ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 72220— 2025

УГЛИ КАМЕННЫЕ

Метод определения окисленности

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2025

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 «Твердое минеральное топливо»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 июля 2025 г. № 826-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 (*gost.e-ecolog.ru

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2025

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 КАМЕННЫЕ

Метод определения окисленности

Hard coals. Method for determination of oxidation

Дата введения — 2026—02—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает петрографический метод оценки окисленности каменных углей.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 147 (ISO 1928:2009) Топливо твердое минеральное. Определение высшей теплоты сгорания и расчет низшей теплоты сгорания

ГОСТ 1186 Угли каменные. Метод определения пластометрических показателей

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 32976 Угли каменные. Определение степени окисленности методом щелочной экстракции

ГОСТ 33814 Угли и продукты их переработки. Отбор проб со склада

ГОСТ ISO 13909-2 Уголь каменный и кокс. Механический отбор проб. Часть 2. Уголь. Отбор проб из движущихся потоков

ГОСТ ISO 13909-3 Уголь каменный и кокс. Механический отбор проб. Часть 3. Уголь. Отбор проб от стационарных партий

ГОСТ Р 55659 (ИСО 7404-5:2009) Методы петрографического анализа углей. Часть 5. Метод определения показателя отражения витринита с помощью микроскопа

ГОСТ Р 55660 Топливо твердое минеральное. Определение выхода летучих веществ

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 59012 Угли каменные. Определение окисленности методом потенциометрического титрования

ГОСТ Р 59248 Угли бурые, каменные, антрацит, горючие сланцы и угольные брикеты. Методы отбора и подготовки проб для лабораторных испытаний

ГОСТ Р 59252 Угли бурые, каменные, антрацит и горючие сланцы. Метод отбора пластовых проб

ГОСТ Р 59253 Угли бурые, каменные, антрацит и горючие сланцы. Метод отбора эксплуатационных проб

ГОСТ Р 59258 Угли бурые, каменные и антрацит. Метод определения гигроскопической влаги

ГОСТ Р ИСО 18283 Уголь каменный и кокс. Ручной отбор проб

Издание официальное

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.

4 Сущность метода

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

Примечание — Настоящий метод оценивает окисленность углей по наличию дефектов, возникших при окислении углей в пластах, а также при окислении добытого угля и угольной продукции, и не учитывает дефекты, возникающие в результате геологических или технологических процессов. Окисленность углей, установленная настоящим методом, не отражает изменение химического состава углей.

5 Средства измерения, испытательное, вспомогательное оборудование 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 Р 55659, ГОСТ Р 55662.

Окуляр микроскопа должен иметь перекрестие из тонких линий. Микроскоп подготавливают к работе в соответствии с ГОСТ Р 55659 и ГОСТ Р 55662.

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 проводят подсчет 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 Р 55659 с показателем преломления при 23 °С и длине волны 546 нм, равным (1,5180 ± 0,0004).

6 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовку проб проводят по ГОСТ 33814, ГОСТ ISO 13909-2, ГОСТ ISO 13909-3, ГОСТ Р 59248, ГОСТ Р 59252, ГОСТ Р 59253 и ГОСТ Р ИСО 18283.

7 Подготовка к испытанию

7.1 Из пробы, отобранной в соответствии с разделом 6, готовят аншлиф-брикет по ГОСТ Р 55663.

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

7.3 Устанавливают на предметный столик микроскопа 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.

7.4 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.

8 Порядок проведения испытаний

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

Примечания

1 Кратность увеличения микроскопа выбирают таким образом, чтобы добиться четкого изображения во всем поле зрения микроскопа и чтобы признаки окисления могли быть однозначно идентифицированы.

2 Не допускается изменять кратность увеличения микроскопа при выполнении измерений.

Окисленность анализируемой пробы определяют по наличию участков зерен с признаками окисления, а именно:

8.1.1 Если перекрестие окуляра попало на зерно, полностью находящееся в поле зрения, и на этом зерне наблюдают признаки окисления (один или более), такое зерно относят к окисленным. При этом точка пересечения тонких линий перекрестия может и не находиться на микропризнаке окисления.

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

8.1.3 Если перекрестие окуляра попадает на участки зерен без признаков окисления, 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.

8.1.4 При попадании перекрестия окуляра на связующее вещество отсчет не проводят.

8.1.5 При попадании перекрестия окуляра на зерно с признаками окисленности на границах мацералов или мацералов и минеральной части, отсчет проводят с осторожностью, поскольку границы мацералов или мацералов и минеральной части могут иметь признаки нарушенности, не связанные с окисленностью. В случае сомнений в диагностике окисленности на указанных участках, следует рассматривать совокупность признаков: понижение рельефа, рыхлость краев трещин, их разветвленность и т. п.

8.2 Передвигают аншлиф-брикет 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.

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

8.4 Делают не менее 400 подсчетов участков. Проводят повторный подсчет участков на том же аншлиф-брикете. Если результат повторного измерения не соответствует требованиям по 10.1, испытания проводят на другом аншлиф-брикете, приготовленном из одной и той же пробы угля.

8.5 При установлении зоны окисления углей, рекомендуется одновременно с петрографическим анализом определять теплоту сгорания по ГОСТ 147, гигроскопическую влагу по ГОСТ Р 59258, выход летучих веществ ГОСТ Р 55660, а для спекающихся углей — пластометрические показатели по ГОСТ 1186.

8.6 При обнаружении признаков окисления, рекомендуется также определять окисленность пробы угля методом щелочной экстракции по ГОСТ 32976, методом потенциометрического титрования по ГОСТ Р 59012.

8.7 К неокисленным участкам угольных зерен относят участки без признаков окисления (см. приложение А, рисунок А.1).

8.8 К признакам окисления относят следующие:

- наличие клиновидных и разветвленных трещин в угольных зернах (см. приложение А, рисунки А.2—А.9).

В менее окисленных углях трещины имеют клиновидную форму и располагаются по краям угольных зерен (см. приложение А, рисунки А.2, А.3). Иногда край зерна с клиновидными трещинами имеет понижение рельефа и изменение цвета витринита до зеленоватого по краям трещин (приложение А, рисунки А.4 и А.5).

В более окисленном угле трещины окисления распространяются в глубину зерна и при этом приобретают ветвистое строение, иногда также имеется изменение цвета по краям трещин (см. приложение А, рисунки А.6—А.9);

- наличие пустот и каверн выщелачивания, резко выделяющихся черным цветом на общем светлом фоне полированного угля (см. приложение А, рисунки А.10 и А.11);

- наличие дезинтеграции угольных зерен (см. приложение А, рисунки А.12—А.15). Дезинтеграция наблюдается под микроскопом в виде нарушения монолитности угольных зерен многочисленными трещинами (см. рисунок А.11), многочисленными трещинами и пустотами выщелачивания (см. рисунок А.12), многочисленными пустотами и кавернами (см. рисунки А.14 и А.15). Появление дезинтеграции зерен в угле указывает на значительную глубину процесса окисления.

9 Обработка результатов

Показатель окисленности пробы угля $ОК_п$, %, вычисляют по формуле

$$ОК_п = \frac{(B \cdot 100)}{(B + H)}, \quad (1)$$

где B — число участков зерен аншлиф-брикета с признаками окисления;

H — число участков зерен аншлиф-брикета без признаков окисления.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух определений.

При необходимости проводят дифференцированное вычисление показателя окисленности пробы угля для участков зерен с признаками окисления различных видов (см. приложение Б).

10 Прецизионность

10.1 Повторяемость

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

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

10.2 Воспроизводимость

Данные приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Допускаемое расхождение между результатами определений при доверительной вероятности P = 95 %

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

Приложение А
(справочное)

Микрофотографии аншлиф-брикетов неокисленного угля и окисленных углей с разными видами признаков окисления, выполненные при увеличении 400×

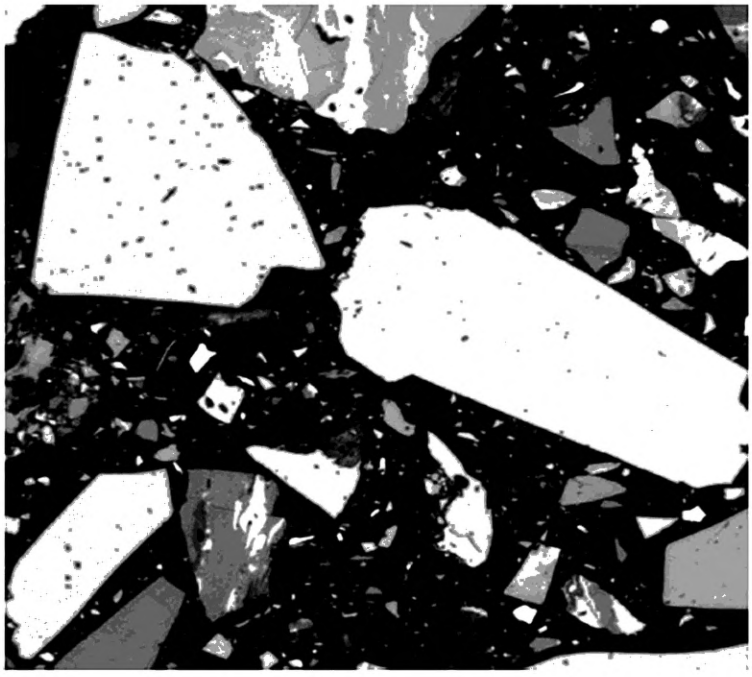


Рисунок А.1 — Неокисленные угольные зерна без признаков окисления

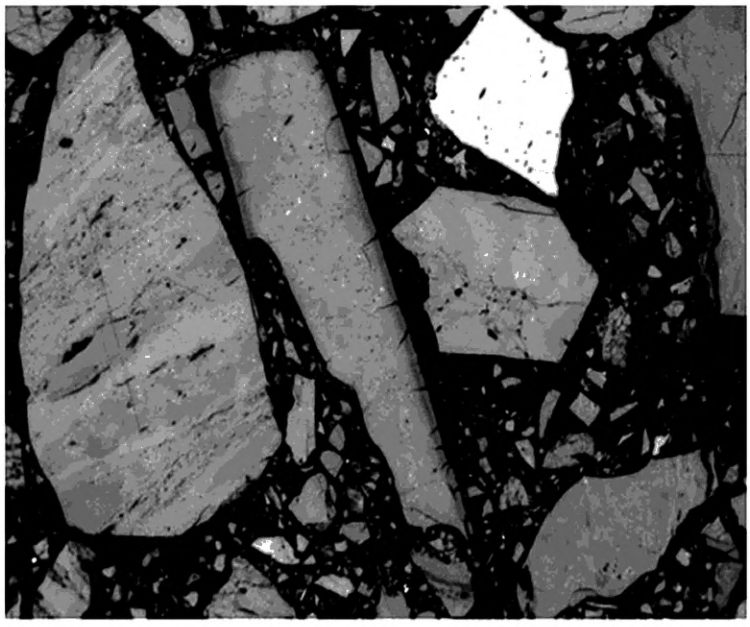


Рисунок А.2 — Клиновидные трещины по краям зерна с понижением рельефа

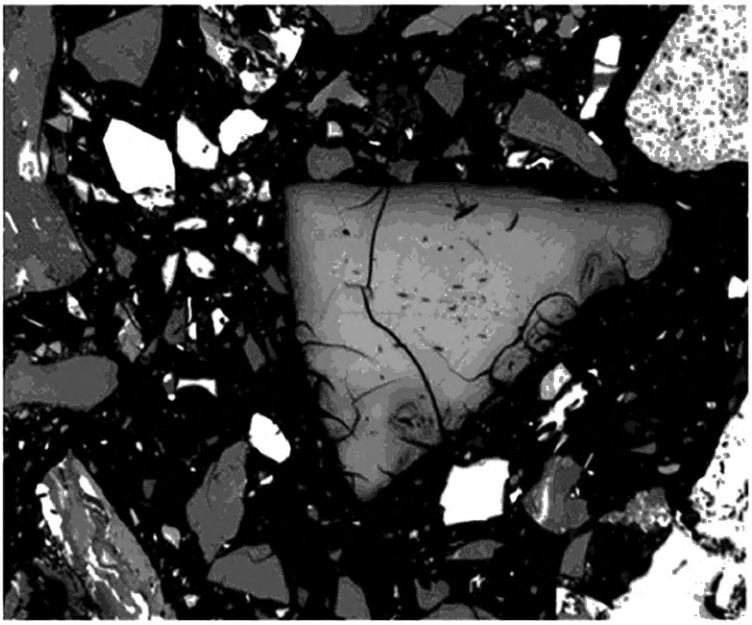


Рисунок А.3 — Клиновидные трещины по краям зерна с понижением рельефа

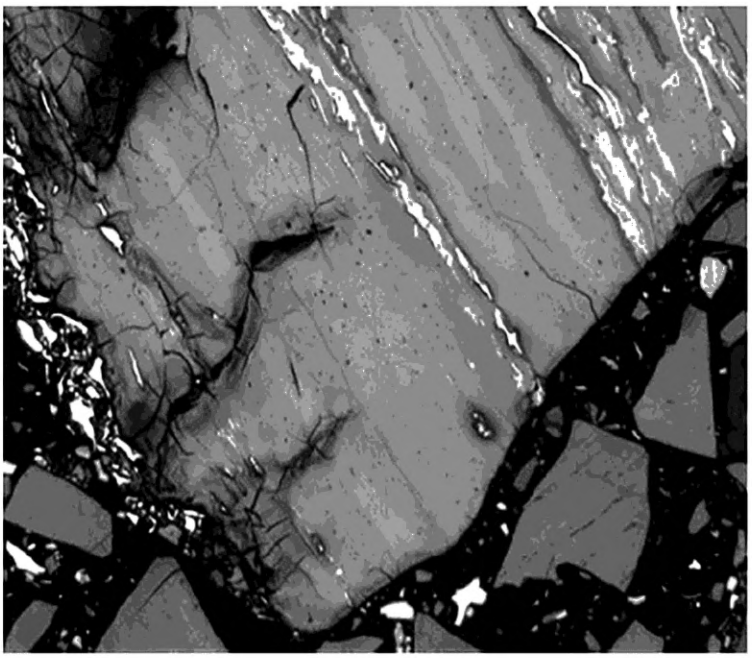


Рисунок А.4 — Клиновидные трещины и глубокие трещины с понижением рельефа и изменением цвета витринита по краям трещин

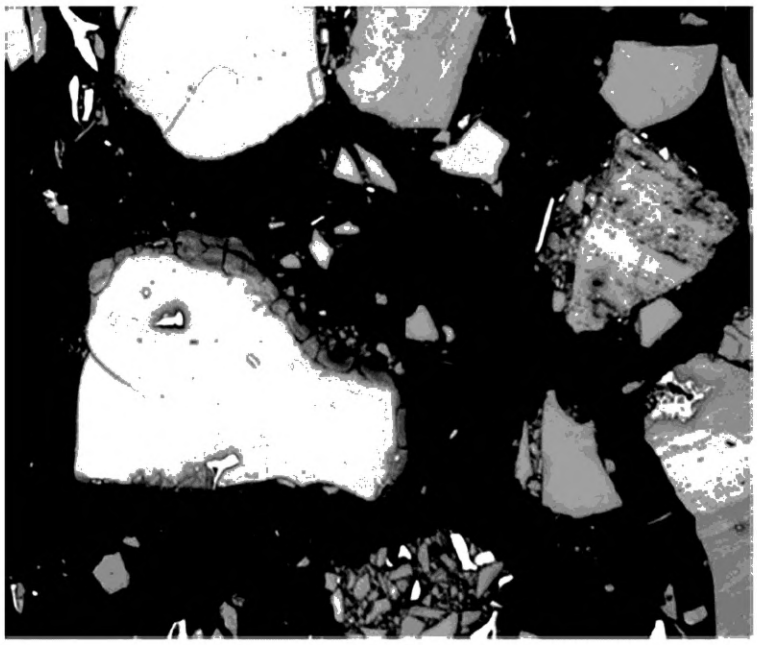


Рисунок А.5 — Клиновидные трещины по краям зерна с понижением рельефа

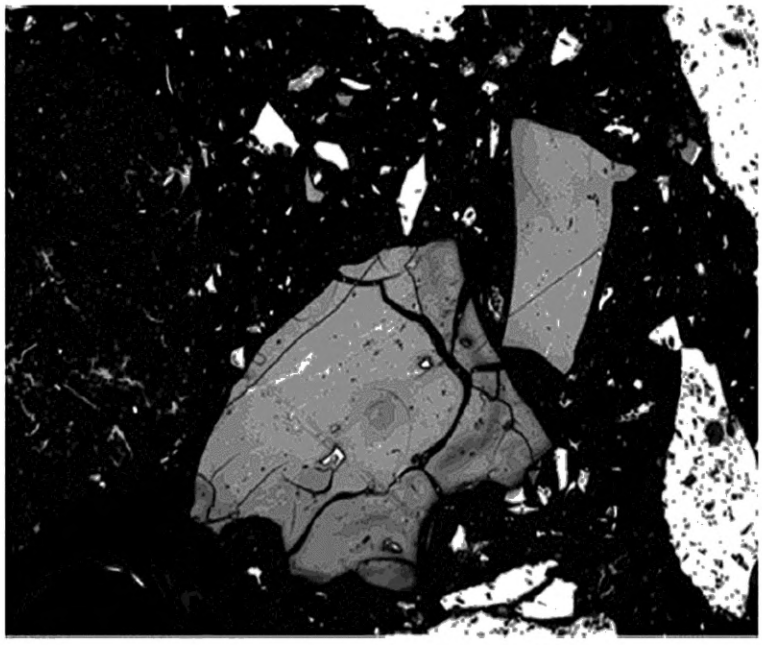


Рисунок А.6 — Клиновидные и разветвленные трещины

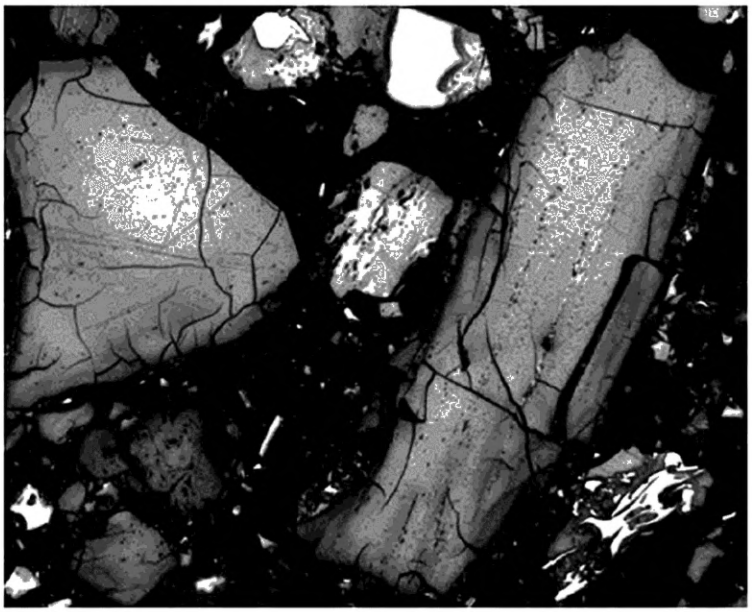


Рисунок А.7 — Клиновидные и разветвленные трещины

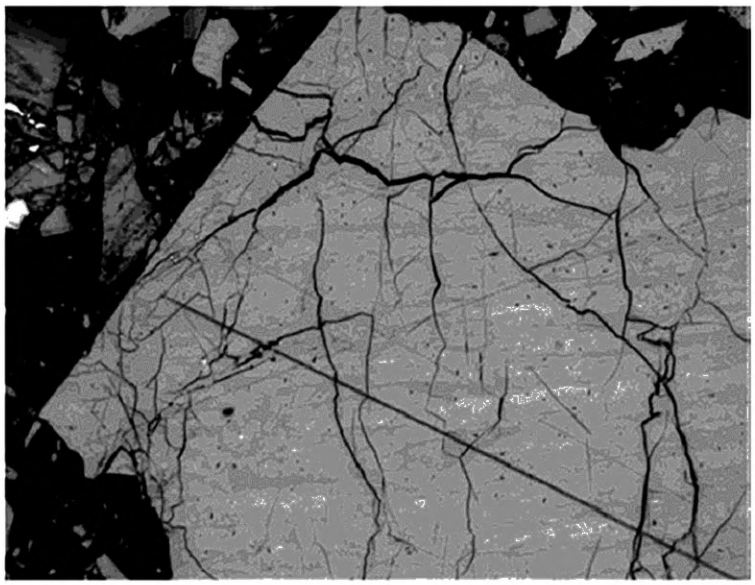


Рисунок А.8 — Клиновидные и разветвленные трещины, проникающие в глубину зерна

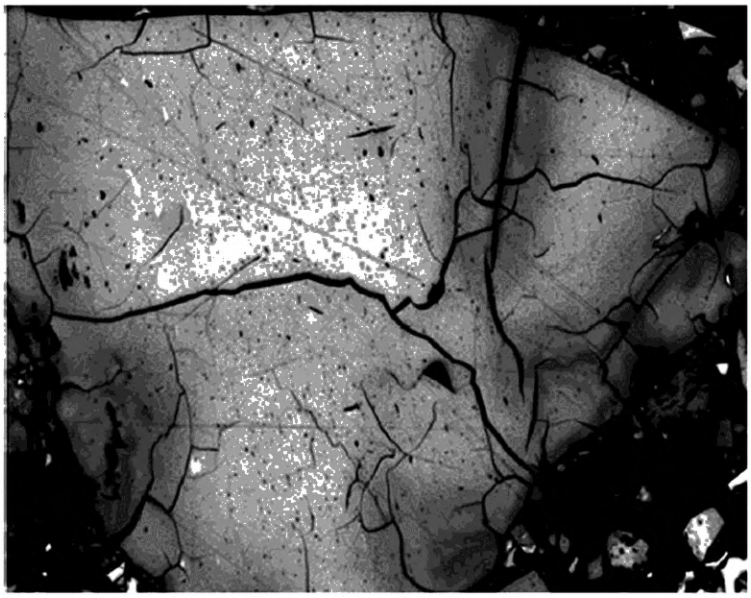


Рисунок А.9 — Клиновидные и разветвленные трещины, проникающие в глубину зерна, некоторые с понижением рельефа витринита

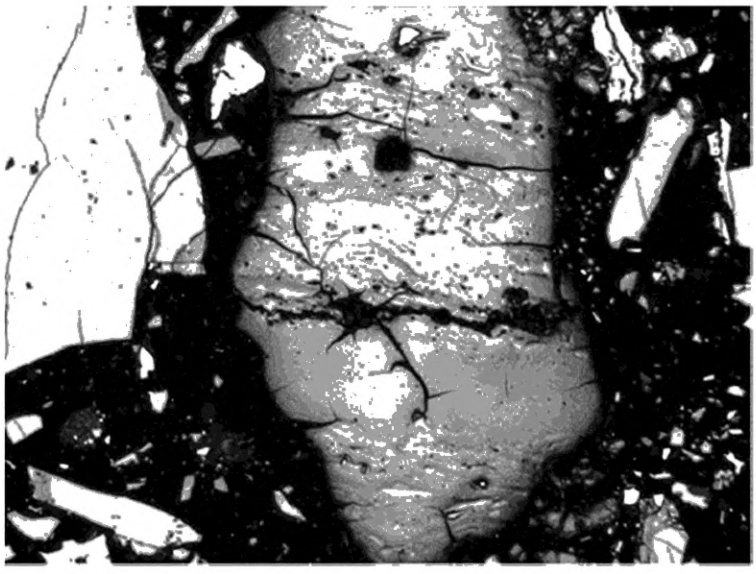


Рисунок А.10 — Пустоты и каверны выщелачивания

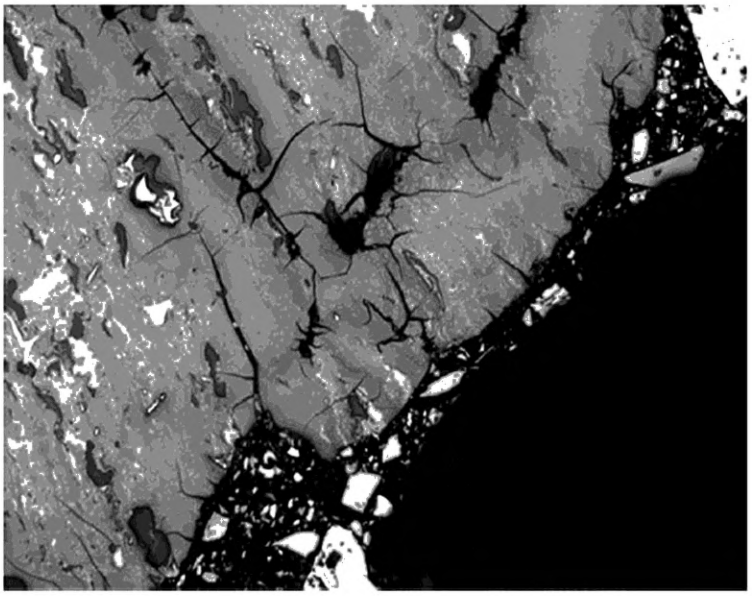


Рисунок А.11 — Краевые клиновидные трещины, разветвленные трещины, пустоты выщелачивания

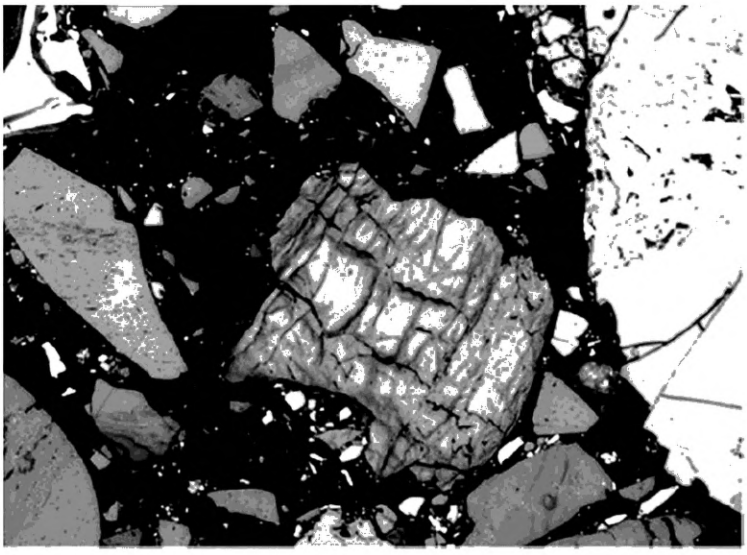


Рисунок А.12 — Дезинтеграция частицы угля

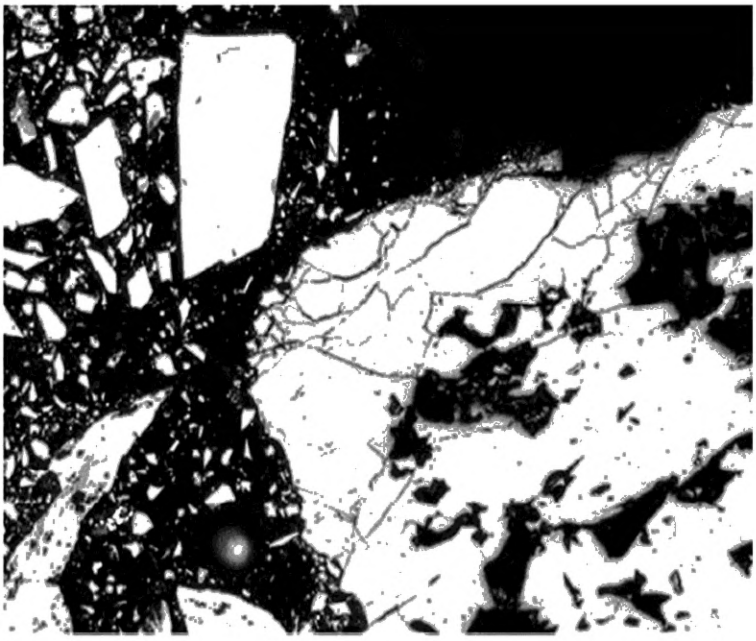


Рисунок А.13 — Дезинтеграция зерна угля с пустотами и многочисленными трещинами

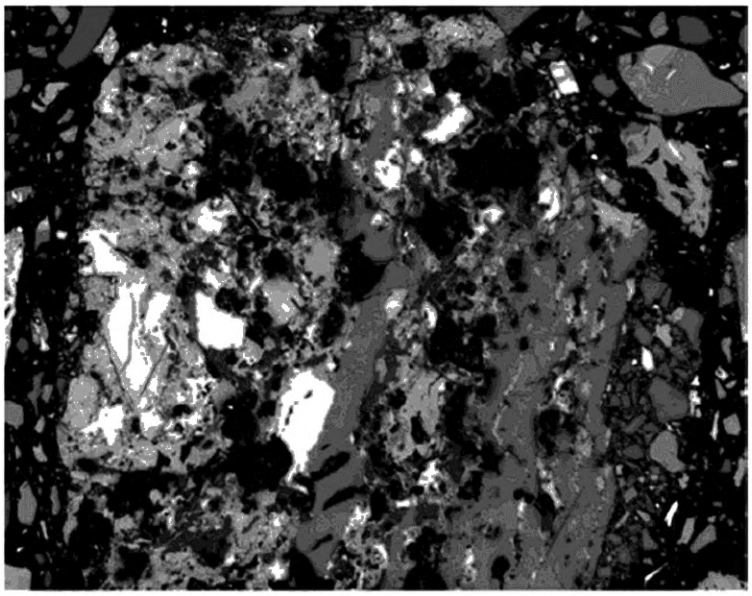


Рисунок А.14 — Дезинтеграция зерна угля с пустотами и кавернами

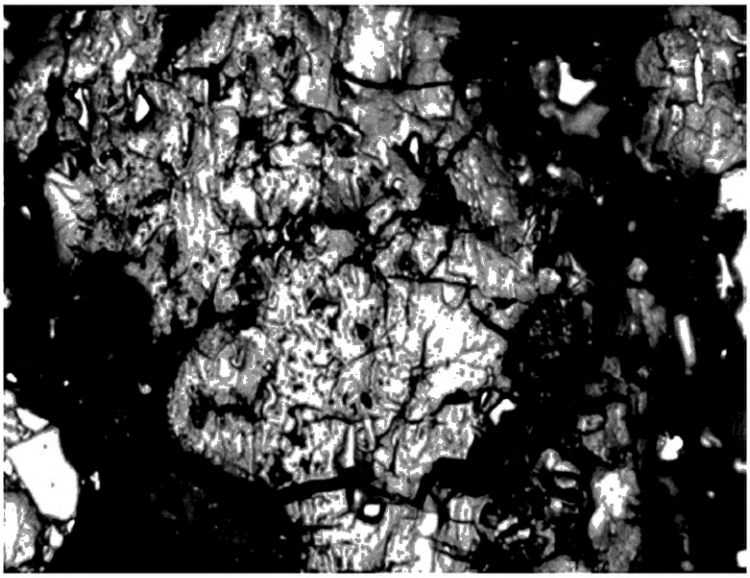


Рисунок А.15 — Глубокая дезинтеграция зерен угля

Приложение Б
(справочное)

Дифференцированный подсчет окисленных участков

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

Для этого необходимо закрепить клавиши счетчиков или клавиатуры за признаками окисления различных видов по 8.8: 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.

Б.1 Дифференцированный расчет окисленности пробы угля по разным видам признаков окисления, отнесенным ко всем просмотренным участкам зерен, OK_d, %, проводят по формуле

$$OK_d = \frac{B_i \cdot 100}{B_i + B_j + H}, \quad (Б.1)$$

где B_i — число участков зерен аншлиф-брикета с признаками окисления определенного вида;

B_j — число участков зерен аншлиф-брикета с признаками окисления других видов;

H — число участков зерен аншлиф-брикета без признаков окисления.

В B_j могут быть включены как участки зерен с признаками строго одного вида, так и сгруппированные признаки, близкие по глубине окисления.

Например:

$B_{i,1}$ — количество участков зерен с клиновидными трещинами;

$B_{i,2}$ — количество участков зерен с клиновидными трещинами, проникающими в глубину зерна;

$B_{i,3}$ — количество участков зерен с клиновидными трещинами, проникающими в глубину зерна, разветвленные.

Тогда значение B_i вычисляют по формуле

$$B_i = B_{i,1} + B_{i,2} + B_{i,3}, \quad (Б.2)$$

а в B_j будут включены все зерна с другими признаками окисления, например, с изменением цвета по краям трещин, с кавернами выщелачивания, с дезинтеграцией.

Указание на такой расчет должно быть приведено в протоколе испытания.

Б.2 В ряде случаев может возникнуть необходимость оценить, какую долю участки зерен с признаками окисления определенного вида составляют не от всех просмотренных участков зерен, а только от участков зерен с признаками окисления, обнаруженных при подсчете. Такая оценка позволяет охарактеризовать глубину окисления пробы угля.

Расчет окисленности пробы угля по разным видам признаков окисления, отнесенным ко всем участкам зерен в пробе с признаками окисления $OK_{d,ok}$, %, проводят по формуле

$$OK_{d,ok} = \frac{B_i \cdot 100}{B_i + B_j}. \quad (Б.3)$$

УДК 662.7:006.354 ОКС 73.040

Ключевые слова: угли каменные, метод определения окисленности

Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 31.05.2025. Подписано в печать 05.08.2025. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,48.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
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