超细煤粉中煤岩显微组分含量测定编制说明

一、工作简介

此团体标准“超细煤粉中煤岩显微组分含量测定”的任务来源于国家自然科学基金-新疆联合基金“新疆富油煤显微组分的选择性解离与干法分质调控机制研究（U2003133）”，起草的主要单位为西安科技大学、中煤天津设计工程有限责任公司、陕西新能选煤技术有限公司，主要起草人为西安科技大学的李振教授，起草人团队首先对原煤岩显微组分的原先测定的局限性进行了总结，对行业内的显微组分含量测定方法进行了全面调研，并分工合作，开展了相关显微组分含量测定的试验验证工作。通过多次专家研讨和技术交流，起草人团队不断修改和完善标准内容，最终形成了科学、实用的技术规范和评定方法。在整个编制过程中，起草人团队始终坚持科学严谨的态度，广泛听取各方意见，确保标准的制定符合行业实际需求，具有较高的可操作性和推广价值。李振教授在“超细煤粉中煤岩显微组分含量测定”团体标准的编制过程中全面负责标准编制的总体规划和协调工作。他制定了详细的编制计划，组织召开了多次专家研讨会和技术交流会，确保各阶段工作按时推进。李振教授还负责与相关企业和研究机构的沟通，收集和分析行业现状和需求，确保标准的制定符合行业发展趋势。

二、主要技术内容

**规定了校准标准物质：**

应选用与煤的反射率相近的一系列反射率标准物质。宜使用原国家质量技术监督局批准的计量器具—显微镜光度计用反射率标准物质，见表1。也可选用与煤的反射率相近的其他有证标准物质。

使用时应保持反射率标准物质的表面光洁。抛光面与显微镜光轴的垂直性。

用表1中的系列标准物质相互检查反射率值有无变化，若其变化极差超过标准值的2%，应查明原因，必要时应更换新的反射率标准物质。

表1 显微镜光度计用反射率标准物质

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 标准物质级别 | 标准物质编号 | 名称 | 折射指数Ne  （λ=546 nm） | 反射率（标准值）/%  （Ne=1.518 0） |
| 一级 | GBW13401 | 钆镓石榴石 | 1.976 4 | 1.72 |
| GBW13402 | 钇铝石榴石 | 1.837 1 | 0.90 |
| GBW13403 | 蓝宝石 | 1.770 8 | 0.59 |
| GBW13404 | K9玻璃 | 1.517 1 | 0.00 |
| 二级 | GBW(E)130013 | 金刚石 | 2.42 | 5.28 |
| GBW(E)130012 | 碳化硅 | 2.60 | 7.45 |

**其次规定了自动载物台的技术要求：**

a）X、Y、Z三轴方向均能在计算机软件控制下自动移动：

1) 在X、Y轴方向能按设定的点距、行距和路线在规定范围内自动、连续移动样品；

2) 在Z轴方向能按照软件指令自动上下移动,以调整显微镜工作距离,完成自动调焦功能。

b）自动载物台的技术参数要求：

1) X、Y行程大于40 mm;

2) X、Y最小步进精度不大于10 pm；

3) X、Y重复定位精度:小于10 um；

4) Z轴最小步进精度不大于0.1 um。

以及图像采集装置应具备的技术条件：

a) 图像传感器：电荷耦合阵列检测器(CCD)或互补型金属氧化物半导体器件(CMOS)；

b) 图像传感器尺寸：1/2"或2/3"及以上；

c) 接口：C型接口，符合GB/T 22063—2018的技术要求；

d) 位深：12 bit及以上；

e) 图像文件格式：宜为JPG、BMP或TIFF格式；

f) 曝光时间：可调且最短能至50 ms以下。

**图像采集系统应具备以下基本功能：**

a) 控制载物台自动移动(X、Y、Z三轴方向)，设定样品移动的点距、行距及路线并控制试样按照设定值自动移动；

b) 自动调焦控制功能；

c) 自动采集每幅图像前应保证一定的稳定时间；

d) 控制显微镜相机自动采集图像,自动采集后的准焦图像不低于90%；

e) 离焦图像判别、筛选功能，判别、筛选后的准焦图像比例不低于98%；

f) 应具有图像灰阶化功能；

g) 图像自动传输到计算机,具有显示和存储功能。

6.6.4.3. 图像质量应满足以下基本要求：

a) 图像质量：符合GB/T 29298—2012中 4.5的技术要求；

b) 图像分辨率：1024X768及以上,或80万像素以上；

c) 图像灰阶化：应能够满足读取4096及以上灰阶的需要。

**镜质体随机反射率自动测试系统应具备以下基本功能：**

a) 调入图像采集系统采集的显微图像并显示；

b) 设定测点大小和形状,自动标注图像中心及各测点位置；

c) 读取测点内的灰阶值；

d) 利用标准物质,建立灰阶-随机反射率关系模型；

e) 根据灰阶-随机反射率关系模型计算试样中各测点的随机反射率值；

f) 自动识别适宜测试反射率的镜质体,且识别结果可追溯；

g) 计算镜质体随机反射率测定结果和绘制镜质体随机反射率直方图。

**规定了其主要的测定方法：**

仪器调节和系统准备

1.1仪器启动

应维持室温在(23±3) ℃。依次打开电源、灯和仪器的其他电器部件开关。

1.2显微镜调节

从光路中移去起偏器和检偏器,加人透射峰波长范围为(546±5) nm的滤光片。

1.3 照明

将油浸液(5.7)滴在已整平于载片上的样品抛光面上，并将样品置于自动载物台上。检查显微镜灯是否已正确地调节成克勒(Kohler)照明，并将显微镜调节至适宜的亮度。调节显微镜视域光阑，使照明视域与取景尺寸相当，最大限度地避免杂散光影响。调节孔径光圈，以减少耀光，但不必过分降低光的强度。测定过程中不应再改变孔径光圈和视域光圈的大小。

1.4对中

应保证物镜中心与显微镜光轴重合；使视域光圈的象准焦并对中；对显微镜相机接口进行微调，使采集图像中心与视域光圈中心重合。

1.5图像采集参数设置

采集条件

调整图像采集控制系统中的相关参数，如曝光时间、图像分辨率等。曝光时间一般以20 ms~200 ms为宜，关闭自动曝光时间、自动灰阶校正、自动白平衡等功能。

所有标准物质图像和试样图像应在同一条件下采集。

样品移动

根据需要采集的图像数量，设定样品移到的点距、行距及路线，确保所采集的区域布满整个光片。点距、行距应在0.3 mm～0.6 mm之间取一定值。

稳定时间

控制样品移动和图像采集的速度在适宜范围内样品移动至某一视域后，采集图像前应保证一定的稳定时间，一般不宜低于400 ms。

图像数量

对于单一煤层煤﹐且图像采集区域应均匀分布于整个光片。图像数量不少于400幅(20×20)，对于混配煤或未知属性的样品﹐图像数量不少于900幅(30×30)。

反射率测试参数设置

在镜质体随机反射率自动测试系统中，设定显微图像上测点大小和形状，形状可设定为圆形或正方形，测点直径或边长以5 um～10um为宜。所有标准物质图像和试样图像使用同样大小和形状的测点。

2. 仪器的可靠性和工作线的建立

2.1仪器的可靠性

仪器应符合MT/T 1053—2008中3.2～3.7规定的技术要求，并保证图像采集过程中电源电流和电压的稳定。

2.2工作线的建立

调节好照明条件和图像采集条件后，依次将平整后的至少3个不同标准物质置于显微镜物镜下，分别采集其一定数量的显微图像并保存。利用镜质体随机反射率自动测试系统调入上述标准物质的显微图像，测定其图像中心10个左右测点灰阶，取其平均值，建立灰阶-随机反射率关系模型并存储。

使用灰阶-随机反射率关系模型前，需验证工作线的准确性。验证方法为:在同一条件下再次采集各标准物质的显微图像，将各测点的灰阶值代入灰阶-随机反射率关系模型，计算其随机反射率值。任意测点的反射率测值与其标准值之差不大于该标准值的2%，才能进行试样的测定。否则，需检查标准物质图像调入是否正确；必要时需重新调节仪器进行图像采集和工作线的绘制。采集试样图像后应采用同样的方法验证仪器的稳定性。

3.图像自动采集

按设定好的图像采集参数进行图像自动扫描采集，采集过程应采用自动调焦技术，但要密切监控并及时调整图像采集过程，必要时可人工干预微调焦距。采集后的准焦图像应占全部图像的90%以上。图像采集后自动判别、筛选出离焦图像，判别筛选离焦图像后，准焦图像占筛选后图像的比例不低于98%。

4.镜质体随机反射率测定

4.1图像调入

利用镜质体随机反射率自动测试系统，按照图像采集顺序，自动逐幅调入所采集的试样显微图像。

4.2随机反射率自动测定

镜质体有效测点自动确定及随机反射率转换

根据灰阶-随机反射率模型，自动将各测点灰阶转换为随机反射率值，并自动识别各幅图像中适宜测试反射率的镜质体有效测点，对识别出的镜质体有效测点进行后续数据处理。

镜质体自动识别可以采用不同的算法和模型，识别结果应可审核、可追溯，最终应保证所有有效测点为符合测试条件的镜质体(测点内不包含裂隙、抛光缺陷、矿物包体和其他显微组分碎屑，而且应远离显微组分的边界和不受突起影响；测点外缘10 um以内无黄铁矿)。

图像中心点镜质体随机反射率转换

逐幅鉴定图像中心测点(可用十字丝标出)是否为符合测试要求的镜质体。如果是符合测试要求的镜质体，自动对其进行取值；如果是镜质体，但周边有惰质体、黄铁矿或其他组分干扰，在同一颗粒中调整测点位置，选择符合测试要求的镜质体，取该有效测点的反射率值；如无适宜测点，不对该图像进行处理。

5.显微组分含量判定

根据不同显微组分组之间反射率和灰度大小进行判识。

5.1图像分割

将图像空间的元素用对应的特征空间点表示，通过将特征空间的点聚类划分，然后再将他们映射回原图像空间以得到分割结果。

5.2像素点灰度校正

以图像像素点灰度特征作为相似度特征指标，采用误差平方和作为聚类准则函数，把样本空间m×n个象素点划分为K个簇，使簇内具有较高的相似度，而簇间的相似度较低。

5.3像素点显微组分判定

根据不同变质阶段样本图像显微组分组合特征，自动判识聚类个数及初始种子点，经过N次迭代运算后将聚类结果映射回原图像空间，输出显微组分组的判识结果。

**以及对于镜质组反射率的表述的规定：**

测定结果以单个有效测点的测值计算随机反射率平均值和标准差。

镜质体随机反射率分布图的绘制按0.10%的反射率间隔(阶)，或按0.05%的反射率间隔(半阶)为单位，分别统计各阶(或半阶)的测点数及其占总数的百分数，绘制反射率直方图。

其中：

—阶的表示法示例：[0.50,0.60)、[0.60,0.70)、[0.70,0.80)、[0.80,0.90)、…。

—半阶的表示法示例：[0.50,0.55)、[0.55,0.60)、[0.60,0.65)、[0.65,0.70)、…

显微组分组

以各种显微组分组和矿物的统计像素点占总有效像素点的百分数(视为体积分数)为最终测定结果，数值保留到小数点后一位。测定结果以如下几种形式报出：

——去矿物基：a.镜质组＋惰质组＋壳质组=100%；

——含矿物基：b.镜质组＋惰质组＋壳质组＋矿物=100%；

注1：b式中的矿物为显微组分组测定时，将矿物作为单独的一类统计而得。

注2：c式为干物镜下统计而得。

测定结果的报告格式见附录C。

显微组分组的结果表述相似，但扩大到重要的显微组分。

规定产品的精密度

表2 测定结果的精密度

表2 测定结果的精密度

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 某种成分的体积分数*P*/% | 重复性限/% | 再现性限/% |
| *P*≤10 | 2.0 | 3.0 |
| 10＜*P*≤30 | 3.0 | 4.5 |
| 30＜*P*≤60 | 4.0 | 6.0 |
| 60＜*P*≤90 | 4.5 | 6.8 |
| *P*＞90 | 4.0 | 6.0 |

**注1：**若某一成分的第一次测值为9.0%，第二次测值为12.0%，两次平均为10.5%，未超过表1中规定的3.0%的重复性限﹐应以平均值10.5%为最终结果报出。

**注2：**若某一成分的第一次测值为8.0%，第二次测值为11.0%，两次平均为9.5%，其差值为3.0%，已超过表1中规定的2.0%的重复性限，需测第三次，三次测值的极差若不大于表1重复性限的1.2倍，则取三次测值的平均值作为最终结果报出，否则应将所有测值全部作废，重新测定，直至测定结果满足上述要求为止。

三、验证分析

通过国内专业测定机构的专家测定相关超细粉煤的煤岩显微组分含量，与自动检测的结果进行比对，差别较小，测定结果如表3所示。

表3 专家测定显微组分含量与自动测定含量对比

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品 | 镜质组含量/% | | | 惰质组含量/% | | |
| 专家测定 | 自动测定 | 差值 | 专家测定 | 自动测定 | 差值 |
| 1 | 61.53 | 62.48 | 0.95 | 73.33 | 74.86 | 1.53 |
| 2 | 53.04 | 54.15 | 1.11 | 71.40 | 73.01 | 1.61 |
| 3 | 52.61 | 53.45 | 0.84 | 46.46 | 47.98 | 1.52 |
| 4 | 28.60 | 27.37 | 1.23 | 49.28 | 51.1 | 1.82 |
| 5 | 55.68 | 56.69 | 1.01 | 46.73 | 48.16 | 1.43 |
| 6 | 58.99 | 59.87 | 0.88 | 50.45 | 48.88 | 1.57 |
| 7 | 17.17 | 15.48 | 1.69 | 71.33 | 72.61 | 1.28 |
| 8 | 53.34 | 54.50 | 1.16 | 67.78 | 66.75 | 1.03 |

由表3的数据可知，专家测定的显微组分含量与自动测定的数据相比，差值不超过2.00%，属于正常的误差范围之内，因此自动测定的试验结果可信度较高，试验结果准确。

通过对煤岩显微组分自动测定的技术进行规范，可减少人工时间、检测的误差，按现在市面上显微组分测定的价格，一个样品约为800元，去除成本外，每次测定可减少600左右的经济支出，具有价高的经济价值，此团标可显著降低人工检测的误差，提高超细煤粉中显微组分含量测定的准确率，也将推动显微组分测定技术的规范化和标准化，有助于提升行业整体技术水平，促进相关产业链的发展，具有显著的社会效益。

四、采用国际标准的程度及水平

未采用国际标准

五、重大分歧意见的处理经过和依据

无

六、贯彻中国煤炭学会标准的要求和措施建议

无

七、其他应予说明的事项

无