超细煤粉中煤岩显微组分含量测定

Determination of coal macerals content in superfine pulverized coal

（征求意见稿）

1. 范围

本标准规定了采用全自动反射率测定仪测定超细粉煤显微组分组（或）显微组分和矿物体积分数的方法。

本标准适用于低阶烟煤、烟煤、无烟煤等通过物理方法制成的超细煤粉。

1. 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 12937 煤岩术语（GB/T 12937—2008, ISO 7404-1:1994, Methods for the petrographic analysis of bituminous coal and anthracite—Part 1:Vocabulary, MOD)

1. 术语和定义

GB/T 12937中确立的术语和定义适用于本标准。

* 1. 超细粉煤

超细煤粉主要是指经过物理方法制备的超细煤粉，粒度小于0.1 mm。

1. 原理

在显微镜油浸物镜下，对镜质体抛光面上的限定面积内垂直入射光的反射光（λ=546 nm）用光电转换器测定其强度，与已知反射率的标准物质在相同条件下的反射光强度进行对比。

由于单煤层煤中各镜质体颗粒之间光学性质有微小差异，在混配煤中差异更大，故须从不同颗粒上取得足够数量的测值，以保证结果的代表性。

1. 材料及仪器设备
   1. 试验筛

符合GB/T6003.1规定的方孔筛，孔径0.1mm。

* 1. 黏结剂

虫胶。

* 1. 研磨料

碳化硅系列砂纸。

* 1. 抛光料

粒度小于0.05μm的酸性硅溶胶；最大粒度不超过0.1μm的三氧化二铝粉。

* 1. 抛光盘布

聚胺酯双层抛光布，或金丝绒、棉花绒布、双面华达呢、软牛皮等。

* 1. 毛板玻璃

面积约为300 mm×300 mm，厚度5 mm以上。

* 1. 油浸液

应采用不易干、无腐蚀性、不含有毒物质的油浸液，其在23℃时折射指数*N*e（λ=546 nm的光中）为1.5180士0.000 4，温度系数小于0.000 5K-1。宜定期检查油浸液的折射指数。

* 1. 校准用标准物质
     1. 反射率标准物质

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 |

* + 1. 零标准物质

宜选用表1中GBW13404，或在不透明的树脂块上钻一5 mm深的小孔，孔中充满油浸液（5.7），作为零标准物质。

1. 仪器设备
   1. 热胶模具

有装煤和黏结剂混合物的环形盛样筒、推卸环、压实棒、成型模、底盘等。

* 1. 环形电加热器

应有与之配套的控温装置，可将温度控制在100℃之内。

* 1. 自动镶嵌机

自动控温镶嵌机。

* 1. 超声波清洗器

水槽箱容积0.8L～2.0 L，频率不低于30 kHz。

* 1. 抛光机

转速不低于1300 r/min，抛光盘直径200 mm~300 mm。

* 1. 反射率自动测试系统
     1. 总则

仪器设备与测试系统由反光显微镜、自动载物台,图像采集系统和镜质体随机反射率自动测试系统组成。

* + 1. 反光显微镜

反光显微镜应符合MT/T 1053—2008中第3章的技术要求,选用50倍或32倍的油浸物镜。

* + 1. 自动载物台

自动载物台应满足下列技术要求。

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。

* + 1. 图像采集系统
       1. 图像采集装置应具备以下技术条件：

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。

* + - 1. 图像采集宜采用图像采集系统进行自动控制,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。

* + - 1. 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。

* + 1. 镜质体随机反射率自动测试系统

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。

1. 粉煤光片的制备
   1. 方法提要

把破碎到规定粒度、有代表性的煤样，按一定比例与黏结剂混合，加温压制成煤砖。然后将一个端面研磨、抛光成合格的光片。

* 1. 粉煤样的制取
     1. 煤样的破碎

通过反复过筛和反复破碎筛上煤样，直至完全通过孔径0.1mm的试验筛（5.1）。

* + 1. 煤样的缩制方法

称取上述粒度小于1.0 mm的空气干燥煤样100 g～200 g，用堆锥四分法将其缩分至10 g～20 g备用。

* 1. 煤砖的制备

7.3.1 按煤样与黏结剂（5.2）体积比2：1取料，掺合均匀后拨入底部粘有纸的环形盛样筒（6.1）内。

7.3.2 将装有煤和黏结剂混合物的盛样筒放入环状电加热器（6.2）内加热，盛样筒内温度不应超过100℃，不断搅拌直至黏结剂完全熔融。

7.3.3 迅速将上述黏结剂完全熔融后的装有煤样混合物的盛样筒放入镶嵌机（6.3）内加压约3.5 MPa，停留约30 s，取出煤砖，编号。

7.3.4 及时清理模具和工具，以备下一煤砖的制作。

* 1. 研磨
     1. 细磨

手执煤砖作与转盘旋转反向运作并稍加压力，依次采用碳化硅系列砂纸按不同粒度研磨至煤砖表面平整，煤颗粒显露时为止。煤砖端面倒边（小于1mm）。用强喷水嘴冲净煤砖上的残砂，然后用超声波清洗器（6.4）清洗煤砖，直至煤砖上无磨料、无污物时为止。

* + 1. 精磨

在毛玻璃板（5.6）上，顺次采用碳化硅系列砂纸逐级研磨，每级研磨后的煤砖均需冲洗干净后方可进入下一道工序。精磨后的煤砖在斜射光下检查，要求煤砖光面无擦痕，有光泽感，无明暗之分，煤颗粒界线清晰。

## 抛光

* + 1. 细抛光
       1. 加抛光料

将抛光盘布（5.5）牢固地粘到抛光盘（6.5）上。细抛光宜用三氧化二铝粉浆（5.4）作为抛光料。为使抛光料均匀地分布在抛光布上，用毛笔浸满抛光浆，将毛笔尖从抛光盘中心开始接触抛光布，慢速均匀地沿一个方向向边缘挪动。抛光一个煤砖过程中加抛光料的次数取决于煤的硬度，一般3～6次。

* + - 1. 抛光操作方法

用手执粉煤光片、使其表面平行接触旋转的抛光盘。下片位置宜距抛光盘中心较近。抛光煤砖有两种方法：一种是煤砖与抛光盘作反向旋转（煤砖的转速20 r/min~30 r/min）；另一种是煤砖在抛光盘上左右摆动，同时不断地转动光片，以使煤砖表面抛光均匀，并无方向性划道。起片前应减小施于煤砖上的压力。

## 精抛光

选择更细的抛光盘布，用酸性硅溶胶作抛光料。上料和抛光工艺与7.5.1.1和7.5.1.2一致。细抛光和精抛光的每个工序完成后，均应用高压喷水嘴和超声波清洗器（6.4）将煤砖上的残渣和污物清洗干净。抛光的全过程必须在防尘环境中进行。

* 1. 抛光面检查

用×20～×50的干物镜检查煤砖抛光面，抛光面应满足下列要求：a）表面平整，无明显突起、凹痕；b）煤颗粒表面显微组分界线清晰、无明显划道；c）表面清洁、无污点和磨料。

若抛光面未达到上述a）到b）的要求，应从7.4.2开始，重复上述工序一次。若抛光面未达到c）的要求，则重新清洗一次。

1. 测定方法
   1. 仪器调节和系统准备
      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. 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. 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. 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. 图像采集参数设置
       1. 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。

* + - 1. 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。

* + - 1. 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。

* + - 1. 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)。

* + - 1. 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。

* 1. 仪器的可靠性和工作线的建立
     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。

* + 1. 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。

* 1. 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%。

* 1. 镜质体随机反射率测定
     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。

* + 1. 随机反射率自动测定
       1. 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)。

* + - 1. 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。

* 1. 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。

* + 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。

* + 1. 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。

* + 1. 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。

1. 结果表述
   1. 镜质体反射率

9.1.1 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。

9.1.2 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)、…。

* 1. 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。

* 1. 显微组分

与9.1显微组分组的结果表述相似，但扩大到重要的显微组分。

1. 精密度

精密度见表2。

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。

1. 检测报告

检测报告宜包括以下内容：

a) 样品编号及其基本信息；

b) 本文件编号；

c) 实验室名称和地址；

d) 仪器(显微镜、显微镜相机)型号；

e) 图像采集与反射率测试条件(其中包括：物镜放大倍数、显微镜相机芯片尺寸、点距、行距﹑图像大小、图像分辨率、图像数量﹑温度、测点大小等)；

f) 所采用的标准物质；

g) 反射率类型、平均值、标准差、有效测点数、反射率直方图；

h) 检测过程中所见到的与检测结果有关的其他特征；

i) 测定者、审核者及检测日期。

附 录 A

（资料性附录）

煤的显微组分组和矿物测定结果报告

煤的显微组分组和矿物的测定报告格式见表A。

一般宜将去矿物基和含矿物基的各种显微组分组和矿物的体积分数同时报出。但含矿物基可根据需要选取表A中的(2)、(3)项之一。

表A 煤的显微组分组和矿物测定结果报告（基本内容）

送样单位： 送样者：

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 采样地点 | 去矿物基 | | | 含矿物基 | | | | | | | | | |
| （1） | | | （2） | | | | （3） | | | | | |
| 镜质组 | 惰质组 | 壳质组 | 镜质组 | 惰质组 | 壳质组 | 矿物 | 显微组分  组总量 | 黏土矿物 | 硫化物矿物 | 碳酸盐  矿物 | 氧化硅  矿物类 | 其他矿物 |
| % | % | % | % | % | % | % | % | % | % | % | % | % |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |

依据标准： 审核者：

测定单位： 测定者：

依据单位地址： 测定日期：