

煤炭转化

光度计测定镜质体反射率工作曲线的建立与应用

陈洪博^{1,2,3}, 白向飞^{1,2,3}, 张宇宏^{1,2,3}, 王越^{1,2,3}

(1. 煤炭科学研究总院 北京煤化工研究分院 北京 100013; 2. 煤炭资源高效开采与洁净利用国家重点实验室 北京 100013;
3. 国家能源煤炭高效利用与节能减排技术装备重点实验室 北京 100013)

摘要: 为了优化配煤,提高镜质体反射率测试精度,以 MSP UV-VI2000 型光度计为例,介绍了测定镜质体反射率的原理和测试流程。推导出了测定反射率的通用公式和专用公式。对 2 种公式进行比较发现:专用公式需要校准设备,过程繁琐。通用方法具有普遍适用的特点,其基本步骤为人工读数,做曲线,计算反射率值,绘制直方图。根据公式,分析了工作曲线的最大量程,反射率的分辨能力。重点比较分析了不同斜率的 2 条光度计工作曲线以及在测试过程中如何选择工作曲线。最后提出了光度计测定镜质体反射率应遵循的原则。

关键词: 镜质体;反射率;显微光度计;原理

中图分类号: TQ531.2; TD849 文献标志码: A 文章编号: 1006-6772(2014)05-0070-05

Working curve establishment and application of vitrinite reflectance determined by microphotometer

CHEN Hongbo^{1,2,3}, BAI Xiangfei^{1,2,3}, ZHANG Yuhong^{1,2,3}, WANG Yue^{1,2,3}

(1. Beijing Research Institute of Coal Chemistry, China Coal Research Institute Beijing 100013, China;
2. State Key Laboratory of Coal Mining and Clean Utilization (China Coal Research Institute) Beijing 100013, China; 3. National Energy Technology and Equipment Laboratory of Coal Utilization and Emission Control (China Coal Research Institute) Beijing 100013, China)

Abstract: In order to optimize coal blending process and improve test precision of vitrinite reflectance taking MSP UV-VI2000 photometer as research object, introduced its working principle, process. Obtained the general formal and special formula of vitrinite reflectance. The comparison of the two formulas show that the special formula needs to correct equipment and the process is complicated. The special formula has an universally applicable characteristic. The experimental procedure includes measuring, drawing curve, calculating reflectance and drawing histogram. Based on the formula, analyze the maximum measurement range and resolving power of photometer. Compare two working curves which have different slope. Provide principles with which should be complied when measuring the reflectance with photometer.

Key words: vitrinite; reflectance; microphotometer; principle

0 引 言

镜质体反射率是煤岩测试的主要指标,该指标的应用日益广泛并受到重视,特别是在焦化行业,镜质体反射率是鉴别混煤的唯一有效手段。镜质体反射率分布图也是指导炼焦优化配煤的有效手段^[1],炼焦煤的镜质体反射率与其他指标的

关系密切^[2]。目前测试镜质体反射率的方法仍是利用显微光度计人工测试,煤岩自动测试技术仍处于研发阶段^[3-4],基于图像分析的自动测试技术显现出较好的发展前景^[5-12],显微光度计除了可以按国家标准测定煤中镜质体反射率,亦可测定煤中惰质组的反射率^[13]。煤岩分析中所用的光度计,其功能主要是实现光电转换,将由样品反射至

收稿日期: 2014-05-15; 责任编辑: 宫在芹 DOI: 10.13226/j.issn.1006-6772.2014.05.017

基金项目: 国家自然科学基金重点资助项目(U1361124); “十二五”国家科技支撑计划资助项目(2012BAB19B05)

作者简介: 陈洪博(1979—),男,辽宁锦州人,副研究员,硕士,主要从事煤岩、煤质研究。E-mail: hongbo713@163.com

引用格式: 陈洪博,白向飞,张宇宏,等.光度计测定镜质体反射率工作曲线的建立与应用[J].洁净煤技术,2014,20(5):70-74.

CHEN Hongbo, BAI Xiangfei, ZHANG Yuhong et al. Working curve establishment and application of vitrinite reflectance determined by microphotometer[J]. Clean Coal Technology, 2014, 20(5): 70-74.

检测器的光信号转变成电信号,便于进一步测试。笔者深入研究了光度计的测试原理及在实际测试中的应用,以期达到优化配煤,提高镜质体反射率测试精度的目的。

1 光度计系统

MSP UV - VIS2000 型光度计是目前测定镜质体反射率性能较好,并在国内推广的一款光度计。其具有工作条件稳定、光谱特性适宜、光电转换线性好、测试精度高等优点^[14]。整个测试系统由显微镜、特殊光导纤维、电荷耦合阵列检测器和控制系统软件组成。MSP UV - VIS2000 型光度计接收的电信号以 count 数表示,最大分辨率为 4096。

2 光度计法测定镜质体反射率的原理

2.1 原理公式

光度计测定反射率的原理是在显微镜下,对镜质体抛光片上的限定面积内垂直入射光的反射光进行光电转换测定其电信号强度,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,其电信号与反射率成正比线性关系。光度计的工作曲线是经过原点的直线,测试原理公式如下:

$$R_v = \frac{R_s}{I_s} \cdot I_v \quad (1)$$

其中

$$k = \frac{R_s}{I_s} = \frac{100}{M} \quad (2)$$

式中: R_v 为试样的镜质体反射率,%; R_s 为标样的反

射率,%; I_s 为标样的反射光电信号, MSP UV 系列光度计用 count 数表示; I_v 为试样的镜质体反射光电信号, MSP UV 系列光度计用 count 数表示; k 为工作曲线斜率; M 为 MSP UV - VIS2000 仪器参数。

将式(2)代入式(1)即可得出式(3):

$$R_v = \frac{100}{M} \cdot I_v \quad (3)$$

式(1)是光度计法测定反射率的通用公式,而式(3)是目前 MSP UV - VIS 系列光度计测试系统所采用的专用公式。

2.2 MSP UV - VIS 系列光度计专用公式测试模式

MSP UV - VIS 系列光度计测定反射率的流程如图 1 所示。该模式仅仅是该系列产品的特定测量模式,并不是通用模式。这种模式并不违反镜质体反射率测试基本原理。如果选用该公式进行反射率测定,则有一个设定 M 值的步骤, M 值的作用是:①设定 M 值,选定工作曲线(斜率);②由工作曲线确定测量的最大量程;③反射率与光度计接收的电信号的关系(count, R) 一一对应。因此,需要用反射率已知的标样校准设备,使标样的坐标点(count, R) 落在工作曲线上,即校准设备的过程,校准设备可调节显微镜的照明光强,改变光度计接收光信号的强度,也可改变光度计的集成时间,调整光度计接收电信号的强度。标样、 M 值、显微镜照明光强、集成时间是该方法校准设备的 4 个必要输入条件,校准设备后的输出条件是选定的工作曲线、校准后的显微照明光强和集成时间,该输出条件同时作为试样测定的输入条件。

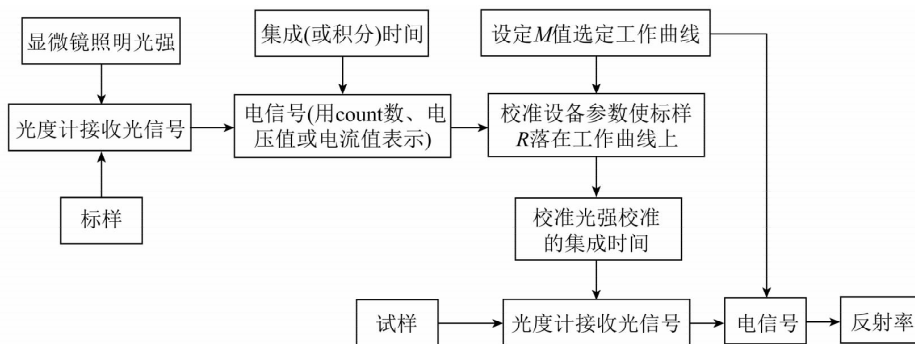


图 1 MSP UV - VIS 系列光度计测定反射率的流程

2.3 通用公式测试模式

采用以上专用公式法测试镜质体反射率,需要首先选定 M 值并校准设备,过程较繁琐,而且若

校准设备不准确会影响测值的准确性。通过对全国用此设备的用户调研发现,大部分用户对 M 值的作用和意义并不是很理解。实际上光度计测试

反射率还有一种通用方法。

光度计法测定反射率通用方法的原理流程如图2所示。通用方法与专用方法相比的主要区别在于:专用方法是选定工作曲线,而通用方法作出工作曲线。因此通用方法省去了设定 M 值的过程,省去了校准设备参数的过程。标样、显微镜照明光强、集成时间是通用方法作出工作曲线的3个必要输入条件。

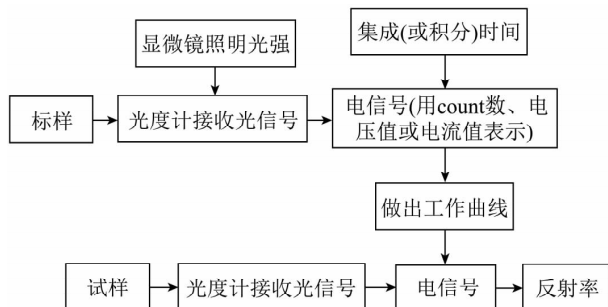


图2 光度计法测定反射率(通用方法)的流程

2.4 通用方法与专用方法比较

通用方法是具有普适意义的方法,但目前的MSP UV-VIS系统没有将此模式做成测试系统,只能人工读数、做曲线、计算反射率和绘制直方图。由于计算机的普及,直接采用通用方法也很方便,将该方法编成计算机软件也不难。但在10a前,由于计算机不太普及,人们不太愿意采用通用方法,因为只能用计算器去逐个数据换算,因此很多仪器都设计成专用方法的测试模式,调节仪器照明条件或光度计工作参数,使仪器显示的标样反射率测等于其标定值,这样测试试样时,仪器的显示值即测量值。

3 工作曲线的建立

3.1 工作曲线的最大量程

由公式(3)可知, M 值确定后,工作曲线(斜率)即确定。用不同的 M 值做出的系列工作曲线如图3所示。

由于该曲线是过原点的直线,无需试验测定即可做出该系列曲线。由于该光度计的最大分辨率是4096个count数,则count数是4096时对应的反射率值即为该工作曲线的最大量程,专用公式的最大量程即为 $100/M \cdot 4096$,光度计的 M 值与测量最大量程的关系如图4所示。

最大量程是在反射率测试过程中需要注意的

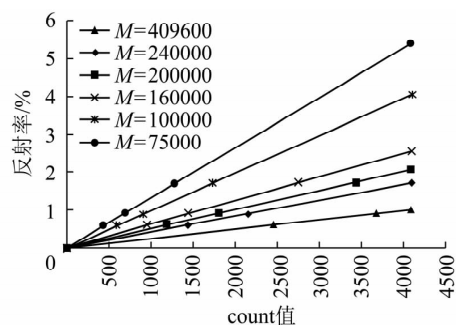


图3 MSP UV-VIS2000 光度计的工作曲线

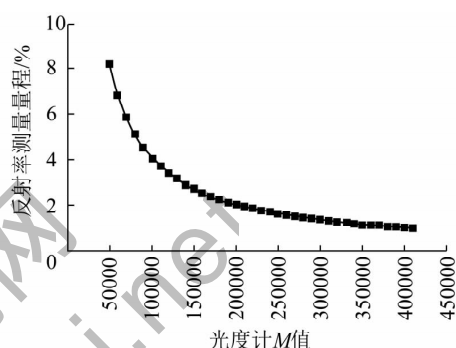


图4 MSP UV-VIS2000 光度计的 M 值与反射率测量量程的关系

重要问题,工作曲线的量程选择过大,则测试的电信号集中在很小的范围内,工作曲线的量程选择过小,则有可能出现测不到待测样品的反射率的情况。

3.2 反射率的分辨能力

本文对“反射率的分辨能力”定义如下:仪器的电信号变化时,反射率测值随之变化的程度,即单位电信号变化值(MSP UV系列光度计用 Δ count表示)对应的 ΔR 。由于光度计法的原理公式是一元一次方程,所以工作曲线的斜率即表示信号对反射率的分辨能力。

图5为光度计的 M 值与反射率分辨能力的关

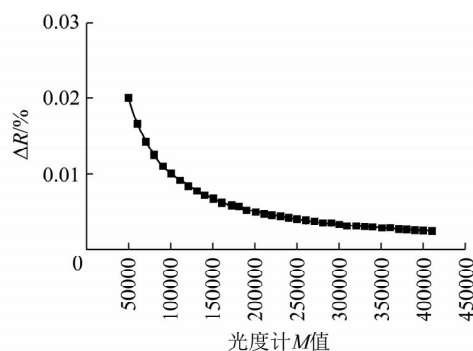


图5 MSP UV-VIS2000 光度计的 M 值与反射率分辨能力的关系

系,可以看出,即假定电信号的分辨能力是 10(实际上是 1)即 $\Delta \text{count} = 10$,在不同的 M 值条件下,反射率分辨能力都在 0.02% 以下。可见,4096 级最大分辨率的光度计对反射率的分辨能力相当强,完全满足反射率测定要求。由于其较高的分辨能力,这在一定程度上降低了测试过程中对误差的控制要求。

4 工作曲线的选择

从图 3 可以看出,不同的工作曲线对应不同的最大量程。因此,测定试样反射率的必要条件就是保证选定工作曲线的最大量程大于试样的反射率,不同斜率的 2 条光度计工作曲线比较如图 6 所示。

图 6 中 M 值为 200000 时,则斜率为 0.0005,如果 count 数的分辨能力是 10,则其对反射率的分辨能力是 0.005%。 M 值为 100000 时,则斜率是 0.001,如果 count 数的分辨能力是 10,则其对反射率的分辨能力是 0.01%。2 条曲线的详细比较见表 1。试样的反射率在不超量程的情况下,低斜率的曲线对反射率的分辨能力更强,所以其测值也相对更准确。

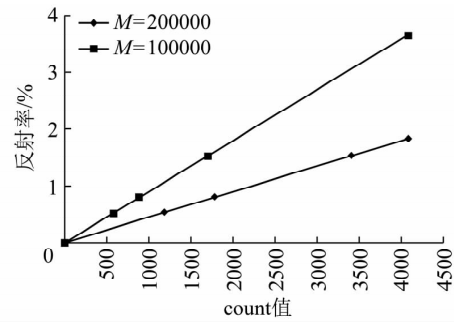


图 6 不同斜率的 2 条光度计工作曲线比较

基于以上分析,确定光度计法测定反射率的条件选择所遵循的原则:第一,保证试样的反射率不超工作曲线量程;第二,尽量选用斜率低的曲线;第三,选择较舒服的显微镜照明强度;第四,积分时间不宜过大,建议不超过 300。

表 2 为根据不同的试样特征,以及烟煤镜质体平均最大反射率与煤种之间的关系^[15],给出了 M 值可以取值范围和建议取值范围,供测试者参考。可以取值范围就是保证试样的反射率值不超工作曲线量程,建议取值范围一是尽量选用斜率低的曲线,二是使试样的电信号(count 数)尽量居中(800 ~ 3200)。

表 1 不同斜率的 2 条光度计工作曲线比较

M 值	斜率	最大量程/%	Δcount 为 10 对应 ΔR 分辨能力/%	反射率 0.60% ~ 1.72% 对应的 count 值	count 值范围利用率/%	count 值利用范围特点
200000	0.0005	2.05	0.005	1200 ~ 3440	54.7	居中
100000	0.0010	4.10	0.010	600 ~ 1720	27.3	偏左

表 2 M 取值特征

序号	试样特征	代表性煤种	M 可以取值范围	M 建议取值范围
1	涵盖低阶煤到无烟煤 WY2(R 分布为 0.5 ~ 5.5)	—	< 70000	65000 ~ 70000
2	涵盖低阶煤到年轻无烟煤 WY3(R 分布为 0.5 ~ 2.5)	—	< 160000	140000 ~ 150000
3	不含无烟煤的炼焦混配煤(R 分布为 0.5 ~ 2.0)	—	< 200000	140000 ~ 160000
4	不含无烟煤的炼焦混配煤(R 分布为 0.50 ~ 1.72)	—	< 200000	140000 ~ 190000
5	R 均值 1.8 ± 0.1 单种煤	SM、PS	< 190000	90000 ~ 150000
6	R 均值 1.6 ± 0.1 单种煤	JM、SM	< 210000	100000 ~ 170000
7	R 均值 1.4 ± 0.1 单种煤	FM、JM	< 240000	110000 ~ 190000
8	R 均值 1.2 ± 0.1 单种煤	1/3JM、FM、JM	< 270000	140000 ~ 210000
9	R 均值 1.0 ± 0.1 单种煤	1/3JM、FM	< 290000	170000 ~ 290000
10	R 均值 0.8 ± 0.1 单种煤	RN、QM、QF、1/3JM	< 370000	210000 ~ 290000
11	R 均值 0.6 ± 0.1 单种煤	CY、BN、RN、QM	< 400000	300000 ~ 360000
12	R 均值 0.4 ± 0.1 单种煤	HM、CY、BN	< 450000	350000 ~ 450000

5 结 语

光度计法测定镜质体反射率有 2 种原理公式和测量模式:一种是仪器的专用公式和测量模式;另一种是通用的公式和测量模式。专用方法过程繁琐,通用方法是更具有普适意义。在反射率的测试过程中,工作曲线的建立是影响测试精度的关键环节,工作曲线的最大量程决定了反射率测量的最大值,反射率的分辨能力影响测试精度。MSP UV-VI2000 型光度的 M 值决定了工作曲线的最大量程和反射率的分辨能力,通过科学设定 M 值,可提高反射率测试精度。

参考文献:

- [1] 孟庆波,刘洋,郭武卫,等.基于镜质组反射率分布的水钢优化配煤研究[J].煤炭转化,2011,34(1):22-28.
- [2] 宋旗跃,白向飞,陈亚飞.太原煤气化公司煤的镜质体反射率与其他指标间的关系[J].洁净煤技术,2000,6(1):37-40.
- [3] 白向飞.煤岩自动测试技术现状及存在的问题[J].燃料与化工,2007,38(4):4-6.
- [4] 白向飞.煤岩自动测试技术路线及关键问题分析[J].煤质技术,2011(2):6-12.
- [5] O'Brien G, Jenkins B, Esterle J, et al. Coal characterisation by automated coal petrography [J]. Fuel 2003, 82(9): 1067-1073.
- [6] O'Brien G, Jenkins B, Ofori P, et al. Semi-automated petrographic assessment of coal by coal grain analysis [J]. Minerals Engineering 2007, 20(5): 428-434.
- [7] Gupta S, Shen F, Lee W, et al. Improving coke strength prediction using automated coal petrography [J]. Fuel 2012, 94: 368-373.
- [8] Lester E, Allen M, Cloke M, et al. An automated image analysis system for major maceral group analysis in coals [J]. Fuel, 1994, 73(11): 1729-1734.
- [9] Lester E, Watts V, Cloke M. A novel automated image analysis method for maceral analysis [J]. Fuel 2002, 81(17): 2209-2217.
- [10] 王文韬,胡德生,尹文义,等.数字化煤岩分析系统的设计与实现[J].中国图像图形学报,2003,8(7):783-787.
- [11] 胡德生,王文韬,刘其真.数字化自动煤岩分析技术的开发[J].钢铁,2005,40(7):17-21.
- [12] 陈洪博,白向飞,李振涛,等.图像法测定煤岩组分反射率工作曲线的建立与应用[J].煤炭学报,2014,39(3):562-567.
- [13] 陈洪博,李文华,姜英,等.神东煤显微组分与基本结构特征研究[J].煤炭转化,2006,29(1):6-10.
- [14] 白向飞,张宇宏. MSP UV-VIS2000 显微光度计在煤岩分析中的应用[J].煤质技术,2005(2):45-46.
- [15] 李文华,白向飞,杨金和,等.烟煤镜质组平均最大反射率与煤种之间的关系[J].煤炭学报,2006,31(3):342-345.

欢迎订阅《粉煤灰综合利用》杂志

邮发代号 18-213

《粉煤灰综合利用》杂志 1987 年创刊,是国内最早开展粉煤灰综合利用研究的科技期刊。广泛宣传国家及各级政府有关粉煤灰综合利用的方针政策法规。面向电力、建工、建材、能源、交通、农业、水利、环保、化工、大专院校等领域报道粉煤灰综合利用的新产品、新技术、新工艺、新设备,介绍国内外粉煤灰综合利用基础理论研究新成果和先进经验,促进我国粉煤灰综合利用工作的不断发展。广泛开展绿色建材、绿色建筑、建筑节能、粉煤灰及其它工业废渣精细利用领域的新技术、新产品研发推广应用。主要栏目有:基础研究、专题研究、科学实验、工程应用、产品开发、生产技术、政策法规、经验介绍、建筑节能、建筑科技、墙改论坛等十多个栏目。为中国核心期刊(遴选)数据库期刊,中国科技论文统计源期刊(中国科技优秀期刊),中国学术论文数据库期刊。河北省优秀期刊,美国化学文摘社中国期刊收录名单期刊,全国性建材科技期刊,中国报刊订阅指南信息库收录期刊等。

本刊与全国 50 多家期刊交流互赠,与全国多家协会、大型会议媒体协作互动,有 20 多家企业发布广告。欢迎订阅,欢迎投稿,欢迎刊登广告,价格优惠,样刊索寄。

本刊大 16 开,双月刊,双月 25 日出版,每期 10 元,全年 60 元。国内外公开发行,全国各地邮局订阅,也可直接向本刊订购。

中国标准刊号: ISSN1005-8249
CN13-1187/TU

地址:石家庄市槐中路 244 号 邮编:050021 E-mail: Fmzhzly@163.com

电话:编辑部 0311-86692425 广告部 0311-86061348(兼传真) 发行部 0311-85820046

开户行:河北银行长安支行 账号:01031300000637

收款单位:河北粉煤灰综合利用杂志社有限责任公司