ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 59244— 2020 (ИСО 7404-4:2017)

МЕТОДЫ ПЕТРОГРАФИЧЕСКОГО АНАЛИЗА УГЛЕЙ

Часть 4

Метод определения микролитотипного, карбоминеритного и минеритного состава

(ISO 7404-4:2017, MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2020

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным автономным образовательным учреждением высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» (НИТУ «МИСиС») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 4

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 9 декабря 2020 г. № 1277-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 7404-4:2017 «Методы петрографического анализа угля. Часть 4. Метод определения микролитотипного, карбоминеритного и минеритного состава» (ISO 7404-4:2017 «Methods for the petrographic analysis of coals — Part 4: Method of determining microlitotype, carbominerite and minerite composition», MOD) путем включения дополнительных положений, фраз, слов, ссылок для учета потребностей национальной экономики и/или особенностей национальной стандартизации, выделенных в тексте курсивом.

Международный стандарт ИСО 7404-4:2017 разработан Техническим комитетом ISO/TC 27 «Твердые минеральные топлива», подкомитетом SC 5 «Методы анализа».

Сведения о соответствии ссылочных национальных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте, приведены в дополнительном приложении ДА

5 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 (*gost.e-ecolog.ru

© ISO, 2017 — Все права сохраняются
© 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

МЕТОДЫ ПЕТРОГРАФИЧЕСКОГО АНАЛИЗА УГЛЕЙ

Часть 4

Метод определения микролитотипного, карбоминеритного и минеритного состава

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

Дата введения — 2021—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на бурые, каменные угли и антрациты (далее — угли) и устанавливает метод определения объемных долей микролитотипов, карбоминеритов и минеритов в углях путем подсчета с помощью окуляра, оснащенного сеткой, имеющей 20 пересечений линий. Определения проводят только на полированных аншлиф-брикетах в отраженном белом свете (от 400 до 700 нм). Дополнительное возбуждение синим, сине-фиолетовым или ультрафиолетовым светом (от 365 до 440 нм) для лучшей идентификации липтинита при флуоресценции может быть использовано, особенно на углях низкого ранга.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 9284 Стекла предметные для микропрепаратов. Технические условия

ГОСТ 13739 Масло иммерсионное для микроскопии. Технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 17070 Угли. Термины и определения

ГОСТ Р 55662 (ИСО 7404-3:2009) Методы петрографического анализа углей. Часть 3. Метод определения мацерального состава

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

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.

Издание официальное

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ *17070, ГОСТ Р 58221*, а также следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **точка** (point): Участок поверхности аншлиф-брикета, находящийся под координатной сеткой окуляра, наблюдаемый при анализе с помощью микроскопа.

Примечание — Точкой считают такие наблюдения, при которых в область координатной сетки с 20 точками пересечения (перекрестиями) попадают мацералы и/или минеральное вещество. Точку учитывают при подсчете только в случае, если на частицу определяемого компонента попадает не менее 10 перекрестий.

4 Сущность метода

Исследование под микроскопом в отраженном свете и процедуру подсчета точек проводят на представительной пробе угля, подготовленной в виде аншлиф-брикета в соответствии с *ГОСТ Р 55663*.

Идентификацию микролитотипов проводят в иммерсионной среде по их мацеральному составу. Количественное соотношение мацералов устанавливают с помощью окуляра, имеющего сетку с 20 точками пересечений. Крайние линии сетки расположены на расстоянии 50 мкм друг от друга в направлении оси *x* (абсцисса) и оси *y* (ордината). Использование такой сетки позволяет выполнять анализы при условии минимальной объемной доли мацерала на исследуемом участке 5 % и минимального размера угольных частиц 50 мкм.

5 Аппаратура

5.1 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.

5.2 Пластинка окулярная с сеткой, имеющей 20 пересечений, как показано на рисунке 1. Расстояние между крайними пересечениями как в направлении оси *x*, так и в направлении оси *y*, составляет 50 мкм.

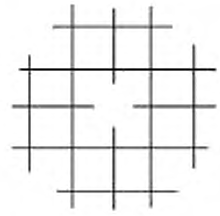


Рисунок 1 — Сетка для микролитотипного анализа

Примечания

1 При общем числе пересечений, равном 20, мацерал, находящийся под одним пересечением, допускается рассматривать как занимающий 5 % (по объему) площади, покрываемой сеткой окуляра.

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

5.3 Столик предметный с устройством для его перемещения, позволяющий передвигать препарат в направлении оси *x* с одинаковым шагом такой длины, что только незначительно малая доля исследуемых частиц может быть подсчитана более одного раза. Для аншлиф-брикетов со стандартным верхним пределом размера частиц 1,0 *или 1,6 мм* длина шага равна половине максимального размера частицы, т. е. 0,5 *или 0,8 мм соответственно*. Столик также может перемещаться на такое же количество шагов в направлении оси *y*. Перемещение столика допускается осуществлять вручную или автоматически при непосредственной связи со счетчиком или компьютером. Предметный столик входит в состав микроскопа.

5.4 Счетчик, регистрирующий точки каждой категории и с возможностью подсчета общего итога.

При совмещении микроскопа с компьютером подсчет допускается проводить оператору с помощью счетчика компьютерной программы.

5.5 Пресс для установки поверхности препарата параллельно предметному стеклу.

5.6 Стекла предметные по ГОСТ 9284.

6 Материалы

6.1 Масло иммерсионное по ГОСТ *13739 с показателем преломления при 23 °С и длине волны 546 нм, равным 1,5180 ± 0,0004.*

6.2 Пластилин для закрепления исследуемого образца.

7 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовку проб для испытаний проводят в соответствии с *ГОСТ Р 55663*.

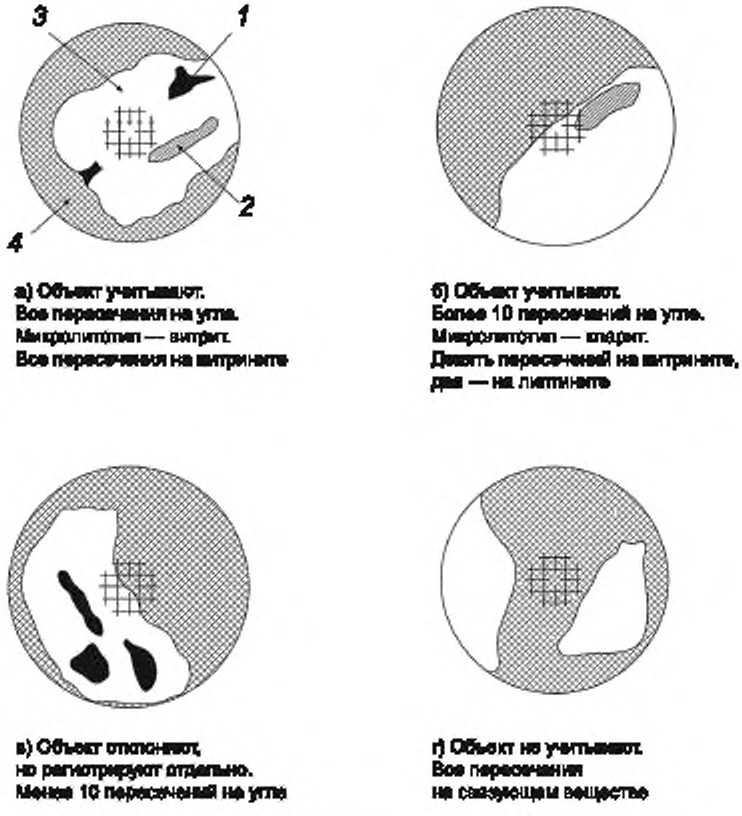
8 Проведение измерений

8.1 Вставляют пластинку с сеткой (5.2) в окуляр микроскопа (5.1).

8.2 Настраивают микроскоп для работы в отраженном свете в соответствии с инструкцией по его эксплуатации.

Помещают подготовленный по разделу 7 препарат на предметное стекло (5.6), закрепляют его с помощью пластилина (6.2) и выравнивают с помощью пресса (5.5), а затем устанавливают на столик микроскопа (5.3). Наносят иммерсионное масло (6.1) на поверхность препарата, проводят фокусировку и наблюдают изображение в микроскопе.

8.3 Подсчитывают число пересечений сетки, расположенных на угольной частице, чтобы решить, регистрировать ли данный объект при анализе и если да, то отнести его к микролитотипу, карбомининту или минериту. Если число пересечений на одной угольной частице равно 10 или более, объект должен быть учтен при анализе. Если ни одно пересечение не попадает на уголь или минеральное вещество, то наблюдение не учитывают (т. е. не регистрируют). Если число пересечений менее 10, то объект регистрируют как неустановленную категорию и столик перемещают на один шаг. Число таких отклоненных объектов не должно превышать 10 % 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 препарат при наличии материала. Если это невозможно, то следует сделать соответствующую запись в протоколе испытаний. Идентификацию мацералов под отдельным пересечением линий проводят в соответствии с ГОСТ Р *55662*. Примеры оценки пригодности отдельной частицы для принятия или отклонения при выполнении наблюдений приведены на рисунке 2.



1 — инертинит; *2* — липтинит; *3* — витринит; *4* — связующее вещество

Рисунок 2 — Примеры оценки пригодности объекта для регистрации при выполнении наблюдений

8.4 Если объект наблюдения принят для анализа, подсчитывают число пересечений, расположенных на минеральном веществе. Если число пересечений на минеральном веществе превышает число, указанное в таблице 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 относят к микролитотипу

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

8.5 Если частица отнесена к микролитотипам, ее идентифицируют в соответствии с таблицей 2, не учитывая пересечения на карбонатах, глинистых минералах или кварце.

Таблица 2 — Критерии разграничения микролитотипов

Микролитотип	Расположение пересечений линий на угле
Витрит	Все пересечения на витрините
Липтит	Все пересечения на липтините
Инертит	Все пересечения на инертините
Кларит	Все пересечения на витрините и липтините, по крайней мере одно пересечение на каждой из двух групп мацералов
Дюрит	Все пересечения на инертините и липтините, 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 количествах, не превышающих указанные в таблице 1 пределы.

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

Таблица 3 — Критерии разграничения карбоминеритов (за исключением карбополиминеритов 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 — Критерии разграничения карбополиминеритов

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

При использовании таблицы 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 быть идентифицирован как карбанкерит, карбаргилит, карбосилицид, карбопирит или карбополиминерит 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 таблице 4, то карбоминерит называют карбополиминеритом. В случае превышения показателей, указанных в таблице 4, объект относят к минериту.

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

8.8 Завершив идентификацию точки, 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 продолжить исследование при перемещении препарата параллельно оси *x* в обратном направлении.

Общее число приемлемых точек должно составлять не менее 500.

Примечание — Для определения микролитотипа принимают во внимание только группу мацералов или группы, видимые под пересечениями линий. Если под пересечения сетки попадает естественная граница между двумя различными микролитотипами, определение проводят, как если бы границы не было, т. е. в соответствии с 8.3—8.7.

9 Обработка результатов

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

Число подсчитанных точек и доля неучтенных наблюдений, выраженная в процентах, должны быть указаны в протоколе испытания.

Пример записи результатов приведен в таблице 5.

Таблица 5 — Пример записи результатов

Образец №	Дата:	
Микролитотип	Число подсчитанных точек	Объемная доля, %
Витрит	101	20
Липтит		
Инертит	64	13
Кларит	57	11
Дюрит	115	23
Витринертит		
Тримацерит	141	28
	Сумма микролитотипов	95
Карбаргилит	13	3
Карбанкерит		
Карбосилицид		
Карбопирит	5	1
Карбополиминерит		
	Сумма карбоминеритов	4

Окончание таблицы 5

Образец №	Дата:	
Микролитотип	Число подсчитанных точек	Объемная доля, %
Минерит	4	1
	Общая сумма	100

Общее число подсчитанных точек — 500.

Процент неучтенных наблюдений — 7.

В таблице 6 приведен пример представления характеристики мацералов угля, входящих в состав карбоминерита и минерита.

Таблица 6 — Характеристика мацералов угля, входящих в состав карбоминерита и минерита (пример)

Карбоминерит/минерит (детально)	Группа мацералов*	Число подсчитанных точек	Доля подсчитанных точек карбоминерит/минерит, %
Карбаргилит	Vt	3	20
	Vt + L	12	80
Карбопирит	Vt	1	20
	Vt + L	3	60
	Vt + L + I	1	20
Минерит	Vt + I	5	100
* L —липтинит; I — инертинит; Vt — витринит.			

10 Прецизионность

10.1 Повторяемость

Предел повторяемости результатов определения объемной доли компонентов, выраженных в процентах, представляет собой максимальное допускаемое расхождение между результатами двух отдельных определений, основанных на одинаковом количестве подсчитанных точек, выполненных одним и тем же оператором на одном и том же аншлиф-брикете с использованием одной и той же аппаратуры при доверительной вероятности P = 95 %.

Предел повторяемости r вычисляют по формуле

$$r = (2\sqrt{2}) \cdot \sigma_t, \tag{1}$$

где σ_t — теоретическое среднеквадратичное отклонение.

При условии, что оператор допускает незначительные (не принимаемые в расчет) ошибки при идентификации микролитотипов, теоретическое среднеквадратичное отклонение результатов анализов σ_t вычисляют по формуле

$$\sigma_t = \sqrt{\frac{p(100-p)}{N}}, \tag{2}$$

где p — объемная доля каждого идентифицированного микролитотипа, %;

N — общее число подсчетов.

Значения теоретического среднеквадратичного отклонения и предела повторяемости, вычисленные по 500 подсчитанным точкам для различных значений объемной доли микролитотипа, приведены в таблице 7.

Таблица 7

Объемная доля, %	Среднеквадратичное отклонение σ_t, об. %	Предел повторяемости $r = (2\sqrt{2}) \cdot \sigma_t$
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

10.2 Воспроизводимость

Предел воспроизводимости результатов определения объемной доли компонентов, выраженных в процентах, представляет собой максимальное допускаемое расхождение между результатами двух отдельных определений, основанных на одинаковом количестве подсчитанных точек, выполненных двумя разными операторами с использованием различной аппаратуры на двух разных аншлиф-брикетах, изготовленных из дубликатов одной и той же пробы, при доверительной вероятности P = 95 %.

Предел воспроизводимости R вычисляют по формуле

$$R = (2\sqrt{2}) \cdot \sigma_0, \tag{3}$$

где σ_0 — наблюдаемое среднеквадратичное отклонение.

Значения наблюдаемого среднеквадратичного отклонения, как правило, превышают значения теоретических величин, приведенных в таблице 7, вследствие различий между дубликатами пробы, а также различий в проведении определения разными операторами. В настоящее время нет достаточных данных, чтобы оценить влияние этих различий на идентификацию компонентов при проведении межлабораторных испытаний.

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать следующую информацию:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) полную информацию, необходимую для идентификации пробы;

c) число точек, зарегистрированных (подсчитанных) при анализе и долю (в процентах) неучтенных точек;

d) результаты анализа;

e) природу угля, ассоциированного с карбоминеритом и минеритом (если таковая определялась).

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных национальных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного национального стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта
ГОСТ Р 58221—2018 (ИСО 7404-1:2016)	MOD	ISO 7404-1:2016 «Методы петрографического анализа углей. Часть 1. Словарь»
ГОСТ Р 55663—2013 (ИСО 7404-2:2009)	MOD	ISO 7404-2:2009 «Методы петрографического анализа углей. Часть 2. Методы подготовки проб углей»

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:

- MOD — модифицированные стандарты.

УДК 662.62:552.086:006.352 ОКС 75.160.10

Ключевые слова: уголь, петрографический анализ, микролитотип, карбоминерит, минерит, метод анализа

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 10.12.2020. Подписано в печать 25.12.2020. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26.
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.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru