МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОКСЫ НЕФТЯНЫЕ И ПЕКОВЫЕ

Метод оценки микроструктуры

ГОСТ 26132—84

Petroleum and pitch cokes.
Microstructure evaluation method

МКС 75.080
ОКСТУ 1909

Дата введения 01.07.85

Настоящий стандарт устанавливает метод оценки микроструктуры всех видов нефтяных и пековых коксов.

Сущность метода заключается в оценке микроструктуры коксов, основанной на сравнении микроструктур испытуемых образцов коксов с контрольной шкалой микроструктур.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 16799 и другой нормативно-технической документации.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Микроскоп металлографический типа МИМ-7 или аналогичный, позволяющий работать в отраженном плоскополяризованном свете.

Ступка фарфоровая с пестиком № 2 по ГОСТ 9147.

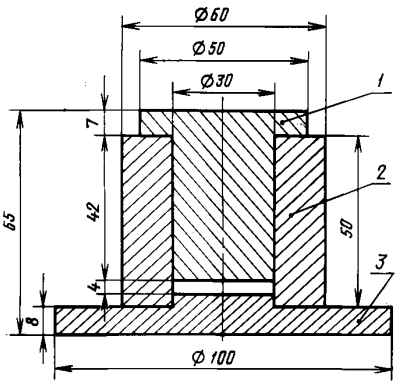
Дробилка щековая ДЛЩ-80х150.

Сита с сеткой № 1, 2 и 4 по ГОСТ 6613 и ГОСТ 3306.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Электропечь сопротивления камерная лабораторная типа СНОЛ-1, 6, 2, 5, 1/11- ИЗ УХЛ 4.2.

Пресс-форма



1 — плунжер; *2* — матрица; *3* — основание

Кастрюля фарфоровая № 1 по ГОСТ 9147.

Шпатель фарфоровый № 1 по ГОСТ 9147.

Ложка фарфоровая № 2 по ГОСТ 9147.

Шеллак чешуйчатый.

Пресс-форма (чертеж).

Стекла матовые толстые размером 200х200х(6—15) мм (3 шт.).

Станок шлифовально-полировальный модели 38816 завода шлифовальных станков «Нерис» или другой полировальный станок с частотой вращения диска порядка 13,3 $с^{-1}$.

Весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,02 г по ГОСТ 24104*.

Микропорошки корундовые марок М-5 или М-7; М-14 и М-28 по ГОСТ 5744.

Окись хрома техническая по ГОСТ 2912.

Сукно арт. 3644 или драп «Деми».

(Измененная редакция, Изм. № 1).

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

gost.e-ecolog.ru

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Подготовка проб

3.1.1. Объединенную пробу кокса, полученную по п. 1.1, дробят до размера зерен 0—10 мм, перемешивают и сокращают до 1 кг квартованием или при помощи механического делителя, затем снова перемешивают и квартованием сокращают до 0,1—0,2 кг. Если кокс поступил в сыром виде, то подготовленную пробу загружают в фарфоровые трубочки или стаканы (тигли), замазывают огнеупорной замазкой или плотно закрывают крышкой и загружают в нагревательную печь. Прокаливание ведут в лабораторной камерной электропечи типа СНОЛ, нагревая до (900±20) °С со скоростью 8—10 °С/мин. По достижении температуры 900 °С выдерживают в течение 1 ч, после чего охлаждают вместе с печью до комнатной температуры и выгружают кокс. Допускается прокаливание проводить по ГОСТ 22898. Пробу прокаленного кокса рассеивают через сита с сетками № 2 и 4. Частицы кокса, не прошедшие через сито с сеткой № 4, измельчают до получения зерен размером 2—4 мм. Частицы кокса размером менее 2 мм отбрасывают. Зерна размером 2—4 мм, полученные при первом, втором и последующих рассевах, соединяют и тщательно перемешивают. Из подготовленной средней пробы отбирают квартованием 6—8 г кокса для приготовления одного штабика.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.2. Приготовление шлифов-штабиков

3.2.1. *Прессование*

6—8 г подготовленной пробы помещают в фарфоровую кастрюлю и нагревают на электроплитке до температуры плавления шеллака (60±5) °С. К нагретому коксу прибавляют предварительно измельченный и просеянный через сито с сеткой № 1 шеллак в количестве $^1/_3$—$^1/_2$ объема кокса. Смесь по мере плавления шеллака тщательно перемешивают шпателем до образования однородной массы. Полученную массу помещают в пресс-форму (см. чертеж) и прессуют вручную с помощью плунжера в течение 10—15 с. Снимают матрицу с основания и плунжером выталкивают из нее готовый штабик. Для анализа из каждой пробы готовят два штабика. Допускается готовить один штабик, подвергая обработке оба торца штабика, как указано ниже, и анализируют каждый шлиф самостоятельно. Штабики хранят в пакетах из плотной бумаги по ГОСТ 2228, ГОСТ 8273 или из другой, обеспечивающей сохранность пробы.

3.2.2. *Шлифование*

Приготовленные штабики шлифуют вручную движением по восьмерке на матовых стеклах с последовательным использованием смоченных водой корундовых микропорошков марок М-28; М-14; М-7 или марки М-5. Шлифование всегда начинают с более крупного микропорошка. Допускается шлифование на шлифовально-полировальном станке на алмазных эластичных дисках марки АЭДД и на металлических кругах, обтянутых наждачной водоупорной бумагой, которую в процессе шлифования заменяют, переходя от более крупного зерна к мелкому.

При переходе одного порошка к другому шлифуемую поверхность штабика промывают водой до удаления остатков микропорошка, чтобы не перенести более крупный микропорошок или загрязнение в последующую стадию обработки. Процесс шлифования считают законченным, если на поверхности штабика нет видимых царапин, завалов и на ней четко видны границы зерен.

3.2.3. *Полирование*

Отшлифованные штабики полируют на полировальном станке, диск которого покрыт сукном или драпом «Деми», легким нажимом на образец, применяя водную суспензию окиси хрома (15—20 г/дм^3). Отполированный шлиф-штабик промывают водой и дополнительно полируют на чистом увлажненном сукне до однородного блеска всей его поверхности, при осмотре поверхности под микроскопом на ней не должно быть царапин и должны отчетливо различаться структурные составляющие.

На боковую поверхность отполированных и высушенных штабиков наклеивают этикетку из лейкопластыря или бумаги с маркировкой проб; готовые полированные штабики хранят в картонных коробках упакованными в вату или поролон.

3.2.1—3.2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Микроскоп настраивают для работы в отраженном плоскополяризованном свете в соответствии с инструкцией и устанавливают увеличение 90[×]—100[×].

4.2. Оценку микроструктуры кокса, наблюдаемую на экране или в окуляре микроскопа, проводят методом сравнения, пользуясь контрольной шкалой микроструктур и таблицей (см. приложения 1—2), перемещая шлиф-штабик перед объективом микроскопа через одинаковые интервалы с помощью микровинтов предметного столика. Микроструктуру в каждом поле зрения оценивают в баллах по преобладающей структурной составляющей или средневзвешенной величине, если в поле зрения две или более структурных составляющих.

Оценку микроструктуры кокса марки КНПС допускается проводить в точке, попадающей в перекрестие нитей линейной окулярной вставки или в узлы окулярной вставки с квадратной сеткой.

4.3. Суммарное число анализируемых полей зрения для каждого штабика должно быть не менее 30 при равномерном распределении их в плоскости шлифа.

При оценке микроструктуры кокса марки КНПС количество точек для каждого штабика должно быть не менее 60 при равномерном распределении их в плоскости шлифа.

4.1—4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Оценку микроструктуры ($Б$) в баллах вычисляют по формуле с точностью до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака

$$Б = \frac{\sum_{i=1}^{n} Б_i}{n},$$

где $Б_i$ — оценка структуры i-го поля зрения, балл;

n — количество проанализированных полей зрения, шт.

5.2. За результат испытания принимают среднеарифметическое двух параллельных определений (анализ двух шлифов-штабиков или одного штабика, отшлифованного с обоих торцов), выраженное в баллах и округленное до первого десятичного знака.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.1.1. *Точность метода*

Сходимость

Два результата параллельных определений, полученные одним исполнителем в одной лаборатории, считают достоверными (при доверительной вероятности 95 %), если расхождение между ними не превышает 0,2 балла для коксов с оценкой микроструктуры до 5 баллов и 0,3 балла — для коксов с оценкой микроструктуры выше 5 баллов. При получении результатов с расхождениями выше допустимого проводят третье определение и за результат принимают среднеарифметическое двух наиболее близких по значению определений (в пределах допустимого расхождения).

Воспроизводимость

Два результата испытаний, полученные в двух разных лабораториях на одной и той же пробе, считают достоверными (при доверительной вероятности 95 %), если расхождение между ними не превышает 0,3 балла для коксов с оценкой микроструктуры до 5 баллов и 0,5 балла — для коксов с оценкой микроструктуры выше 5 баллов.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

5.3. Для оценки однородности кокса и определении преобладающей структурной составляющей строят гистограмму (пример построения гистрограммы приведен в приложении 3).

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. В соответствии с ГОСТ 12.1.007 нефтяной кокс относится к четвертому классу опасности. Предельно допустимая концентрация углеродной пыли в воздухе рабочей зоны производственных помещений 6 мг/м^3 по ГОСТ 12.1.005. Анализ проб воздуха на содержание углеродной пыли следует проводить в соответствии с ГОСТ 12.1.016.

6.2. В связи с тем, что нефтяной игольчатый кокс относится к четвертому классу опасности, специальных требований к утилизации и удалению отходов анализа не предъявляется.

6.3. Реактивы, абразивы и исходные материалы должны использоваться в соответствии с нормативно-технической документацией на их применение.

6.4. Организация рабочего места должна соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.032 и ГОСТ 12.2.033.

6.5. Лабораторные помещения, в которых выполняют анализ, должны быть оборудованы вентиляционными системами по ГОСТ 12.4.021, обеспечивающими чистоту воздуха рабочей зоны в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005.

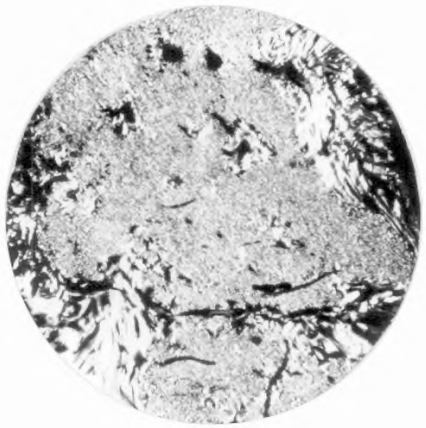
Лабораторные помещения, в которых проводят испытания, относятся к категории пожарной опасности группы В и должны соответствовать ГОСТ 12.1.004. Для ликвидации возникающих очагов пожара в соответствии с ГОСТ 12.4.009 должны использоваться первичные средства пожаротушения: огнетушители, ящики с песком, а также пожарные краны.

6.6. Все работы с нефтяными коксами (отбор и подготовка проб) необходимо проводить с применением средств индивидуальной защиты (халаты хлопчатобумажные, перчатки, противопылевые респираторы типа «Лепесток» по ГОСТ 12.4.028) в соответствии с типовыми отраслевыми нормами выдачи спецодежды, спецобуви и предохранительных приспособлений, утвержденных Государственным комитетом СССР по труду и социальным вопросам.

6.7. Эксплуатация электроприборов должна соответствовать правилам технической эксплуатации электроустановок, правилам техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителем, утвержденным Главгосэнергонадзором, ГОСТ 12.1.019 и ГОСТ 12.2.007.0.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

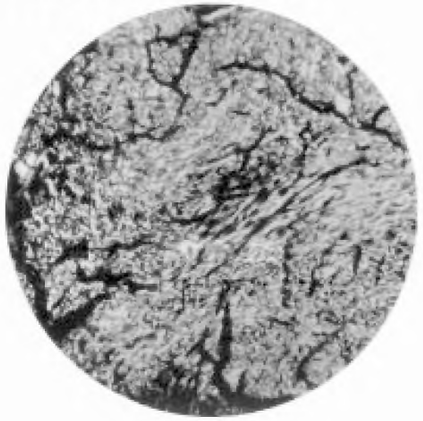
КОНТРОЛЬНАЯ ШКАЛА МИКРОСТРУКТУР (Ув. 100×)



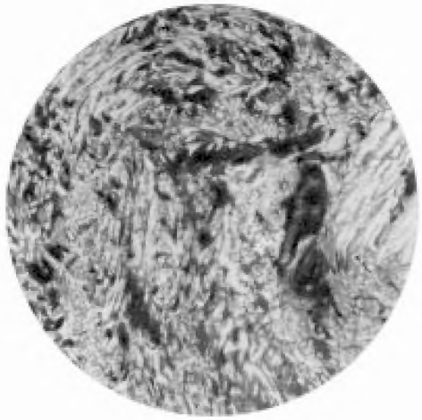
Балл 1



Балл 2



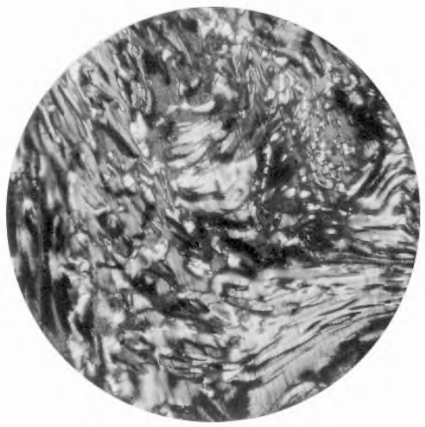
Балл 3



Балл 4

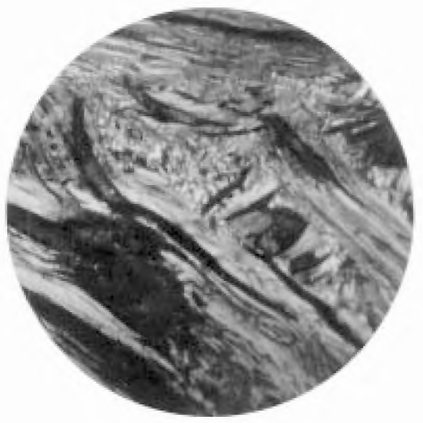


Балл 5





Балл 6



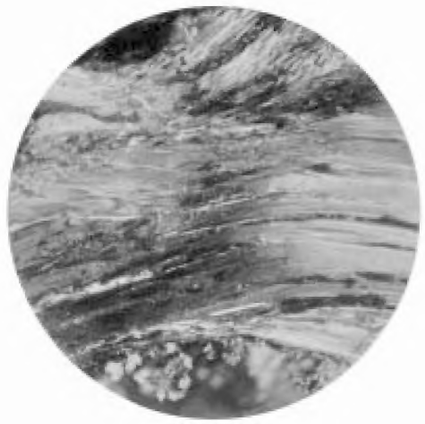
Балл 7



Балл 8



Балл 9



Балл 10

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

Градация структурных составляющих в нефтяных коксах

Балл	Характеристика структурных составляющих	Размер волокна, мкм
1	Изотропная (точечная), характеризуется однородной структурой с одновременным затуханием всех структурных элементов при скрещивании николей	Менее 3
2	Весьма мелковолокнистая, характеризуется однородной структурой с существованием границ между структурными элементами	3—10
3	Мелковолокнистая	10—15
4	Средневолокнистая	15—35
5	Крупноволокнистая (лепестковая) без какой-либо ориентации структурных элементов	35—70
6	Мелкоигольчатая, характеризуется наличием групп ориентированных волокон, в поле зрения расположенных хаотически	70—200
7	Среднеигольчатая, характеризуется наличием групп ориентированных волокон	200—400
8	Среднеигольчатая с большим размером волокон	400—600
9	Крупноигольчатая с шириной волокон менее 3,0 мкм	Более 600
10	Крупноигольчатая с шириной волокон более 3,0 мкм	Более 600

ПРИЛОЖЕНИЯ 1, 2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

ПРИЛОЖЕНИЕ 3
Справочное

Пример построения гистограммы

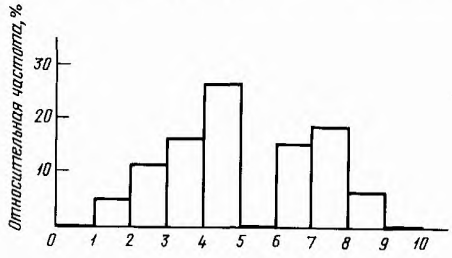
Балл	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Сумма
Частота оценки микроструктуры кокса	0	3	7	10	16	0	9	11	4	0	60
Относительная частота, %	0	5	12	17	27	0	15	18	7	0	100

Относительную частоту ($Ч$) в процентах вычисляют по формуле

$$Ч = \frac{n \cdot 100}{60},$$

где n — частота оценки микроструктуры кокса каждым из баллов;
60 — количество полей зрения при анализе двух штабиков.

Гистограмма распределения по структурным составляющим



Оценка микроструктуры, балл.

ПРИЛОЖЕНИЕ 3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28.03.84 № 1059**

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 12.1.004—91	6.5	ГОСТ 2228—81	3.2.1
ГОСТ 12.1.005—88	6.1, 6.5	ГОСТ 2912—79	2
ГОСТ 12.1.007—76	6.1	ГОСТ 3306—88	2
ГОСТ 12.1.016—79	6.1	ГОСТ 5744—85	2
ГОСТ 12.1.019—79	6.7	ГОСТ 6613—86	2
ГОСТ 12.2.007.0—75	6.7	ГОСТ 8273—75	3.2.1
ГОСТ 12.2.032—78	6.4	ГОСТ 9147—80	2
ГОСТ 12.2.033—78	6.4	ГОСТ 14919—83	2
ГОСТ 12.4.009—83	6.5	ГОСТ 16799—79	1.1
ГОСТ 12.4.021—75	6.5	ГОСТ 22898—78	3.1.1
ГОСТ 12.4.028—76	6.6	ГОСТ 24104—88	2

5. **Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 30.03.92 № 341**

6. **ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в январе 1990 г., марте 1992 г. (ИУС 4—90, 7—92)**

gost.e-ecolog.ru