

中华人民共和国国家标准

商品煤反射率分布图的判别方法

GB/T 15591—1995

Judging method for reflectogram of commercial coal

1 主题内容与适用范围

本标准规定了商品煤镜质体随机反射率的测定、结果计算、反射率分布图的绘制和判别方法。
本标准适用于烟煤和低级无烟煤。褐煤亦应参照使用。

2 引用标准

GB 6948 煤的镜质组反射率测定方法

3 镜质体随机反射率测定

3.1 仪器

3.1.1 配有微机和控制系统的显微镜光度计,或一般显微镜光度计。总放大倍数不小于 500 倍。

3.2 显微光度计的调节、检验、标定

标准片和油浸液,光片要求,测定条件和对象,均按 GB 6948 的规定执行。

3.3 点线距和测点数的确定

3.3.1 点线距

采用 0.4 mm×0.4 mm 或 0.5 mm×0.5 mm。

3.3.2 测点数

用直径 25 mm 或边长 25 mm 的煤砖光片,测 250 点以上。如 98% 测值变动范围大于 0.4%,应测第二块煤砖光片。

注:如 250 点能满足要求,可不测第二块。

按规定点线距测完全片后,不足规定测点数时,应在报告中加以说明。

4 测定结果计算

随机反射率的平均值和标准偏差按式(1)、式(2)计算:

$$\bar{R}_{ran} = \frac{\sum_{i=1}^n R_i}{n} \dots\dots\dots(1)$$

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (R_i - \bar{R}_{ran})^2}{n - 1}} \dots\dots\dots(2)$$

式中: \bar{R}_{ran} ——平均随机反射率;

R_i ——第 i 个测点的反射率测值, $i=1, 2, 3, \dots, n$;

S ——标准偏差;

国家技术监督局 1995-06-12 批准

1996-02-01 实施

n ——测点数。

5 反射率分布图的绘制

以反射率间隔 0.05% 为半阶, 分别统计各间隔的测点数并计算出频率(f)。以频率为纵坐标, 随机反射率(R_{ran})为横坐标绘制出反射率分布图。

6 反射率分布图的判别

6.1 按表 1 的规定进行判别。

表 1 商品煤反射率分布图编码系统

编 码	划分指标		类型
	标准偏差	凹口数	
0	≤ 0.1	无凹口	单一煤层煤
1	$> 0.1 \sim 0.2$	无凹口	简单混煤
2	> 0.2	无凹口	复杂混煤
3		1 个凹口	具 1 个凹口的混煤
4		2 个凹口	具 2 个凹口的混煤
5		2 个以上凹口	具 2 个以上凹口的混煤

注: 具编码 1 特征的反射率分布图也可由贫煤、无烟煤的单一煤层煤得出。

编码系统相应的典型分布图见附录 A。

6.2 判别结果的报告内容和格式见附录 B。

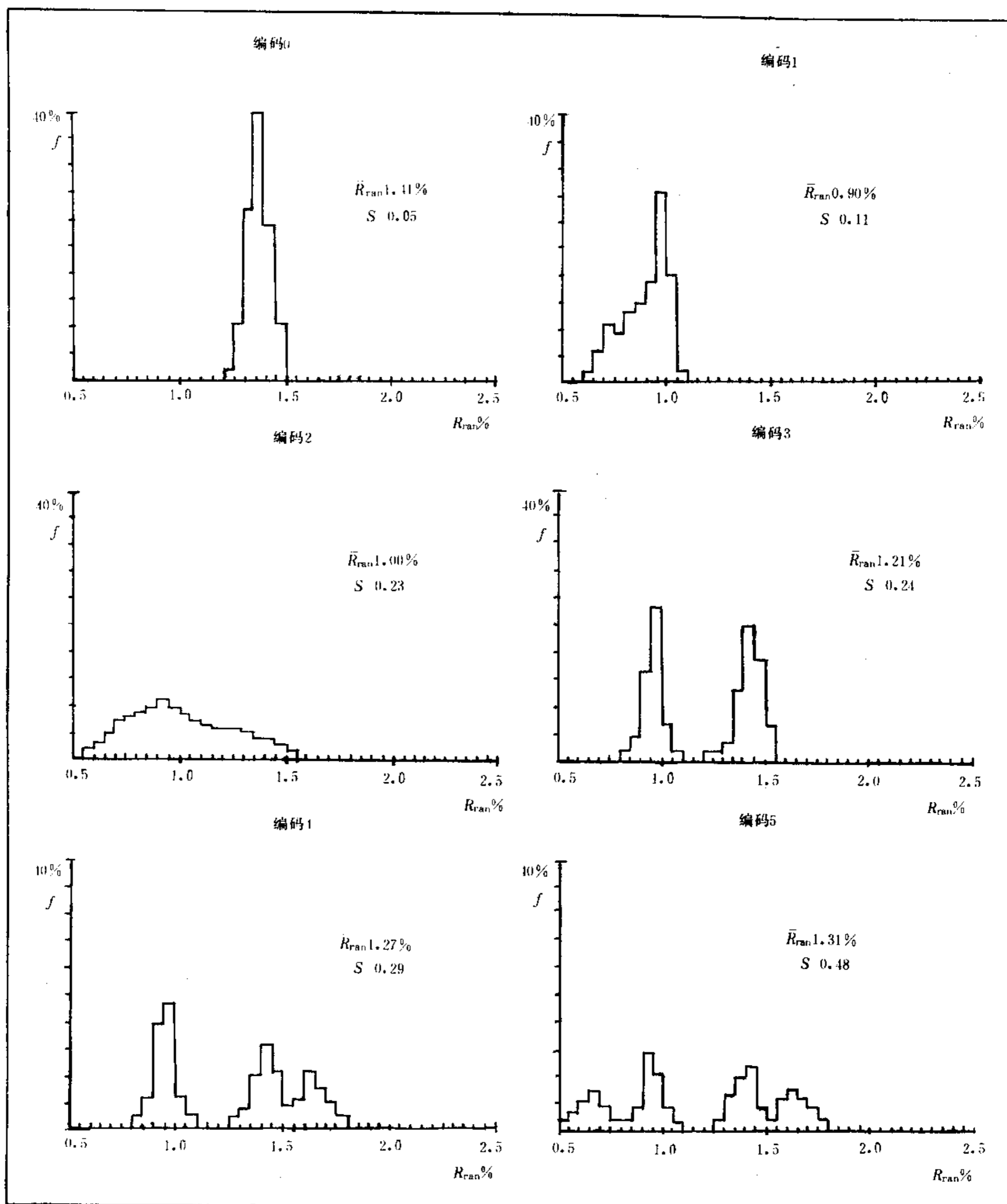
7 精密度

测定的重复性应符合表 2 的规定。

表 2

编 码	重复性, %
0	≤ 0.06
1	≤ 0.10

附录 A
商品煤反射率分布图编码及其典型示例
(参考件)



本标准参照采用联合国欧洲经济委员会《国际中等煤级煤和高煤级煤编码系统》(1988年版)。

附录 B
商品煤反射率分布图判别报告
(参考件)

送样单位:

样品编号:

样品来源:

计算数据:	最小值= % 最大值= % 平均值= % 标准偏差= 测点数=
反射率分布图:	
判定结果:	编码: 类型:
附加说明:	

报告人:

审核:

日期: 年 月 日

附加说明:

本标准由中华人民共和国煤炭工业部提出。

本标准由全国煤炭标准化技术委员会归口。

本标准由煤炭科学研究总院西安分院、中国矿业大学北京研究生部负责起草。

本标准主要起草人李小彦、陈沐秋、金奎励、毛鹤龄。

本标准由煤炭科学研究总院西安分院负责解释。

商品煤反射率分布图的判别方法 (GB/T 15591—1995)编制说明

(煤炭科学研究总院西安分院 李小彦)

前言

镜质组反射率分布图是一项新的煤岩学指标,可根据煤中反射率测值的分布特征准确判断商品煤的性质,是煤炭贸易中不可缺少的技术指标,被国际煤炭分类接纳为编码系统的指标之一,对判断混煤尤其有效。

我国为煤炭大国、出口及工业用煤范围极广,现行商品煤以化学指标为基准,使混煤的性质得不到充分反映,也与国际商品煤标准不一致,给煤炭贸易造成诸多不便。为此,煤炭工业部申报制定《商品煤反射率分布图的判别方法》国家标准。

制定该标准遵循的方针是:以国际标准为基础,分析验证我国商品煤的反射率分布特征,提出科学的判别方法。国际上,现公认意大利和德国的划分方案(联合国欧洲经济委员会第五次国际煤炭分类会议报告,由中明,1985),意大利方案以标准偏差和凹口数目两个参数把商品煤划分为六个类型;德国方案以标准偏差、峰数和凹口数目三个参数划分出十个类型。二者相比,意大利方案简明、划分合理,国际煤分类引用此方案(欧洲经济委员会,《国际中等煤阶煤和高煤阶煤编码系统》,联合国纽约,1988),为向国际标准靠拢,选意大利方案为参照基础。

本标准是针对商品煤的,建立标准的目的在于:确定商品煤是单煤还是混煤,以及混合的简单复杂程度。

本标准研究的内容:对各种工业用煤进行随机反射率测定,了解不同煤的反射率分布图特征,为制定判别方法提供理论依据;对各类样品进行同一实验室和实验室间测试,验证测点数目对测试结果的影响,比较分析测试间的误差,提出测试精度要求;最终提出适于我国商品煤的判别方法。

制定本标准的主要工作量:

- a) 采集各类样品 24 个。其中煤层煤样 7 个,出口煤样 6 个,洗煤样 5 个,炼焦配煤样 6 个。
- b) 实验室模拟混配样 19 个,验证样 2 个。
- c) 工业分析、元素分析各 11 个,显微镜下反射率测定及分布图绘制 120 个。

本标准由西安分院牵头,中国矿业大学北京研究生部协作。

1 测试说明

对测试的基本要求,如样品质量、仪器标定、标样选择、测试方法等,要严格按有关标准执行。

1.1 测试仪器

目前国内进口的显微光度计,附带有 HP-85 型微机,是理想的测试设备;考虑到国内现有的仪器条件,也可在一般光度计上测定,用 PC-1 500 或其他微机来统计分析。仪器需持续稳定在 3~5h 以上。

1.2 测试注意事项

随机反射率测试,去掉前偏光,不旋转物台,用推动尺制动钮控制点线距,见到测试对象直接测试。

测试前至少选两个标样,确定仪器线性关系。测试中每 50 或 100 测点用标准检查一次,观察仪器是否稳定。在检查标样时,如实测值与理论值在允许误差范围内($\leq 0.02\%$),则前测值有效,继续测试;如标样检查已超出允许误差,说明仪器不稳,前测值无效,停止测试,调节仪器稳定后,重新开始测试。

为保证测试的代表性及测值的准确性,测试时按规定的点线距进行,直至测完全片。如测点数不足或超出规定数目,就以测完全片的最终点数参与计算。

1.3 结果表达

结果分统计计算和作图两个表达方式。

统计计算的参数有反射率分布范围(最小~最大)、平均值、标准偏差、测点数。标准偏差反映测值离散度,测值的分布范围和连续性对其影响很大,它是判断商品煤性质的一个重要参数。

分布图是测试结果的主要表达方式,统一用测值直方图,纵轴为频率,即各间隔实测点数占总测点数的百分比;横轴为反射率值,选合适的间隔划分成若干个阶。从统计学观点出发,间隔大小直接影响分布图的特征,太小会出现空格,太大使分布图特征的反映受到限制,国际上曾有 0.02%、0.05%、0.1% 的示例,为便于对比一律采用 0.05%。

结论:即测试结果的定论。可用编码,也可用类型表示之。

1.4 凹口的含义

反射率分布图中有高峰也有低谷,这是商品煤的主要特征,峰与峰之间的低谷称为凹口,为防止判别时出现差错,有必要解释一下凹口的含义。

英文“gap”出现在意大利方案中(1983年欧洲共同体经济委员会国际煤炭分类第四次会议文件),解释为断开,是反射率分布中的不连续,中文翻译为间断。由于单煤的反射率分布图呈正态分布,只有当不同煤种相混时峰间才可能出现低谷和断开,相混的煤种越多,低谷或断开的数目也越多。因此在1989年第八次国际煤分类会议上,对意大利原“gap”的含义进行了修正,认为除不连续的断开外,还应包含未断开的峰间谷,这样“gap”就译成“凹口”,本次工作采纳了修正后的含义。

有必要重申,虽然凹口的含义已定,但实际上商品煤品种繁多,测值分布图非常复杂,判别时仍须格外注意,个别局部的小断开,低谷和高峰都不能冒然认定,要考虑满足正态分布这个条件。所谓正态分布,即基本与同阶单煤的分布范围一致,从此角度出发判别才不至于失误。

2 商品煤的随机反射率分布图特征

商品煤包括烟煤到无烟煤煤级的各种工业用煤,下面分两类讨论反射率分布图特征。

2.1 不同煤级单煤样

采取平朔长焰煤,石咀山气煤,蒲县肥煤,柳林焦煤,漳村瘦煤,陵川贫煤,纳雍无烟煤井下煤层煤样7个,经测定结果如表1:

表1 不同煤级煤的反射率及煤类指标

样 品	反射率分布范围, %	平均值 %	标准偏差	分布图特征	$V_{daf}, %$	G
平朔长焰煤	0.46~0.77	0.61	0.06	正态分布	36.18	22
石咀山气煤	0.61~0.88	0.76	0.06	正态分布	36.36	76
蒲县肥煤	0.81~1.04	0.96	0.04	正态分布	32.38	92
柳林焦煤	1.21~1.50	1.41	0.05	正态分布	20.93	76
漳村瘦煤	1.41~1.86	1.62	0.07	正态分布	16.73	4
陵川贫煤	1.76~2.26	1.99	0.11	正态分布	12.39	2
纳雍无烟煤	2.26~3.09	2.65	0.19	正态分布	8.61	

表1指出,随煤级增高反射率分布范围逐渐增大,从长焰煤到肥煤,反射率分布之差(最大值-最小值)呈递减趋势(0.31%~0.23%),标准偏差从0.06到0.04;从肥煤到无烟煤,反射率分布之差呈递增趋势(0.23%~0.85%),标准偏差从0.04到0.19。瘦煤以前,反射率分布之差小于0.4%,标准偏差小于0.1,贫煤以后反射率分布之差大于0.5%,标准偏差大于0.1。7个样品中,无烟煤的反射率分布之差和标准偏差最大,7个样品的反射率分布图均呈正态分布。煤质分析确定的煤类与反射率分布图确定的煤级相吻合。

2.2 工业用煤

选取北京焦化厂洗煤、秦皇岛出口煤基地出口煤及首钢炼焦配煤样品17个,经测定,除个别样品反

射率分布图呈正态分布外,大部分样品测值分散,反射率分布之差 0.4%~1.5%,标准偏差 0.1~0.28,分布图峰谷相间表现出不同煤级煤组合的特点,此时煤质分析给出的平均结果(表 2)无法判断煤的混合状况。

表 2 工业用煤的反射率及煤类指标

样 品		反射率分布范围 %	平均值 %	标准偏差	分布图特征	V_{daf} %	G
出 口 煤	平朔(一)	0.42~0.77	0.64	0.06	正态分布	36.18	22
	府 谷	0.41~1.51	0.74	0.19	1 峰	31.40	0
	大同(一)	0.49~1.66	0.77	0.18	1 峰	30.96	1
	开 滦	0.85~1.59	1.19	0.12	1 峰	25.75	95
	平朔(二)	0.41~0.84	0.64	0.07	正态分布	36.44	21
	大同(二)	0.41~0.99	0.58	0.10	1 峰	32.06	0
洗 煤	介 休	1.02~1.81	1.35	0.15	1 峰		
	霍 县	0.72~1.08	0.89	0.09	1 峰		
	吕家坨	1.04~1.45	1.26	0.09	正态分布		
	峰 峰	0.84~1.40	1.14	0.13	1 峰		
	三 给	0.80~1.88	1.52	0.28	2 峰 1 凹口		
炼 焦 配 煤	首钢-1	0.80~1.93	1.20	0.25	2 峰 1 凹口		
	首钢-2	0.63~1.89	1.20	0.27	3 峰 2 凹口		
	首钢-3	0.66~1.89	1.18	0.27	3 峰 2 凹口		
	首钢-4	0.67~1.90	1.25	0.26	3 峰 2 凹口		
	首钢-5	0.55~1.87	1.17	0.26	2 峰 1 凹口		
	首钢-6	0.70~1.86	1.24	0.28	3 峰 2 凹口		

2.3 结论

从以上各类样品的实测结果分析认为:

a) 凡呈正态分布,随机反射率分布之差小于 0.4%标准偏差小于 0.1 的煤为单煤(高变质烟煤和无烟煤的单煤反射率分布之差和标准偏差则要大)。

b) 分布图复杂,随机反射率分布之差大于 0.4%,标准偏差大于 0.1 的煤为混煤,分布图上凹口数目越多,标准偏差越大,则混合程度越复杂。

c) 随煤化程度增高,单煤的反射率分布范围增大,标准偏差增大。

总之,反射率分布图可直观反映煤的混合状况,Stach 等把此法应用于指导配煤炼焦中,根据横坐标上反射率分布确定煤种或煤组,统计出纵坐标上各段频率,计算混比。国内周淑仪等用此法指导配煤炼焦,提出位于 1.1%处频率越高焦炭质量越好的见解。因此反射率分布图用于控制商品煤的质量,鉴别混煤甚为有效。

3 实验室模拟与划分方案

测试证明,商品煤反射率分布图千差万别,直接从图谱很难判别其混杂程度,单煤反射率分布图规律性强,用烟煤的六个煤阶样作基样,进行不同方式的实验室模拟混配,以其规律性认识作为判别的方法依据。

3.1 模拟基础样品

根据以往的研究成果,烟煤的六个煤煤阶的反射率(最大反射率,随机反射率)分界如下图所示,我

们选取的六个基样的样号和反射率值均位于各煤阶分界范围内。

	长焰煤	气煤	肥煤	焦煤	瘦煤	贫煤
$\bar{R}_{\max} \%$	0.5	0.65	0.9	1.2	1.7	2.5
$R_{\min} \%$	0.47	0.61	0.84	1.13	1.60	2.35
模拟基样号	1	2	3	4	5	6
$\bar{R}_{\min} \%$	0.61	0.76	0.96	1.41	1.62	1.99

六个样品的随机反射率分布图均呈正态分布,煤岩煤质分析结果见表 3、表 4。

表 3 模拟基样显微组分含量

序号	样点	V%	I%	E%	M%
1	平朔长焰煤	68.5	17.5	7.1	6.9
2	石咀山气煤	77.3	15.6	3.9	3.2
3	蒲县肥煤	76.2	16.4	—	7.4
4	柳林焦煤	73.1	17.1	—	9.8
5	漳村瘦煤	81.3	12.5	—	6.2
6	陵川贫煤	74.3	13.3	—	12.4

表 4 模拟基样煤质分析结果

序号	样点	$M_{ad} \%$	$A_d \%$	$V_{ad} \%$	$S_{c,d} \%$	G
1	平朔长焰煤	3.66	13.38	36.18	0.88	22
2	石咀山气煤	1.41	6.80	36.35	2.62	76
3	蒲县肥煤	1.03	13.91	32.38	3.67	92
4	柳林焦煤	0.54	16.21	20.93	2.05	76
5	漳村瘦煤	1.00	11.61	16.73	0.34	4
6	陵川贫煤	1.44	20.79	12.39	0.48	2

3.1 模拟方法与结果

对六个基样采用相邻、相间、不同煤种等比例(重量比)的混配方法,共配得 19 个样品,每组测试结果叙述如下:

a) 二相邻煤种混

五个样品的随机反射率分布之差为 0.4%~0.9%,标准偏差 0.07~0.24,无凹口或有一个凹口,按意大利方案可能出现的编码为 0、1、3。低煤化度的 1~2 号样,标准偏差小于 0.1,为单煤特征,这是因为二煤样的反射率较接近,4~5 号样品出现凹口,标准偏差 0.14,不包括在六个编码内。

b) 二相间煤种混

四个样品的随机反射率分布之差为 0.5%~1.1%,标准偏差 0.13~0.35,均有一个凹口,可能出现的编码为 3。1~3 号样结果同 4~5 号样。

c) 三相邻煤种混

四个样品的随机反射率分布之差为 0.5%~1.1%,标准偏差 0.12~0.29,一到二个凹口,可能出现的编码为 4。1~2~3 号样结果同 4~5 号样。

d) 三相间煤种混

两个样品的随机反射率分布之差为 1.3%~1.7%,标准偏差均大于 0.2,有两个凹口,可能出现的编码为 4。

e) 三个以上煤种混

四个样品的随机反射率分布之差为 1.3%~1.8%，标准偏差均大于 0.2，无凹口或有三个凹口，可能出现的编码为 2,5。

3.3 划分指标与方案

以上测试表明，反射率分布之差、标准偏差、凹口是区分商品煤性质的有效指标。反射率分布的差值体现在标准偏差中，差值大则标准偏差也大。凹口是区分混煤的指标，凹口数目多则混合复杂。意大利方案把标准偏差分为三个级别，在此基础上又配合使用凹口数，本次实验证明此划分对我国商品煤也是可行的，故沿用二参数作为划分标志。

从模拟结果，标准偏差一般小于 0.5。当出现凹口时离散度增大，尤其是出现断开时标准偏差更大。

实验室模拟，基本上包含了可能出现的各种类型，归纳后与意大利方案大体一致，值得提出的是在标准偏差 0.1~0.2 之间，还有部分样品的分布图中出现一个凹口，与意大利编码 1 有出入，考虑有一定的概率则划入编码 3，划分方案如表 5。

表 5 商品煤反射率分布图编码系统

编 码	划 分 指 标		类 型
	标准偏差	凹 口 数	
0	≤ 0.1	无凹口	单一煤层煤
1	$> 0.1 \sim \leq 0.2$	无凹口	简单混煤
2	> 0.2	无凹口	复杂混煤
3		1 个凹口	具 1 个凹口的混煤
4		2 个凹口	具 2 个凹口的混煤
5		2 个以上凹口	具 2 个以上凹口的混煤

4 测试结果比较分析

影响测试结果的因素很多，测试条件偏差会引起系统误差，尤其在操作者和不同实验室之间；不同操作者的认识水平、测试技能直接关系到测值的准确性，故统一认识，提高操作技术非常重要。这里，我们着重讨论测点数目对测试结果的影响。

4.1 测点数目选择

测点数目选择的原则是在允许误差范围内尽可能少的点数，依煤级和混合程度而定。低煤级时，反射率分布范围小，标准偏差小，测点数目少，高煤级时，反射率分布范围大，标准偏差大，测点数目多。同理，单煤测点数目少，混煤测点数目多。误差范围的规定也遵循这一原则。

对各类样品按不同点线距进行 100 点、200 点、250 点、300 点、400 点、500 点等不同点数的测定。结果表明，单煤 100 点即符合精度要求，简单混煤 200~250 点，复杂混煤则需 500 点才可符合精度要求。

考虑到商品煤大多为混煤，同时实验室在接收样品时不能预先知其属性，故统一制双样。第一片测完后统计分析，如 98% 的测值变化范围 $\leq 0.4\%$ ，可结束测试进入结果计算，否则需继续加测第二片。待第二片测完后，结果一起统计分析。

某些测试如 250 点能满足要求，也可不测第二片。

如 500 点还不能达到规定的要求，也可适当缩小点行距，加大测点数。

4.2 测试精度试验

精度试验分重复性和再现性。

对 12 个样品进行重复性试验，从单煤到混煤，误差逐渐变大。单煤随机反射率平均值的差 $\leq 0.02\%$ ，标准偏差的差 ≤ 0.01 ；简单混煤反射率平均值的差 $\leq 0.02\%$ ，标准偏差的差 ≤ 0.02 ；复杂混煤反射率平均值的差 $\leq 0.07\%$ ，标准偏差的差 ≤ 0.04 ，峰数和凹口数基本相同。

对 19 个样品进行再现性试验,由西安分院和中国矿大北京研究生部两个实验室测试,单煤反射率平均值的差 $\leq 0.07\%$,标准偏差的差 ≤ 0.03 ;简单混煤反射率平均值的差 $\leq 0.13\%$,标准偏差的差 ≤ 0.02 ,峰数和凹口数目相同;复杂混煤反射率平均值的差 $\leq 0.14\%$,标准偏差的差 ≤ 0.04 ,峰数和凹口数大多都相同,个别有差。

考虑该方法积累资料有限,另外再现性仅在两个试验室之间进行,作为国家标准,各行业之间的误差将会更大,参照 ISO 7404/5 中关于精密度的确定公式,只给出 0 和 1 编码的重复性范围。

结束语

本次研究工作,通过试验验证,模拟实验把商品煤划分为 6 个类型,为煤炭贸易提供了科学的判别指标,使商品煤标准向国际先进标准接轨前进了一步。

需要说明的是:标准仅给出典型图谱,实际测试中分布图形状多变极为复杂,判别时要仔细分析研究,以防误判。判别时对峰及凹口的认定要谨慎,综合考虑标准偏差和凹口两个参数。

试验精密度还需今后工作中,不断探索和积累,形成一定规模的基础,得到补充和修订。