

中华人民共和国国家标准

GB/T 6948—2008
代替 GB/T 6948—1998

煤的镜质体反射率显微镜测定方法

Method of determining microscopically the reflectance of vitrinite in coal

(ISO 7404-5:1994, Methods for the petrographic analysis of bituminous coal and anthracite—Part 5: Method of determining microscopically the reflectance of vitrinite, MOD)

2008-08-07 发布

2009-03-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准修改采用 ISO 7404-5:1994(E)《烟煤和无烟煤的煤岩分析方法——第 5 部分:镜质体反射率的显微镜测定方法》(英文版)。

本标准根据 ISO 7404-5:1994(E)重新起草。为了方便比较,在资料性附录 A 中列出了本国家标准条款和国际标准条款的对照一览表。

由于我国法律要求和实际情况,本标准在采用国际标准时进行了修改。这些技术性差异用垂直单线标识在它们所涉及的条款的页边空白处。附录 B 中给出了技术性差异及其原因的一览表,以供参考。

为便于使用,本标准还做了下列编辑性修改:

- a) “本国际标准”一词改为“本标准”;
- b) 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”;
- c) 删除国际标准的前言和引言。

本标准代替 GB/T 6948—1998《煤的镜质体反射率显微镜测定方法》。

本标准与 GB/T 6948—1998 相比的主要变化如下:

——将 GB/T 6948—1998 中对“仪器”、“显微镜光度计的技术要求”的内容归入 MT/T 1053—2008《测定镜质体反射率的显微镜光度计技术条件》中,本标准第 6 章和 8.2 引用该煤炭行业标准;

——增加了混配煤镜质体反射率的测定方法(本标准 8.3.4)。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C、附录 D 为资料性附录。

本标准由中国煤炭工业协会提出。

本标准由全国煤炭标准化技术委员会(SAC/TC 42)归口。

本标准起草单位:煤炭科学研究总院西安研究院。

本标准主要起草人:肖文钊、张秀仪、叶道敏。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB 6948—1986、GB/T 6948—1998。

煤的镜质体反射率显微镜测定方法

1 范围

本标准规定了在显微镜油浸物镜下测定煤的抛光面上镜质体最大反射率和随机反射率的方法。

本标准适用于烟煤和无烟煤之单煤层煤或混配煤的反射率测定。褐煤的反射率测定、沉积岩中分散有机质的反射率测定可参照使用。本标准不适用于通过自动化显微镜分析由计算机软件解释镜质体反射率测值的方法。本标准不适用于测定混配煤组成的比例。

2 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)

GB/T 16773—2008 煤岩分析样品制备方法(ISO 7404-2:1985,Methods for the petrographic analysis of bituminous coal and anthracite—Part 2: Method of preparing coal samples, MOD)

MT/T 1053—2008 测定镜质体反射率的显微镜光度计技术条件

3 术语和定义

GB/T 12937 中确立的术语和定义适用于本标准。

4 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($\lambda=546\text{ nm}$)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。

5 材料

5.1 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 $23\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时折射指数 $N_e(\lambda=546\text{ nm}$ 的光中)为 1.5180 ± 0.0004 ,温度系数小于 0.0005 K^{-1} 。

宜定期检查油浸液的折射指数。

5.2 校准用标准物质

5.2.1 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 N_e ($\lambda=546\text{ nm}$)	反射率(标准值)/% ($N_e=1.518\ 0$)
一级	GBW13401	钷镱石榴石	1.976 4	1.72
	GBW13402	钷铝石榴石	1.837 1	0.90
	GBW13403	蓝宝石	1.770 8	0.59
	GBW13404	K ₉ 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

5.2.2 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(5.1),作为零标准物质。

6 仪器

显微镜光度计应符合 MT/T 1053—2008 中第 3 章的技术要求。

7 样品制备

按 GB/T 16773 中所述方法制备粉煤光片和块煤光片。

样品抛光后,应在干燥器中干燥 10 h 后;或在 30 °C~40 °C 的烘箱中干燥 4 h 后方可进行反射率测定。待测样品应存放于干燥器中。

对已长期暴露在空气或油浸中的抛光面,再次检验之前应按 GB/T 16773—2008 第 6 章重新抛光。

8 测定步骤

8.1 仪器调节和校准

8.1.1 仪器启动

应维持室温在 18 °C~28 °C 之间。依次打开电源、灯和仪器的其他电器部件开关,并调到规定的数值上。经过一定时间(宜超过 30 min)使仪器在测量前达到稳定。

8.1.2 显微镜调节

若显微镜中有检偏器,首先应将其移出光路。测定随机反射率时,应从光路中移去起偏器。

测定最大反射率时,若采用平面玻璃或史密斯(Smith)垂直照明器,应将起偏器放在 0°位置;若采用贝瑞克(Berek)棱镜垂直照明器,则应将起偏器置于 45°位置。若采用片状起偏器,当其有明显褪色时,应检查并更换。

8.1.3 照明

将油浸液(5.1)滴在已整平于载片上的样品抛光面上。并将样品置于载物台上。检查显微镜灯是

否已正确地调节成克勒(Köhler)照明¹⁾。用视域光圈调节照明视域,使其直径小于全视域的 1/3。调节孔径光圈。以减少耀光²⁾,但不必过分降低光的强度,一旦调节好,测定过程中就不应再改变其孔径大小。

8.1.4 对中

使物镜向载物台旋转轴对中;使视域光圈的像准焦并对中;调节测量光圈,使其中心与十字丝中心重合,如果看不见测量光圈迭加在样品上的像时,可在视域中选一光亮的包裹体,如黄铁矿晶体等使其正对十字丝中心,调节测量光圈的的中心位置,直到光电转换器信号达到最高值为止。

8.2 检验仪器的可靠性并标定仪器

8.2.1 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。

8.2.2 仪器的标定

先选取两个与试样反射率相近的标准物质在显微镜下进行标定,使显示的读数与其标准值之差不可大于标准值的 2%,才能进行试样的测定。

测定反射率时宜用 50 倍或 32 倍的油浸物镜;滤光装置的透射峰波长范围应为 (546 ± 5) nm,半峰宽小于 30nm。

8.3 镜质体反射率测定

8.3.1 测定对象

对烟煤和无烟煤,测定对象应为均质镜质体或基质镜质体;对褐煤,测定对象应为均质凝胶体或充分分解腐木质体。

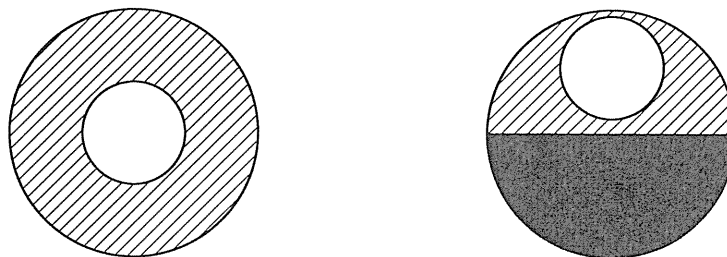
对镜质体最大反射率小于 1.40%、或随机反射率小于 1.30% 的煤,宜在测定结果中对所测显微亚组分进行标注。

8.3.2 在油浸物镜下测定镜质体最大反射率

按 8.1.2 的规定,应确保显微镜上装有起偏器。

在仪器校准之后,将样品整平,放入推动尺之中,滴上油浸液(5.1)并准焦。从测定范围的一角开始测定,用推动尺微微移动样品,直至十字丝中心对准一个合适的镜质体测区。应确保测区内不包含裂隙、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;测区外缘 10 μ m 以内无黄铁矿、惰质体等高反射率物质。

- 1) 克勒照明的调节方法:移开灯前的毛玻璃,推入镜筒上的勃氏镜(或取下目镜),观察物镜后焦面,调节聚焦到孔径光圈上的灯丝像,使其对中十字丝,并均匀充满孔径光圈,然后使毛玻璃复位。
- 2) 减少耀光的方法:推入勃氏镜(或取下目镜),观察物镜后焦面,若用平面玻璃照明器或史密斯照明器时,使孔径光圈像向十字丝中心对中[见图 1 中 a)];若使用贝瑞克棱镜照明器时,孔径光圈像的中心偏离物镜中心[见图 1 中 b)]。在保证足够分辨率的前提下,尽可能缩小孔径光圈,以便缩小物镜的有效孔径角。然后关上半挡板,以进一步除去杂散光。



a) 平面玻璃照明器

b) 贝瑞克棱镜照明器

图 1 孔径光圈像的位置

将光线投到光电转换器上,同时缓慢转动载物台 360° ,记录旋转过程中出现的最高反射率读数。

根据样品中镜质体的含量设定合理的点距和行距,以保证所有测点均匀布满全片。以固定步长推动样品,当十字丝中心落到一个不适于测量的镜质体上时,可用推动尺微微推动样品,以便在同一煤粒中寻找一个符合本条第二段要求的测区,测定之后,推回原先的位置,按设定的步长继续前进。到测线终点时,把样品按设定行距移向下一测线的起点。继续进行测定。

测定过程中发现测值异常时,应用与样品反射率最高值接近的反射率标准物质(5.2.1)重新检查仪器,如果其测值与标准值之差大于标准值的 2%,应放弃样品的最后一组读数。再用 5.2.1 中的标准物质标定仪器(8.2.2),合格后,重新测定。

每个单煤层煤样品的测点数目,因其煤化程度及所要求的准确度不同而有所差别,按表 2 的规定执行。

表 2 单煤层煤样品中镜质体最大反射率测定点数

最大反射率 $R_{\max}/\%$	不同准确度下的最少测点数			
	$\alpha^a=0.02$	$\alpha=0.03$	$\alpha=0.05$	$\alpha=0.10$
≤ 0.45	30	—	—	—
$>0.45\sim 1.10$	50	—	—	—
$>1.10\sim 2.00$	—	50	—	—
$>2.00\sim 2.70$	—	100	—	—
$>2.70\sim 4.00$	—	—	100	—
>4.00	—	—	—	100

^a α 为准确度,即与真值之间的一致程度。

8.3.3 在油浸物镜下测定镜质体随机反射率

移开显微镜上的起偏器,以自然光入射,不旋转载物台。其余测定步骤按 8.3.2,但单煤层煤样品中测点数应按表 3 的规定执行。

表 3 单煤层煤样品中镜质体随机反射率测定点数

随机反射率 $R_{\text{ran}}/\%$	不同准确度下的最少测点数				
	$\alpha^a=0.02$	$\alpha=0.03$	$\alpha=0.04$	$\alpha=0.06$	$\alpha=0.10$
≤ 0.45	30	—	—	—	—
$>0.45\sim 1.00$	60	—	—	—	—
$>1.00\sim 1.90$	—	100	—	—	—
$>1.90\sim 2.40$	—	—	200	—	—
$>2.40\sim 3.50$	—	—	—	250	—
>3.50	—	—	—	—	300

^a α 为准确度,即与真值之间的一致程度。

8.3.4 混配煤的镜质体反射率测定

宜采用 $0.4\text{ mm}\times 0.4\text{ mm}$ 或 $0.5\text{ mm}\times 0.5\text{ mm}$ 的点行距。用直径 25 mm 或边长 25 mm 的粉煤光片,宜按 8.3.3 测定其镜质体随机反射率,也可按 8.3.2 测定镜质体最大反射率。

测点数应达到 250 点以上。若 98% 的测值变化范围大于 0.40%,则应按上述点行距测定第二个粉煤光片,测点数应达到 500 点以上;否则可不测第二个粉煤光片。

9 结果表述

9.1 测定结果宜以单个测值计算反射率平均值和标准差的方法进行计算。也可用 0.05% 的反射率间隔(半阶)或 0.10% 的反射率间隔(阶)的点数计算反射率的平均值和标准差。

9.2 按单个测值计算反射率平均值和标准差的公式见式(1)和式(2):

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

$$S = \sqrt{\frac{n \sum_{i=1}^n R_i^2 - (\sum_{i=1}^n R_i)^2}{n(n-1)}} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

\bar{R} ——平均最大反射率或平均随机反射率, %;

R_i ——第 i 个反射率测值;

n ——测点数目;

S ——标准差。

9.3 按阶或半阶计算反射率平均值和标准差的方法如下:

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,作出反射率直方图(见附录 A),计算出反射率的平均值和标准差,计算公式见式(3)和式(4):

$$\bar{R} = \frac{\sum_{j=1}^n R_j X_j}{n} \quad \dots\dots\dots (3)$$

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n R_j^2 X_j - n \bar{R}^2}{n-1}} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

R_j ——第 j 阶(或半阶)的中间值;

X_j ——第 j 阶(或半阶)的测点数。

注: 阶的表示法:[0.50, 0.60]、[0.60, 0.70]、[0.70, 0.80]、[0.80, 0.90]、...

阶的中间值:0.55、0.65、0.75、0.85、...

半阶的表示法:[0.50, 0.55]、[0.55, 0.60]、[0.60, 0.65]、[0.65, 0.70]、...

半阶的中间值:0.525、0.575、0.625、0.675、...

10 精密度

重复性限和再现性限应按表 4、表 5 的规定执行。

表 4 镜质体最大反射率的重复性限和再现性限

样品最大反射率 $R_{\max}/\%$	重复性限/%				再现性限/ %
	$\alpha=0.02$	$\alpha=0.03$	$\alpha=0.05$	$\alpha=0.10$	
≤ 1.10	0.03	—	—	—	0.08
$> 1.10 \sim 2.00$	—	0.04	—	—	0.10
$> 2.00 \sim 2.70$	—	0.04	—	—	0.15

表 4 (续)

样品最大反射率 $R_{\max}/\%$	重复性限/ $\%$				再现性限/ $\%$
	$\alpha=0.02$	$\alpha=0.03$	$\alpha=0.05$	$\alpha=0.10$	
>2.70~4.00	—	—	0.07	—	0.20
>4.00	—	—	—	0.14	0.35

^a α 为准确度。

表 5 镜质体随机反射率的重复性限和再现性限

最大反射率 $R_{\text{ran}}/\%$	重复性限/ $\%$					再现性限/ $\%$
	$\alpha=0.02$	$\alpha=0.03$	$\alpha=0.04$	$\alpha=0.06$	$\alpha=0.10$	
≤ 1.00	0.03	—	—	—	—	0.08
>1.00~1.90	—	0.04	—	—	—	0.10
>1.90~2.40	—	—	0.06	—	—	0.15
>2.40~3.50	—	—	—	0.08	—	0.20
>3.50	—	—	—	—	0.14	0.35

^a α 为准确度。

应定期进行实验室内重复性和实验室之间再现性的检查。

11 检测报告

检测报告宜包括以下内容：

- 依据的标准名称；
- 对样品鉴定所需的全部细节(送样单位、送样者、送样编号、实验室样品编号、采样地点：煤田、矿区、钻孔号、煤层号、深度、车厢号、煤堆位置等)；
- 实验室名称及地址；
- 检测日期；
- 总测点数、最终结果(反射率平均值取 2 位小数、标准差取 3 位小数)；
- 检测的反射率类型；检测的各镜质体亚组分的名称；
- 在检测过程中所见到的与检测结果有关的其他特征；
- 反射率标准物质的名称及其反射率值，室温、检测仪器型号、显微镜的放大倍数；
- 测定者、审核者。

镜质体反射率检测结果报告格式及内容参见附录 C。

煤的镜质体平均最大反射率与平均随机反射率的统计关系参见附录 D。

附 录 A
(资料性附录)

本标准章条号与 ISO 7404-5:1994 章条编号对照

表 A.1 中给出了本标准章条编号与 ISO 7404-5:1994 的章条编号对照一览表。

表 A.1 本标准章条号与 ISO 7404-5:1994 章条编号对照表

本标准章条编号	ISO 7404-5:1994 国际标准章条编号
1	1
2	2
3	3
4	4
5.1	5.1
5.2	5.2
6	6.1、6.2、6.3、6.4、6.5
7	7
8.1.1、8.1.2、8.1.3、8.1.4	8.1.1、8.1.2、8.1.3、8.1.4
8.2	8.2.1、8.2.2、8.2.3、8.2.4、8.2.5
8.3.1	8.3.1
8.3.2	8.3.2
8.3.3	8.3.3
8.3.4	—
9	9
10	10.1、10.2
11	11
附录 A	—
附录 B	—
附录 C	9 中图 3 和表 2 等
附录 D	—

附 录 B

(资料性附录)

本标准与 ISO 7404-5:1994 技术性差异及其原因

表 B.1 中给出了本标准与 ISO 7404-5:1994 技术性差异及其原因的一览表。

表 B.1 本标准与 ISO 7404-5:1994 技术性差异及其原因

本标准的章条编号	技术性差异	原因
2	增加了“MT/T 1053—2008 测定镜质体反射率的显微镜光度计技术条件”	根据国内煤岩学专家的意见,将对显微镜光度计技术要求的内容放入该煤炭行业标准中,本标准直接引用
5.2	用我国生产的有证反射率标准物质代替 ISO 7404-5 推荐的标准物质。比国际标准中推荐的标准物质少两个品种	更符合我国实际情况,便于操作。 实践证明我国生产的有证标准物质完全能满足镜质体反射率测试的需要
6	用“MT/T 1053—2008 的第 3 章”中对显微镜光度计的技术要求代替 ISO 7404-5 的第 6 章	根据国内煤岩学专家的意见,将对显微镜光度计技术要求的内容放入该煤炭行业标准中,本标准直接引用。只是表述方式不一致,技术上要求更严
7	增加了“样品抛光后,应在干燥器中干燥 10 h 后;或在 30 ℃~40 ℃的烘箱中干燥 4 h 后方可进行反射率测定。待测样品应存放于干燥器中。”	将 ISO 7404-2:1985 中 7.5 的要求直接写入本标准中,便于操作
8.2	用“MT/T 1053—2008 中 3.2~3.7 的规定”代替 ISO 7404-5 中“仪器的可靠性和仪器校准”等技术要求	根据国内煤岩学专家的意见,将对显微镜光度计技术要求的内容放入该煤炭行业标准中,本标准直接引用。只是表述方式不一致,技术上要求更严
8.3.2 8.3.3	用表 2 和表 3 中规定的测点数代替 ISO 7404-5 中对镜质体反射率测点数的要求。本标准中对测点数的要求力略低于 ISO 7404-5	本标准将单煤层煤与混配煤的反射率测定分 8.3 和 8.4 分别叙述。本条所述单煤层煤的测点数要求能满足测定镜质体反射率的需要
8.3.4	将反射率测值极差“0.40%~0.80%”和“>0.80%”两种情况合并为“98%的测值变化范围大于 0.40%”。因反射率测值极差>0.80%的情况较少,本标准没有单独的要求	制定 GB/T 15591—1995 国家标准时,国内煤岩工作者做了大量的实验,证明本标准对测点数的要求是可行的
10	用表 4、表 5 中规定的具体精密度要求代替 ISO 7404-5:1994 的要求。技术要求相当	1984 年制定本国家标准时,国内煤岩工作者做了大量的实验,证明了本标准对精密度的要求是可行的
附录 C	用附录 C 代替 ISO 7404-5:1994 中图 3 和表 2 的检测结果格式	检测报告格式更符合我国实际情况
附录 D	增加了镜质体最大反射率与随机反射率的统计关系	作为资料性附录,可供本标准的使用者参考

附录 C
(资料性附录)

镜质体反射率检测结果报告(实例)

煤的镜质体反射率检测报告格式见表 C.1。

表 C.1 煤的镜质体反射率检测结果报告

实验室样品编号:2008-0039 送样编号:YH057-3-2 采样地点:煤田、钻孔号、煤层、深度等 反射率类型: R_{ran} 送样单位:×××× 送样者:×××			室温:23℃ 浸油折射指数(N_e):1.518 0 标准物质名称:蓝宝石、钇铝石榴石 测定对象: 均质镜质体:62% 基质镜质体:38%							
反射率/% (按半阶或阶划分)	测点数 n	频率/ %	测值分布频率直方图							
			0	10	20	30	40	50	60	70%
0.60~0.65 ^a										
0.65~0.70 ^b	5	5								
0.70~0.75	20	20								
0.75~0.80	50	50								
0.80~0.85	15	15								
0.85~0.90	10	10								
0.90~0.95										
总测点数:100										
反射率的平均值和标准差: $R_{\text{ran}}=0.77\%$, $S=0.051\%$										
依据标准:GB/T 6948—2008					仪器型号:×××显微镜光度计					
检测单位:××××					测定者:×××					
检测单位地址:××××					审核者:×××					
检测日期:××××年××月××日										
^a 包含 0.60,不包含 0.65。 ^b 包含 0.65,不包含 0.70,以此类推。										

附 录 D

(资料性附录)

镜质体平均最大反射率与平均随机反射率的统计关系

D.1 当镜质体最大反射率 $R_{\max} \leq 2.50\%$ 时, R_{\max} 的计算见式(D.1):

$$R_{\max} = 1.0645R_{\text{ran}} \quad \dots\dots\dots(\text{D.1})$$

D.2 当镜质体最大反射率 $2.50\% < R_{\max} < 6.50\%$ 时, R_{\max} 的计算见式(D.2):

$$R_{\max} = 1.2858R_{\text{ran}} - 0.3963 \quad \dots\dots\dots(\text{D.2})$$

注: 镜质体平均最大反射率与平均随机反射率之间只是统计关系,不能在测定了镜质体随机反射率后按这一关系式计算其最大反射率作为测定结果报出,同样也不能在测定了镜质体最大反射率后按这一关系式计算其随机反射率作为测定结果报出。



中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
煤的镜质体反射率显微镜测定方法
GB/T 6948—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 21 千字
2008年11月第一版 2008年11月第一次印刷

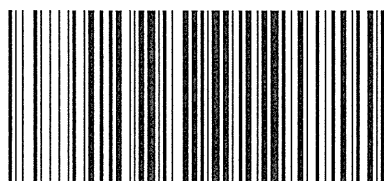
*

书号: 155066·1-34244

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 6948—2008