ГОСТ 9414.3—93
(ИСО 7404—3—84)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УГОЛЬ КАМЕННЫЙ И АНТРАЦИТ

МЕТОДЫ ПЕТРОГРАФИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Часть 3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГРУПП МАЦЕРАЛОВ

Издание официальное

БЗ 11—12—94

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Госстандартом России

ВНЕСЕН Техническим секретариатом Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 21 октября 1993 г.

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Беларусь	Белстандарт
Республика Кыргызстан	Кыргызстандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикстандарт
Туркменистан	Туркменглавгосинспекция

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 02.06.94 № 160 межгосударственный стандарт ГОСТ 9414.3—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1995 года

4 ВЗАМЕН ГОСТ 9414.3—74 в части, касающейся сущности метода, проведения анализа, обработки результатов (разд. 1, 3, 5, 6)

© ИПК Издательство стандартов, 1995

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен на территории Российской Федерации в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

УДК 662.62:543:06:006.354 Группа А19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УГОЛЬ КАМЕННЫЙ И АНТРАЦИТ

Методы петрографического анализа. Часть 3. Метод определения групп мацералов

Methods for the petrographic analysis of bituminous coal and anthracite Part 3 Method of determining maceral group composition

ГОСТ 9414.3—93 (ИСО 7404—3—84)

ОКСТУ 0309

Дата введения 1995—01—01

ВВЕДЕНИЕ

Мацералы представляют собой различимые под микроскопом органические составляющие угля и могут быть объединены по близким химико-технологическим свойствам в мацеральные группы: витринит, *семивитринит,* экзинит (*липтинит*) и инертинит. *Группу семивитринита выделяют при его объемной доле в угле свыше 3 %.* Свойства данного угля определяются количественными соотношениями и ассоциациями присутствующих мацералов и минералов, а также стадией метафорфизма угля. Метод определения мацеральных групп, установленный настоящим стандартом, применим только к определениям в отраженном белом свете. Определения с использованием других методик, например флуоресцентной микроскопии, могут дать отличающиеся результаты.

Кроме мацералов, в угле можно идентифицировать определенные минералы, которые можно или определять как отдельную категорию, или не учитывать. Так как некоторые минеральные вещества не могут быть удовлетворительно определены под микроскопом, подсчет полного содержания минеральных веществ может быть произведен по зольности.

Дополнения и изменения, отражающие потребности народного хозяйства, выделены курсивом.

Издание официальное

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает метод определения количественного содержания групп мацералов (и при необходимости минеральных веществ). Метод применим только для измерений, выполняемых на полированных аншлиф-брикетах в отраженном белом свете. При необходимости этим же методом можно определить соотношение отдельных мацералов. Метод не применим к определению количественных соотношений природных ассоциаций мацералов, т. е. микролитотипов, определяемых по ГОСТ 28823.

2. ССЫЛКИ

ГОСТ 17070*	«Угли. Термины и определения».
ГОСТ 9414.1	«Угли бурые, каменные и антрациты. Метод определения петрографического состава.
ГОСТ 9414.2	«Каменный уголь и антрацит. Методы петрографического анализа. Часть 2. Метод подготовки образцов угля».
ГОСТ 28823	«Битуминозный уголь и антрацит. Методы петрографического анализа. Часть 4. Метод определения микролитотипов, карбоминеритного и минеритного состава».
ГОСТ 12113**	«Угли бурые, каменные, антрацит, твердые рассеянные органические вещества и углеродистые материалы. Метод определения показателей отражения».

3. ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В настоящем стандарте применяются термины и определения, установленные в ГОСТ 17070 и ГОСТ 9414.1.

4. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Аншлиф-брикет изготовляют из представительной пробы угля по ГОСТ 9414.2. Аншлиф-брикет исследуют под микроскопом в отраженном свете и идентифицируют мацералы в иммерсионной среде, сравнивая их по показателю отражения, цвету, морфологии,

---

* Допускается до введения ИСО 7404.1 в качестве государственного стандарта.

** Допускается до введения ИСО 7404.5 в качестве государственного стандарта.

высоте микрорельефа, структуре, степени ее сохранности, а также по размерам. Их количественное соотношение определяют методом подсчета точек.

Минеральные включения определяют в воздушной среде по показателю отражения, высоте микрорельефа, цвету и форме залегания.

5. МАТЕРИАЛЫ

Иммерсионная среда с подходящим показателем преломления, совместимым с объективом микроскопа.

Примечание. При определении показателя отражения мацералов следует применять иммерсионное масло *по ГОСТ 13739 с показателем преломления* $n_D = 1{,}515—1{,}520$ *при температуре 20—25 °С.*

6. АППАРАТУРА

6.1. Микроскоп для отраженного света с иммерсионным объективом с увеличением от 25 до 60× и окуляром с увеличением от 8 до 12×. Окуляр снабжен пластинкой с перекрестием из тонких линий.

Допускаются микроскопы, позволяющие проводить исследование в отраженном свете в воздушной и иммерсионной средах, обеспечивающие общее увеличение от 250 до 600×.

6.2. Механический предметный столик или *препаратоводитель,* позволяющие передвигать образец в горизонтальном направлении с одинаковым шагом такой длины, чтобы только в незначительной части исследуемых частиц производили более одного подсчета на одной и той же частице. Длина шага равна половине максимального диаметра частицы, т. е. 0,5—0,6 мм для проб со стандартным верхним размером частиц 1 мм. Препаратоводитель также позволяет передвигать образец с таким же шагом в перпендикулярном направлении. Перемещение в горизонтальном направлении предпочтительно производить с помощью счетного механизма, а в перпендикулярном можно выполнять вручную.

6.3. Счетчик, позволяющий регистрировать число точек каждой категории. Желательно производить общий подсчет петрографических компонентов.

Допускается применять интеграционное устройство (МИУ) или пушинтегратор (системы Глаголева), или счетчик, применяемый в медицине при определении лейкоцитарной формулы крови.

6.4. Оборудование для установки образца, включающее предметные стекла *по ГОСТ 9284,* пластилин и пресс для установки поверхности препарата параллельно предметному стеклу.

7. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Настраивают микроскоп на освещение Келера. Аншлиф-брикет после выравнивания помещают на предметный столик и *закрепляют в лапках препаратоводителя.* На поверхность брикета наносят иммерсионную среду (разд. 5) производят фокусировку и наблюдают изображение в микроскопе. Идентифицируют вещество, находящееся на пересечении линий и производят подсчет точек, как показано в табл. 1.

Таблица 1

Положение точки пересечения линий	Операция
Витринит (Vt), липтинит (L) или инертинит (I)	Регистрируют точку на счетчике для соответствующей группы мацералов
Связующее	Точку не учитывают
Минеральное вещество (ММ)	Регистрируют точку на счетчике для пирита, глинистых минералов и т д или не учитывают ее (см. введение и разд 9)
Граница между мацералами или мацералом и связующим	Исследуют по очереди вещества, непосредственно примыкающие к пересечению линий в верхнем справа (*А*), нижнем справа (*В*), нижнем слева (*С*) и верхнем слева (*Д*) секторах Выбирают то вещество, границы которого выходят за пределы сектора и регистрируют точку на счетчике для этого вещества (см. черт).
Полая пора в мацерале или пустота	Точку не учитывают.

Передвигают брикет на один шаг в направлении слева направо и продолжают подсчет вдоль всего образца. В конце брикет перемещают на шаг примерно такой же длины в перпендикулярном направлении и ведут отсчет, перемещая брикет в обратном направлении, параллельно предыдущему и т. д.

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

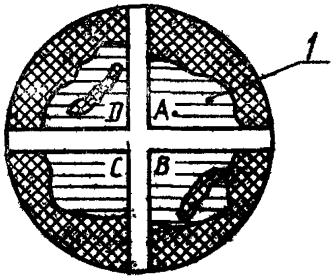
Всего делают не менее 500 подсчетов точек.

При необходимости определения минеральных включений подсчет производят в два этапа.

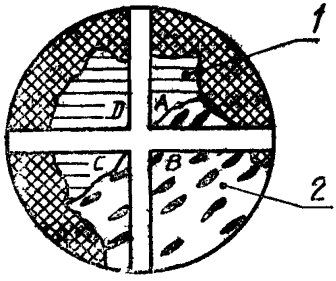
На первом этапе подсчитывают содержание минеральных включений с подразделением их на отдельные минералы в аншлиф-брикетах с сухим объективом при увеличении 200—300×. Содер-

Нормальные и граничные положения между мацералами или между мацералами и связующими

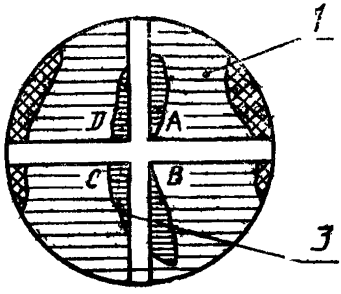
а) Нормальный случай — отсчет точек в секторе *A*



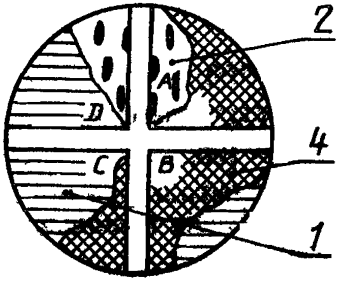
б) Граничный случай — отсчет точек в секторе *B*



в) Граничный случай — отсчет точек в секторе *C*



г) Граничный случай — отсчет точек не производится



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

Примечание. Ширина пересекающихся линий увеличена для ясности.

жание органического вещества при этом подсчитывают без разделения на отдельные составляющие.

На втором этапе подсчитывают содержание отдельных мацералов или их групп с применением иммерсии и иммерсионного объектива при увеличении 250—600×.

При анализе петрографически однородных углей или углей известного петрографического состава подсчет производят на одном аншлиф-брикете один раз с обязательным контролем 5—10 % исследуемых проб. При исследовании углей пластов, по которым ранее не проводилось определение петрографического состава, или углей сложного петрографического состава с содержанием мацералов группы витринита менее 50 %, подсчет производят на двух аншлиф-брикетах, приготовленных из одной и той же пробы угля.

Для определения категории углей по ГОСТ 25543 по результатам петрографического анализа вычисляют содержание фюзенизированных компонентов на чистый уголь, равное сумме мацералов группы инертинита и двух третей группы семивитринита.

$$\Sigma OK = I + 2/3 S_V$$

8. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Объемную долю каждого компонента (p) в процентах вычисляют по формуле

$$p = \frac{n \cdot 100}{N},$$

где n — количество точек определяемого мацерала, группы мацералов или минеральных включений;

N — общее количество точек подсчета.

Результат округляют до целого числа.

В зависимости от того, учитывают или не учитывают минеральные вещества, окончательный результат рассчитывают по формулам:

а) без учета минеральных веществ

$$\% Vt + \% L + \% I = 100;$$

б) с учетом минеральных веществ

$$\% Vt + \% L + \% I + \% MM = 100;$$

в) с вычислением минеральных веществ расчетным путем

$$\% Vt + \% L + \% I + \% MM = 100.$$

В пункте в) минеральные вещества не учитывали при подсчете точек, но их объемная доля в процентах вычислена по зольности с помощью принятой эмпирической зависимости.

Применявшаяся методика и число точек подсчета должны быть указаны в протоколе анализа.

Примечание Примеры уравнений для подсчета объемной доли минеральных веществ, ММ, в процентах:

$$\% \ ММ = 0{,}61 W_A - 0{,}21; \quad (1)$$

$$\% \ ММ = \frac{W_м}{2{,}07 - 0{,}11 W_м}, \quad (2)$$

где W_A — массовая доля золы, % на воздушно-сухое состояние;

$W_м$ — массовая доля минеральных веществ, %, определяемая по уравнению

$$W_м = 1{,}08 W_A + 0{,}55 W_S,$$

в котором W_S — массовая доля серы, % на воздушно-сухое состояние.

Уравнение (2) основано на предполагаемой относительной плотности для мацералов и минеральных веществ 1,35 и 2,8 соответственно.

Как было установлено, эти уравнения подходят не для всех угольных бассейнов. При исследовании необходимо установить подходящее уравнение для анализируемых углей.

9. ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

9.1. Сходимость

Сходимость определений объемной доли компонентов в процентах представляет собой разность результатов двух определений с одинаковым числом точек подсчета, выполненных одним и тем же оператором на одном и том же брикете и с использованием одной и той же аппаратуры, при доверительной вероятности 95 %.

Сходимость может быть вычислена по формуле

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

где σ_t — теоретическое стандартное отклонение.

Если оператор допускает незначительные ошибки при классифицировании мацералов, стандартное отклонение результатов анализов можно вычислить на основании биномиального распределения.

Теоретическое стандартное отклонение (σ_t) вычисляют по формуле

$$\sigma_t = \sqrt{\frac{P(100-P)}{N}},$$

где N — общее число точек подсчета;

P — объемная доля данной группы мацералов в процентах от общего числа точек подсчета.

Таблица 2

Объемная доля мацералов (p), %	Стандартное отклонение σ_t	Коэффициент вариации $100 \cdot t/p$	Сходимость $(2\sqrt{2}) \cdot \sigma_t$
5	1,0	20	2,8
20	1,8	9	5,1
50	2,2	4,4	6,3
80	1,8	2,3	5,1
95	1,0	1,1	2,8

Примечание Например, если объемная доля витринита в образце равна 80 %, можно ожидать, что оператор получит два результата, отличающиеся меньше чем на 5,1 % по количеству точек (т е 78 % и 83 %) в 19 случаях из 20.

9.2. Воспроизводимость

Воспроизводимость определений объемной доли компонентов в процентах — разность двух результатов определений с одинаковым числом точек подсчета, выполненных двумя различными операторами на двух брикетах, изготовленных из двух различных порций одной и той же пробы, с использованием различной аппаратуры, при доверительной вероятности 95 %. Воспроизводимость вычисляют по формуле

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

где σ_0 — действительное стандартное отклонение.

Действительное стандартное отклонение обычно превышает теоретическое стандартное отклонение, приведенное в табл. 2, вследствие различий в идентификации мацералов различными операторами и различий между порциями пробы; они, как было установлено, отличаются от теоретических значений приблизительно в 1,5—2,0 раза в зависимости от стадии метаморфизма и неоднородности.

9.3. *Расхождения между результатами двух параллельных определений, выраженные в абсолютных процентах, не должны превышать значений, указанных в табл. 3.*

При получении результатов с расхождениями выше допускаемых производят третий подсчет.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух наиболее близких подсчетов в пределах допускаемых расхождений.

Таблица 3

Объемная доля мацералов, %	*Допускаемое расхождение, % абс.*	
	в одной лаборатории (сходимость)	*в разных лабораториях (воспроизводимость)*
До 5	3	5
Св. 5 до 20	4	7
» 20 » 40	5	10
» 40 » 60	6	12
» 60 » 80	5	10
» 80 » 95	4	8
» 95	3	5

10. ПРОТОКОЛ АНАЛИЗА

Протокол анализа должен включать следующую информацию:

а) ссылку на данный стандарт;

б) все подробности, необходимые для идентификации образца;

в) число точек подсчета;

г) учитывались, не учитывались или вычислялись расчетным путем минеральные вещества и (если вычислялись) по какому уравнению;

д) полученные результаты;

е) особенности образца, замеченные при анализе, которые могут иметь значение при применении результатов.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Обозначение соответствующего стандарта ИСО	Номер раздела, пункта
ГОСТ 9284—75	—	6.4
ГОСТ 9414.1—93	ИСО 7404—1—84	2; 3
ГОСТ 9414.2—93	—	2; 4
ГОСТ 12113—78	ИСО 7404—5—74	2
ГОСТ 13739—78	—	5
ГОСТ 17070—87	ИСО 7404—1—84	2; 3
ГОСТ 25543—88	—	7
ГОСТ 28823—90	ИСО 7404—4—84	1; 2

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *Н. С. Гришанова*
Корректор *В. И. Кануркина*

Сдано в наб. 23.05.95 Подп. в печ. 14.07.95 Усл. п. л. 0,70 Усл. кр.-отт. 0,70
Уч.-изд. л. 0,60 Тир. 270 экз. С 2618

ательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14
ая типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 1210
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru