

ICS 73.040
D 20



中华人民共和国国家标准

GB/T 16773—1997

煤岩分析样品制备方法

Method of preparing coal samples
for the coal petrographic analysis

1997-04-17发布

1997-10-01实施

国家技术监督局发布

前　　言

本标准在技术内容上非等效采用国际标准 ISO 7404/2:1985《煤岩样品制备方法》。其不同点主要有：

- 1) ISO 7404/2 仅规定了煤砖光片的制备方法。本标准不但规定了煤砖光片的制备方法,而且还规定了块煤光片、薄片和光薄片的制备方法。
- 2) 本标准推出了煤岩荧光分析用的无荧光粘结剂。
- 3) ISO 7404/2 推荐了用环氧树脂制备煤砖光片的方法,本标准还推荐了用虫胶制备煤砖的热胶法和用不饱和聚酯树脂制备煤砖的冷胶法;ISO 7404/2 中研磨料采用的是一套不同粒级的砂纸,本标准研磨料采用的是不同粒级的金刚砂和白刚玉粉。

本标准煤砖光片的制备、研磨、抛光工序与 ISO 7404/2 等效。抛光面的质量检查等同采用 ISO 7404/2。

自本标准实施之日起,原煤炭工业部部标准 MT 116.1~116.3—86《煤岩分析样品的制备方法 第一部分 煤砖光片的制备方法;第二部分 块煤光片的制备方法;第三部分 煤岩薄片、光薄片的制备方法》停止使用。

本标准由煤炭工业部提出。

本标准由全国煤炭工业部标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:煤炭科学研究院西安分院。

本标准起草人:钟玲文、陈佩元、白俊荣。

本标准委托煤炭科学研究院西安分院负责解释。

中华人民共和国国家标准

煤岩分析样品制备方法

GB/T 16773—1997

Method of preparing coal samples
for the coal petrographic analysis

1 范围

本标准规定了煤岩样品制备的材料、设备和制备步骤。

本标准适用于煤砖光片、块煤光片、煤岩薄片和光薄片的制备。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 6003—85 试验筛

ISO 7404/2 煤岩样品制备方法

3 材料

3.1 粘结剂

3.1.1 冷胶粘结剂:不饱和聚酯树脂,环氧树脂。

3.1.2 热胶粘结剂:虫胶、松香。

3.1.3 无荧光粘结剂:506 粉或 3#树脂。

3.1.4 煮胶配料:石蜡、松香、松节油。

3.1.5 玻璃载片用胶:501 胶、502 胶。

3.1.6 玻璃盖片用胶:光学树脂胶。

3.2 研磨料

180 号、200 号、320 号碳化硅金刚砂;W20、W10、W5、W3.5、W1 白刚玉粉。

3.3 抛光料

最大粒度不超过 0.1 μm 的氧化铝粉;粒度小于 0.05 μm 的酸性硅溶胶—1010 抛光液。

3.4 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。

3.5 毛玻璃板

面积约为 300 mm × 300 mm,厚度 5 mm 以上。

3.6 玻璃棒

4 仪器设备

4.1 试验筛 符合 GB 6003 的规定,孔径 1.0 mm。

4.2 破碎机或研钵。

4.3 托盘天平

感量 0.1 g。

4.4 镶嵌机

手动杠杆式镶嵌机,扭力矩式镶嵌机,液压镶嵌机或自动控温镶嵌机。

4.5 环状电加热器

尺寸见图 1。

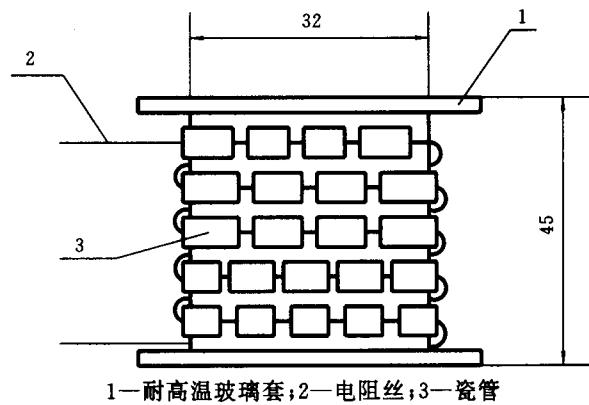


图 1 环状电加热器

4.6 热胶模具

有装煤和粘结剂混合物的环形金属模具、推卸环、压实杆、底盘。尺寸见图 2。

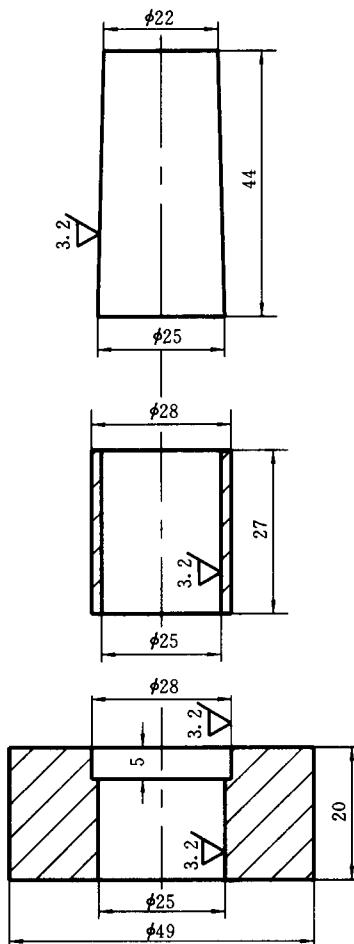


图 2 热胶模具
(以直径 25 mm 煤砖为例)

4.7 冷胶模具

煤砖鉴定面为长 25 mm 的侧面, 尺寸见图 3。

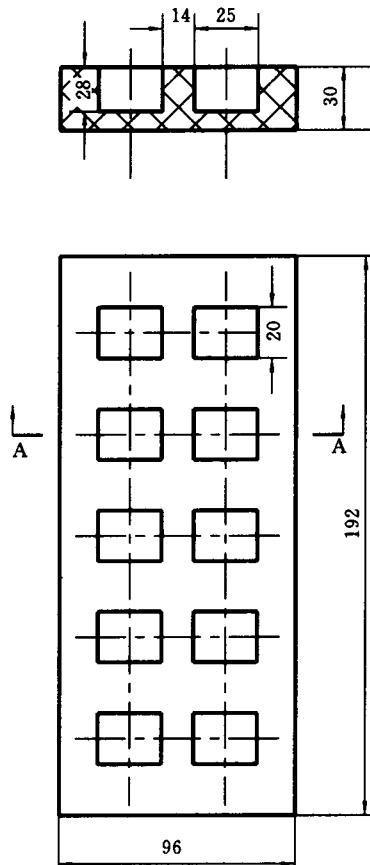


图 3 冷胶模具

(以体积 25 mm×20 mm×28 mm 煤砖为例)

注：热胶模具和冷胶模具制做的煤砖鉴定面积不小于 600 mm²。

4.8 切片机

附有直径 300 mm 的金刚石刀片。

4.9 磨片机

磨盘直径 250 mm 或 300 mm。

4.10 抛光机

4.11 光薄片夹具

尺寸见图 4。

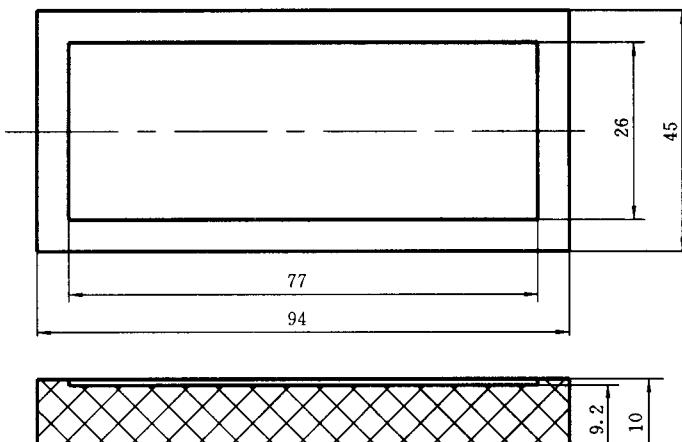


图 4 光薄片夹具

4.12 超声波清洗器

4.13 透光、反光两用显微镜

可放大 $\times 400$ 。

4.14 封闭式可调万能电炉

功率 1 kW。

4.15 恒温箱

尺寸为 300 mm \times 300 mm \times 300 mm。

4.16 调压器

2 kW。

4.17 修饰台

4.18 温度计

(0~150℃)。

第一篇 煤砖光片的制备方法

5 方法提要

把破碎到规定粒度、有代表性的煤样，按一定配比与粘结剂混合，冷凝或加温压制而成煤砖。然后将一个端面研磨、抛光成合格的光面。

6 粉煤样的制取

6.1 破碎样

通过反复过筛和反复破碎筛上煤样，直至完全通过试验筛，使小于 0.1 mm 的煤样重量不超过 10%。

6.2 缩制方法

称取粒度小于 1 mm 的空气干燥煤样 100 g~200 g，用堆掺四分法将其缩分至 10 g~20 g 备用。

7 煤砖制备

7.1 热胶法

7.1.1 按煤样与粘结剂体积比 2:1 取料，掺合均匀后拨入底部粘有纸的环形金属模具内。

7.1.2 将装有煤和粘结剂混合物的模具放入环状电加热器内加热，模具内温度不应超过 100℃，不断搅拌直至粘结剂完全熔融。

7.1.3 迅速将装有混合物的模具放入镶嵌机内加压 3.5 MPa, 停留约 30 s, 取出煤砖, 编号。

7.1.4 及时清理模具和工具

7.2 冷胶法

不饱和聚酯树脂冷胶的配制: 不饱和聚酯树脂与固化剂[过氧化环己酮和二丁酯溶液(1+1)]和促进剂(钴皂液在苯乙烯中 6% 溶液)按重量配比, 其重量比为 100 : 4 : 4。

称取煤样 10 g 倒入冷胶模具槽内, 将配好的不饱和聚酯树脂给每个煤样中倒入 7 g, 边倒边搅拌, 使煤胶均匀混合, 搅拌至胶变稠到可以阻止煤粒下沉时, 停止搅拌, 放置约 2 h, 待气泡排出后放入不高于 60℃ 的恒温箱内固结成煤砖, 取出, 编号。

配胶及胶结过程应在通风橱内完成。煤与胶的混合物必须充满模槽, 以确保凝固、研磨和抛光之后煤砖光片的表面尺寸为 25 mm×25 mm。

8 研磨

8.1 细磨

顺次用 320 号金刚砂和 W20 白刚玉粉在研磨机上掺水研磨。研磨时, 手执煤砖作与转盘旋转反向运作并稍加压力, 冷成型煤砖的磨制面应为煤砖中的最大一个侧面。研磨至煤砖表面平整, 煤颗粒显露时, 停止研磨。将煤砖端面倒边(小于 1 mm)。用强喷水嘴冲洗煤砖上的残砂, 然后用超声波清洗器把煤砖清洗到无磨料、无污物为止。

8.2 精磨

顺次用 W10、W5、W3.5 或 W1 白刚玉粉与少许水的混合浆在毛玻璃板上逐级研磨, 每级研磨后的煤砖均需要冲洗干净, 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, 煤颗粒界线清楚。

9 抛光

9.1 细抛光

9.1.1 加抛光料

为使抛光料均匀地分布在抛光布上, 从抛光盘中心开始将浸满抛光液的毛笔尖接触抛光布, 慢速均匀地沿一个方向向边缘挪动, 抛光一个煤砖时, 加抛光料的次数取决于煤的硬度(一般 2~4 次)。

9.1.2 抛光 用手执煤砖光片, 使其表面平行接触旋转的抛光盘。下片位置在距抛光盘中心较近的 90°~140° 方位。抛光盘理想转速为 1 300 r/min。

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 20~30 r/min); 另一种是煤砖在抛光盘的 90° 位线附近做左右摆动, 同时不断地旋转光片, 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。

9.2 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 9.1.1 条和 9.1.2 条同。

细抛光和精抛光的每个工序完成后, 均要用高压喷水嘴和超声波清洗器将煤砖上的残渣和污物洗干净。

注: 抛光全过程必须在防尘环境中进行。

9.3 抛光面检查

用 $\times 20 \sim \times 50$ 的干物镜检查煤砖抛光面, 抛光面需满足 ISO 7404/2(1985-04-15)2.7 条中的要求。

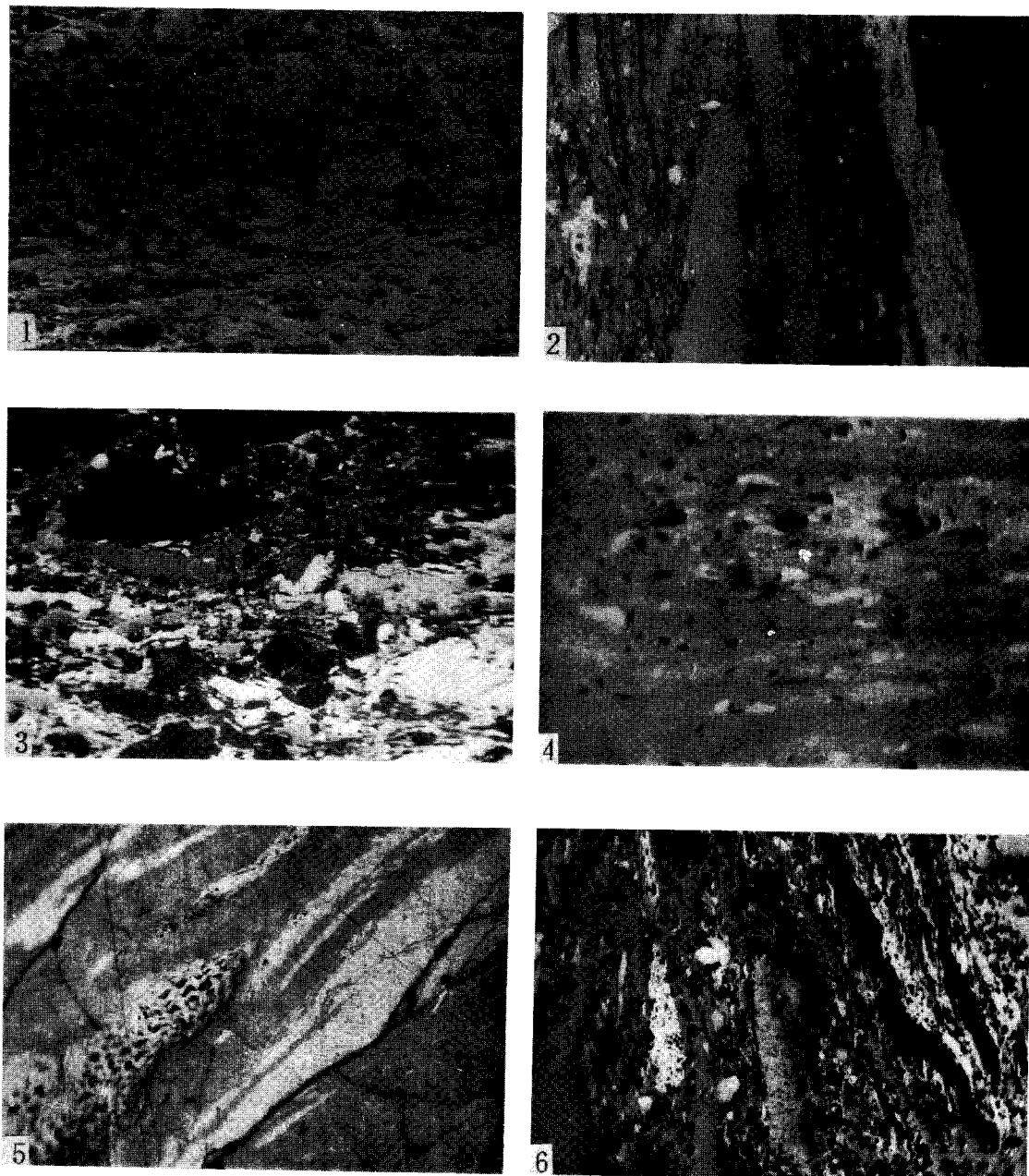
- a) 表面平整, 无明显突起。
- b) 煤颗粒表面无明显凹痕。
- c) 表面无明显划道。

d) 表面清洁,无污点和磨料。

经检验合格的光片放置干燥器内。

如果抛光面没达到1)到3)的要求,从8.2条开始,重复工序一次。

如果抛光面达不到4)的要求,则重新清洗一次。图5所示,为合格的和有各种缺陷的煤砖抛光面。



- 1—干物镜下符合要求的抛光面;
- 2—油浸物镜下符合要求的光片;
- 3—油浸物镜下符合要求的煤专光片;
- 4—油浸物镜下具有小空洞、麻点不符合要求的光片;
- 5—油浸物镜下显见擦痕的不符合要求的光片;
- 6—油浸物镜下显示突起、麻点的不合格光片

图 5

第二篇 块煤光片的制备方法

10 方法提要

将块煤煮胶、按要求的方向切片、研磨、抛光成合格的光片。

11 块煤加固

11.1 冷胶灌注法

11.1.1 将煤块放在模具内。将配制好的粘结剂(见 7.2 条)倒在模具内或煤块研磨面上,使其渗入裂缝直至粘结剂凝固。

11.1.2 如果煤样水分过大,灌注前先置入不高于 60℃ 恒温箱内干燥。

11.2 煮胶法

11.2.1 选取块煤样的目标部位,标明方向并编号,煤块过大或不规则,应适当切下多余的或不规则的部分。如煤样易碎,应用纱布捆扎加固。

11.2.2 松香与石蜡配比一般为 10 : 1 到 10 : 2,以煤样的裂缝能充分渗入胶为准。如果配的胶还达不到要求,可加入少量松节油,用量为松香的 1/10 或 2/10。

11.2.3 用线绳或金属线的一端沿垂直层理的方向捆牢煤样。浸没在胶锅中,另一端系上标签留在容器外边。

11.2.4 胶的温度不超过 130℃,煮胶时间长短以煤样不再冒出气泡为准,停止加温 10 min 后取出煤样。煮胶应在带有封闭式可调变压器的电炉上进行,在有防火设备的通风柜中进行。

一次配胶可以多次使用。当胶的脆度增大不再适用时,可加入适量石蜡或另配新胶。

12 切片

沿垂直层面的方向,在切片机上将煤样切成长 40 mm;宽 35 mm,厚 15 mm 的长方体煤块。如有特殊需要,按所要求的规格切片。

13 研磨

13.1 粗磨

用 180 号或 200 号金刚砂研磨煤砖面,使其成为平整的粗糙平面。

13.2 细磨、精磨

分别见 8.1 条和 8.2 条。

14 抛光

14.1 细抛光、精抛光

分别见 9.1 条和 9.2 条。

14.2 抛光面检查

见 9.3 条。

第三篇 煤岩薄片、光薄片的制备方法

15 方法提要

块煤通过加固、切片、研磨、粘片、再研磨、修饰、盖片等工序制成合格的薄片。

块煤通过加固、切片、研磨、抛光、粘片、第二个面的研磨和抛光等工序制成合格的光薄片。

16 块煤加固

16.1 冷胶灌注法

见 11.1 条。

16.2 煮胶法

见 11.2 条。

17 切片

沿垂直层面的方向,在切片机上将块煤切割成长 45 mm,宽 25 mm,厚 15 mm 的煤块。如有特殊需要按所要求的规格切片。

18 第二个面的研磨

18.1 粗磨、细磨、精磨

分别见 13.1 条、8.1 条和 8.2 条。

19 粘片

19.1 冷粘

将粘结剂均匀地滴在精磨或抛光好的、放置在工作台上的煤块粘合面上,使之与载玻璃的毛面粘合,来回轻微推动块煤以驱走气泡并使胶均匀分布。

19.2 热粘

加热载玻璃上的粘结剂,待其充分熔化并均匀分布后,将煤块的精磨面或抛光面与载玻璃粘合。轻微来回推动煤块使粘结剂均匀分布并驱走气泡。在常温下冷却凝固。

20 第二个面的研磨

20.1 粗磨

见 13.1 条。磨至约 0.5 mm 厚。

20.2 细磨

见 8.1 条。磨至约 0.15 mm~0.2 mm 厚时,煤片开始出现透明。

20.3 精磨

见 8.2 条。磨至煤片基本全部透明,大致均匀,无划道,组分界线清晰,四角平整。

注:

1 以上研磨的每个工序之前,用喷水和超声波清洗器彻底清洗煤片。

2 研磨时,不能将煤片周围的胶磨掉,因为胶对煤片起保护作用。

3 研磨时,压力应加在煤片的中部。

21 修饰

在修饰台上用软木条或玻璃棒沾上 W5、W3.5 或 W1 白刚玉粉浆修饰薄片上较厚的不均匀的部位。

薄片检查:在 $\times 10 \sim \times 20$ 透光显微镜下检查,合格的薄片应达到——四角平整,厚度均匀,透明良好,无划道,组分界线清晰。

22 剔胶与整形

- 22.1 用锋利小刀将玻璃载片上的余胶剔除干净。
- 22.2 将薄片或光薄片整形或尺寸不小于 32 mm×24 mm。

23 盖片

- 23.1 煮胶将适量的光学树脂放在坩锅内煮至不粘手可拉成线时胶已煮好。
- 23.2 取适量胶放在薄片上, 放上盖片加热并推移盖片, 以排除余胶和气泡并使煤薄片与盖片之间的胶均匀分布。置常温冷凝。

24 光薄片的制备

光薄片的块煤加固、切片、研磨、粘片、第二个面的研磨、修饰、剔胶、整形与薄片的制备方法相同, 其不同点是精磨后的光薄片的两个面需要抛光。

- 24.1 将光薄片装在光薄片夹具中操作。
 - 24.2 细抛、精抛
见 9.1 条、9.2 条。抛光时间比煤砖光片稍短, 所加压力也较小, 以避免光面产生凸起。第二个面的抛光过程中改变光薄片的方位时, 应提起光薄片后再改变方位。
抛光盘直径要求不小于 300 mm, 抛光盘转速 200~500 r/min。
 - 24.3 光薄片、薄片检查, 按照 9.3 条和 22.2 条规定检查。
-

中华人民共和国
国家标准
煤岩分析样品制备方法

GB/T 16773—1997

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街 16 号

邮政编码：100045

电 话：68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 22 千字
1997 年 10 月第一版 1998 年 4 月第二次印刷
印数 801—2 800

*

书号：155066·1-14089 定价 12.00 元

*

标目 318—053



GB/T 16773-1997