечатка, а при опускании с нагрузкой полученные значения микротвердости соответствуют указанным для этого эталонного образца значениям, переходят к испытаниям.

Рекомендуется также периодически проверять правильность работы прибора во время испытаний. Для проверки используют эталонные образцы по 5.1.2, имеющие значение твердости HV, сопоставимые с ожидаемыми значениями микротвердости испытуемых образцов.

Условия проведений испытаний должны соответствовать указанным в руководстве по эксплуатации прибора.

5.3.2 Поверхность участка, выбранного для измерений, должна быть установлена перпендикулярно к направлению перемещения пирамиды при вдавливании (см. рисунок 1).

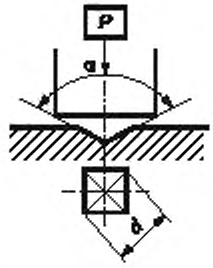


Рисунок 1 — Положение индентора и вид отпечатка на поверхности образца

Для этого образец помещают на предметное стекло (5.1.4), закрепляют пластилином (5.1.5) и выравнивают по горизонтали с помощью пресса (5.1.6). После этого предметное стекло с образцом размещают на предметном столике прибора и укрепляют в препаратоводителе так, чтобы образец не смещался и находился в таком положении, чтобы всю площадь препарата возможно было покрыть сеткой точек приложения нагрузки, равномерно распределенных в двух перпендикулярных направлениях.

5.4 Проведение испытания

5.4.1 Для определения микротвердости выбирают на образце подходящий для измерений участок витринита (гуминита). Дефекты поверхности, границы зерен и границы между мацералами, а также минеральные включения должны быть расположены от центра отпечатка на расстоянии не менее трехкратного значения его диагонали.

5.4.2 Используя гири (5.1.3) или автоматическую систему нагружения, устанавливают требуемую нагрузку *P* в зависимости от вида испытуемого образца. При испытании на микротвердость применяют нагрузки (выраженные в ньютонах) 0,196 Н (20 г) — для углей и 0,392 Н (40 г) — для антрацита.

Для антрацитов, характеризующихся высокой твердостью, допускается увеличить нагрузку таким образом, чтобы было возможно идентифицировать отпечаток и измерить длину его диагоналей. При этом в протоколе испытаний необходимо указывать величину примененной нагрузки.

Если при нагрузке 0,196 Н на большинстве отпечатков при испытании углей образуются дефекты и сколы, допускается уменьшить нагрузку. Рекомендуемая длина диагонали отпечатка, пригодного для измерений, должна быть не менее 10 мкм. При этом в протоколе испытаний необходимо указывать величину примененной нагрузки.

Нагружение осуществляют в соответствии с руководством по эксплуатации прибора. Нагружение должно быть плавным, без толчков. Продолжительность этапов нагружения:

- 10 с — нагружение;
- 5 с — выдержка под нагрузкой;
- 10 с — снятие нагрузки.

5.4.3 Измерение диагоналей отпечатков выполняют в соответствии с руководством по эксплуатации прибора. При исследовании каменных углей высокой стадии метаморфизма и антрацитов для идентификации отпечатка используют поляризатор либо систему косого освещения.

На каждом отпечатке без признаков хрупкого разрушения проводят измерения обеих диагоналей.

5.4.4 Количество отпечатков при испытании на микротвердость определяют в зависимости от вида исследуемого образца и требуемой точности окончательного результата.

Для испытаний на аншлиф-брикетах количество отпечатков без дефектов и трещин должно быть не менее 30 на одном образце. Для испытаний на аншлиф-штуфах количество отпечатков выбирают с учетом размера диагонали по таблице 1.

Таблица 1

Размер диагонали отпечатка, мкм	Суммарное число измеряемых отпечатков на одном образце
Более 24	20
18–24	30
12–18	40
Менее 12	50

5.4.5 Отпечатки с дефектами и трещинами из расчетов исключают. При этом общее количество отпечатков, пригодных для измерений, должно соответствовать 5.4.4. Характерный вид отпечатков, пригодных для измерения длины диагонали, приведен в приложении А (рисунок А.1).

5.5 Обработка результатов

5.5.1 Значение микротвердости H_P, МПа, для каждого отпечатка вычисляют по формуле

$$H_P = \frac{2P \cdot \sin\frac{\alpha}{2}}{d^2} = 1{,}8544\frac{P}{d^2}, \quad (1)$$

где P — нагрузка на пирамиду, Н;

α — угол между противоположными гранями пирамиды при вершине, равный 136°;

d — среднее арифметическое длин обеих диагоналей отпечатка после снятия нагрузки, мм.

Результат определения рассчитывают, как среднее арифметическое значений, полученных для каждого отпечатка. В протоколе испытаний указывают величину нагрузки P (Н), при которой проводили измерения.

5.5.2 Проводят параллельные определения средних значений микротвердости на двух аншлиф-брикетах или аншлиф-штуфах, приготовленных из одной пробы в одинаковых условиях. Если расхождение между результатами двух параллельных определений не превышает 5 % их среднего значения, за окончательный результат испытания принимают среднее значение результатов параллельных определений. Если расхождение между результатами двух параллельных определений превышает 5 % их среднего значения, выполняют определение на третьем образце, приготовленном из той же пробы. За окончательный результат принимают среднее арифметическое наиболее близких результатов, если расхождение между ними не превышает 5 % отн. (предел повторяемости).

При превышении предела повторяемости используют методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата определений по 5.2 ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

6 Метод определения микрохрупкости углей и антрацита

6.1 Требования к аппаратуре, средствам измерений и материалам

Требования к аппаратуре, средствам измерений и материалам — по 5.1.

6.2 Подготовка проб

Подготовку пробы проводят по 5.2.

6.3 Подготовка к испытанию

Подготовку к испытанию проводят по 5.3.

6.4 Проведение испытания

6.4.1 Выбирают на образце подходящий для измерений участок витринита (гуминита). Участок должен соответствовать требованиям 5.4.1.

6.4.2 Испытание начинают с наименьшей нагрузки P в зависимости от вида угля. При испытании на микрохрупкость применяют переменные нагрузки от 0,020 до 1,960 Н с шагом 0,020 Н для каменных и бурых углей и от 0,294 до 1,960 Н с шагом 0,049 Н — для антрацита. Нагружение осуществляют в соответствии с руководством по эксплуатации прибора. Нагружение должно быть плавным, без толчков. Продолжительность этапов нагружения:

- 10 с — нагружение;
- 5 с — выдержка под нагрузкой;
- 10 с — снятие нагрузки.

6.4.3 Количество отпечатков при каждой нагрузке на одном образце должно быть равным 20. Измерения на образце заканчивают при нагрузке, вызывающей появление сколов и трещин у всех 20 отпечатков серии. Если при испытаниях вплоть до максимальной нагрузки по 6.4.2 не наблюдается появление сколов и трещин у всех отпечатков или их нет ни на одном отпечатке, испытания заканчивают при указанной максимальной нагрузке. Характерный вид отпечатков с признаками хрупкого разрушения приведен в приложении А (рисунок А.2).

6.5 Обработка результатов

6.5.1 Результаты испытаний по микрохрупкости оформляют в виде таблицы. Пример записи результатов испытаний каменного угля приведен в таблице 2.

Таблица 2

Серия испытаний i	Нагрузка P, Н	Количество отпечатков с признаками хрупкой деформации N	Общее количество отпечатков в серии q_i
1	0,020	N_1	20
2	0,040	N_2	20
3	0,060	N_3	20
...	...	...	...
i	P_i	N_i	20
...	...	...	...
n	P_n	N_n	20

Конечная нагрузка P_n может быть равна нагрузке, вызывающей появление сколов и трещин у всех отпечатков, либо максимальной нагрузке по 6.4.2 (1,960 Н).

6.5.2 Микрохрупкость определяют, как среднее значение нагрузки, при которой происходит хрупкая деформация. Микрохрупкость $P_{ср}$, Н, вычисляют по формуле

$$P_{ср} = \frac{\sum_{i=1}^{n} (P_i + P_{i-1}) \cdot (N_i - N_{i-1})}{2q}, \quad (2)$$

где P_i — нагрузка в i-й серии испытаний, Н;

N_i — число отпечатков с признаками хрупкой деформации в i-й серии испытаний;

q — общее число отпечатков, полученных во всех сериях испытаний, вычисляемое по формуле

$$q = \sum_{i=1}^{n} q_i, \quad (3)$$

где q_i — общее количество отпечатков в i-й серии.

Результат вычисляют с точностью до четвертого знака после запятой и округляют до третьего знака после запятой.

6.5.3 Проводят параллельные определения микрохрупкости на двух аншлиф-брикетах или аншлиф-штуфах, приготовленных из одной пробы в одинаковых условиях. Если расхождение между результатами двух параллельных определений не превышает 10 % среднего значения, за окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов параллельных определений.

Если расхождение между результатами параллельных определений превышает 10 % среднего значения, выполняют определение на третьем образце, приготовленном из той же пробы. За окончательный результат принимают среднее арифметическое наиболее близких результатов, расхождение между которыми не превышает 10 % отн. (предел повторяемости). При превышении предела повторяемости используют методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата определений по 5.2 ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

7 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

а) дату отбора пробы;

б) описание, идентификацию и при необходимости состояние пробы;

в) ссылку на настоящий стандарт;

г) идентификацию применяемого метода; дополнения, отклонения или исключения из метода;

д) тип и характеристики оптического прибора и эталонных образцов для измерения микротвердости;

е) тип образца, подготовленного для испытаний (аншлиф-брикет либо аншлиф-штуф);

ж) суммарное число измеряемых отпечатков на одном образце;

и) величину нагрузки при определении микротвердости;

к) результаты испытаний по микрохрупкости, оформленные в виде таблицы (см. 6.5.1 таблица 2);

л) полученные значения микротвердости и микрохрупкости;

м) дату испытания;

н) подпись лица, проводившего испытания;

п) идентификацию лиц(а), утвердивших(его) протокол.

Приложение А
(справочное)

Внешний вид отпечатков

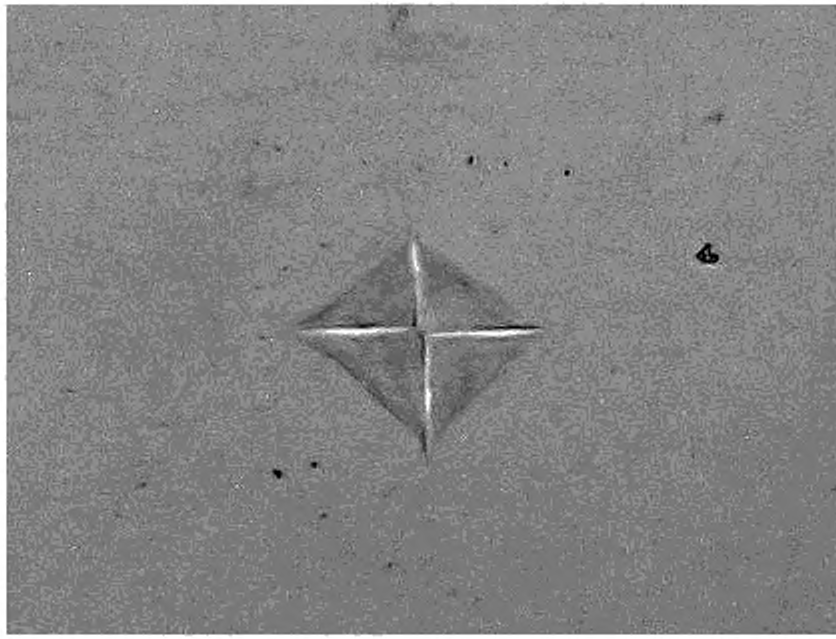


Рисунок А.1 — Характерный вид отпечатка без признаков хрупкого разрушения

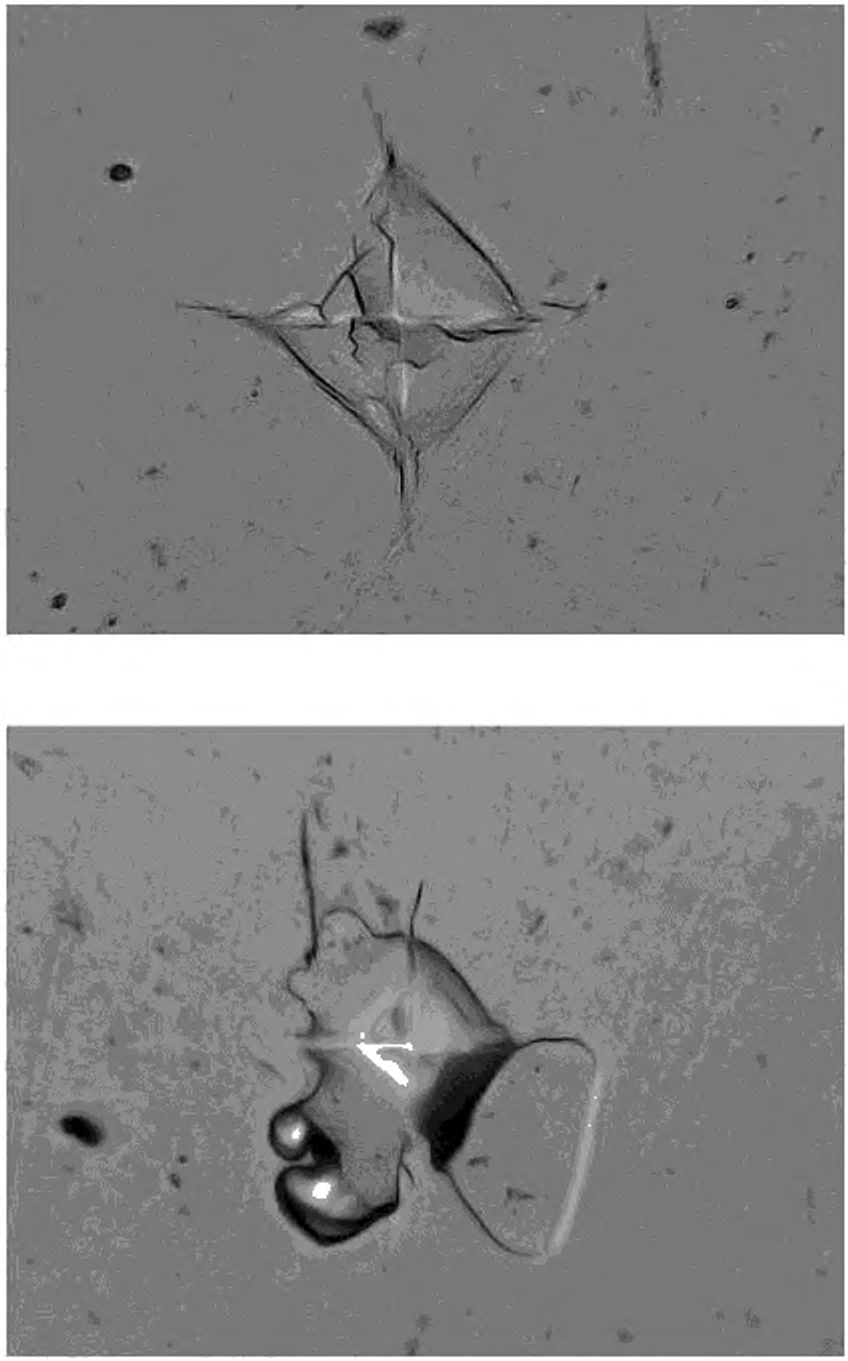


Рисунок А.2 — Отпечатки с признаками хрупкого разрушения, лист 1

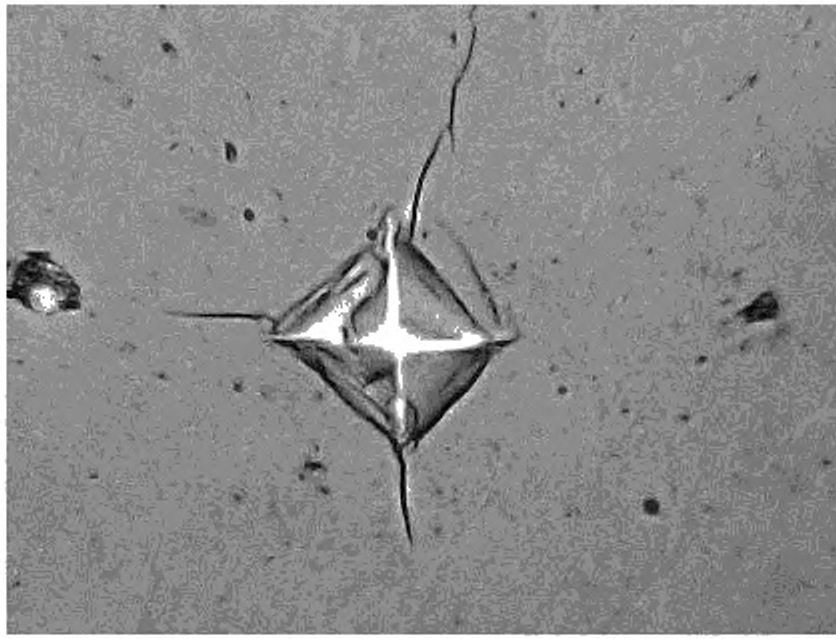


Рисунок А.2, лист 2

УДК 662.62:552.086:006.352 ОКС 75.160.10

Ключевые слова: уголь, микротвердость, микрохрупкость, метод определения

Редактор *Е.В. Зубарева*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 14.12.2020. Подписано в печать 28.12.2020. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,24.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru