



中华人民共和国国家标准

GB/T 40485—2021

煤的镜质体随机反射率自动测定 图像分析法

Method of determining automatically the random reflectance of
vitrinite in coal—Image analysis method

2021-08-20 发布

2022-03-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言 III

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 原理 2

5 仪器设备与测试系统 2

6 材料 3

7 样品制备 4

8 测定步骤 4

9 结果表述 6

10 精密度..... 7

11 检测报告..... 7

附录 A（资料性） 煤的镜质体随机反射率自动测试报告 9

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国煤炭工业协会提出。

本文件由全国煤炭标准化技术委员会(SAC/TC 42)归口。

本文件起草单位：煤炭科学技术研究院有限公司、中煤科工集团西安研究院有限公司、宝山钢铁股份有限公司、中国矿业大学(北京)、太原理工大学、黑龙江科技大学。

本文件主要起草人：白向飞、张宇宏、王越、武琳琳、丁华、肖文钊、胡德生、王绍清、王永刚、刘东娜、白云起。

煤的镜质体随机反射率自动测定 图像分析法

1 范围

本文件规定了利用图像分析法自动测定煤的镜质体随机反射率的原理、仪器设备与测试系统、材料、样品制备、测定步骤、结果表述、精密度、检测报告等。

本文件适用于烟煤和无烟煤之单层煤或混配煤的镜质体随机反射率自动测定。褐煤的腐植体随机反射率测定可参照使用。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 12937 煤岩术语
- GB/T 16773—2008 煤岩分析样品制备方法
- GB/T 20733 数码照相机 术语
- GB/T 22063—2018 显微镜 C 型接口
- GB/T 29298—2012 数字(码)照相机通用规范
- 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 和 GB/T 20733 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

显微镜相机 microscope camera

通过专用接口和显微镜连接，具有能输出显微镜成像数字信号的图像传感器，并通过数据接口与计算机相连，将此信号记录在存储媒体上的照相机。

注：存储媒体指存储卡或磁盘等。

3.2

自动载物台 motorized stage

通过计算机程序控制沿 X、Y、Z 三轴方向自动移动的显微镜载物台。

3.3

图像采集系统 image acquisition system

自动载物台、图像采集装置及其驱动软件。

3.4

显微图像 microscopic image

利用显微镜相机对显微镜下样品成像所拍摄的数字图像。

3.5

准焦图像 focusing image

煤岩样品在显微镜准焦条件下拍摄的显微图像,可清晰地分辨出显微组分、矿物质、胶结物及各种组分边界。

3.6

离焦图像 defocusing image

煤岩样品在显微镜非准焦条件下拍摄的显微图像,无法清晰地分辨出显微组分、矿物质、胶结物及各种组分边界。

3.7

测点 determination point

显微图像上,规定大小和形状范围内的图像部分。

注:测点可以规定为圆形或方形。

3.8

有效测点 effective determination point

显微图像上,被系统自动识别为可以测试镜质体反射率并经审核确认的测点。

4 原理

在显微镜油浸物镜、垂直入射光的反射光($\lambda=546\text{ nm}$)条件下,利用显微镜相机和自动载物台依次采集标准物质和试样的显微图像。对标准物质和试样显微图像的全部测点进行灰阶测定,利用标准物质建立灰阶-随机反射率关系模型,根据该模型求取试样图像中全部测点的随机反射率值。通过镜质体识别模型自动识别其中镜质体有效测点,对各镜质体有效测点的随机反射率值进行统计,得到样品的镜质体随机反射率平均值和标准差。

5 仪器设备与测试系统

5.1 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。

5.2 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。

5.3 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 μm ;
 - 3) X、Y 重复定位精度:小于 10 μm ;
 - 4) Z 轴最小步进精度不大于 0.1 μm 。

5.4 图像采集系统

5.4.1 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。

5.4.2 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。

5.4.3 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：1 024×768 及以上，或 80 万像素以上；
- c) 图像灰阶化：应能够满足读取 4 096 及以上灰阶的需要。

5.5 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。

6 材料

6.1 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 $N_e(\lambda=546 \text{ nm 的光中})$ 为 $1.518 0 \pm 0.000 4$ ，温度系数小于 $0.000 5 \text{ K}^{-1}$ 。

宜定期检查油浸液的折射指数。

6.2 标准物质

6.2.1 反射率标准物质

应选用与煤的镜质体反射率相近的一系列反射率标准物质作为本方法的标准物质，见表 1。也可

选用与煤的镜质体反射率相近的其他有证标准物质。

表 1 煤的镜质体随机反射率自动测定-图像分析法用反射率标准物质

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	GBW 13401	钇镨石榴石	1.976 4	1.72
	GBW 13402	钇铝石榴石	1.837 1	0.90
	GBW 13403	蓝宝石	1.770 8	0.59
	GBW 13404	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

使用时应保持反射率标准物质的表面光洁,并使其抛光面与显微镜光轴垂直。

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。

6.2.2 零标准物质

宜选用表 1 中 GBW 13404,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(6.1),作为零标准物质。

7 样品制备

7.1 按 GB/T 16773—2008 中所述方法制备粉煤光片或块煤光片。

7.2 制备好的样品应在干燥器中干燥 10 h 后,或在 30℃~40℃的烘箱中干燥 4 h 后方可进行镜质体随机反射率自动测定。试样应存放于干燥器中。

7.3 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 仪器调节和系统准备

8.1.1 仪器启动

应维持室温在 $(23\pm3)^\circ\text{C}$ 。依次打开电源、灯和仪器的其他电器部件开关。

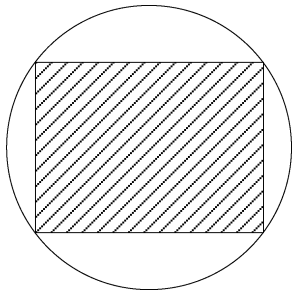
8.1.2 显微镜调节

从光路中移去起偏器和检偏器,加入透射峰波长范围为 $(546\pm5)\text{nm}$ 的滤光片。

8.1.3 照明

将油浸液(6.1)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(Köhler)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,如图 1 所示。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。



注：矩形阴影部分为采图大小区域，圆形为显微镜视域大小。

图 1 显微镜视域调节示意图

8.1.4 对中

应保证物镜中心与显微镜光轴重合；使视域光圈的像准焦并对中；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。

8.1.5 图像采集参数设置

8.1.5.1 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。

8.1.5.2 样品移动

根据需要采集的图像数量，设定样品移动的点距、行距及路线，确保所采集的区域均匀布满整个光片。点距、行距应在 0.3 mm～0.6 mm 之间取一定值。

8.1.5.3 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。

8.1.5.4 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)。

8.1.6 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 μm～10 μm 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。

8.2 仪器的可靠性和工作线的建立

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，并保证图像采集过程中电源电流和

电压的稳定。

8.2.2 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。

8.3 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%。

8.4 镜质体随机反射率测定

8.4.1 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。

8.4.2 随机反射率自动测定

8.4.2.1 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 μm以内无黄铁矿)。

8.4.2.2 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。

9 结果表述

9.1 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。

9.2 镜质体随机反射率测试结果主要包括:平均值、标准差、变异系数,其计算公式见公式(1)~公式(3)。

$$\overline{R}_{\text{ran}} = \frac{\sum_{i=1}^n R_{\text{ran},i}}{n}$$

.....(1)

$$S = \sqrt{\frac{n \sum_{i=1}^n R_{\text{ran},i}^2 - \left(\sum_{i=1}^n R_{\text{ran},i}\right)^2}{n(n-1)}}$$

.....(2)

$$C.V = \frac{S}{\overline{R}_{\text{ran}}} \times 100\%$$

.....(3)

式中：

$\overline{R}_{\text{ran}}$ ——平均随机反射率，%；

$R_{\text{ran},i}$ ——第 i 个有效测点的随机反射率测值；

n ——有效测点数；

S ——标准差；

$C.V$ ——变异系数，%。

9.3 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： $[0.50,0.60)$ 、 $[0.60,0.70)$ 、 $[0.70,0.80)$ 、 $[0.80,0.90)$ 、 $\cdots$ 。

——半阶的表示法示例： $[0.50,0.55)$ 、 $[0.55,0.60)$ 、 $[0.60,0.65)$ 、 $[0.65,0.70)$ 、 $\cdots$ 。

10 精密度

重复性限和再现性限应按表 2 的规定执行。

表 2 测定结果的重复性限和再现性限

随机反射率 R_{ran} %	重复性限 %	再现性限 %
≤ 1.00	0.03	0.08
$1.00 < R_{\text{ran}} \leq 1.90$	0.04	0.10
$1.90 < R_{\text{ran}} \leq 2.40$	0.06	0.15
$2.40 < R_{\text{ran}} \leq 3.50$	0.08	0.20
> 3.50	0.14	0.35

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：

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。

煤的镜质体随机反射率自动测定报告(示例)见附录 A。

附 录 A
(资料性)

煤的镜质体随机反射率自动测试报告

表 A.1 及图 A.1 给出了煤的镜质体随机反射率自动测试报告(示例)。

表 A.1 煤的镜质体随机反射率自动测试报告

样品号	2019-0236	测试依据	GB/T ×××××		
显微镜型号	××	显微镜相机型号	××	滤光片波长/nm	546
物镜	50×,Oil	图像分辨率	1 600×1 200	图像尺寸	160 μm×120 μm
测点直径/μm	10	点距/mm	0.4	行距/mm	0.4
反射率类型	R_{ran}	实验室温度	23 ℃	图像数量/幅	900
平均值/%	标准差/%	测值范围/%	极差/%	变异系数/%	有效测点数
0.92	0.099	0.655~1.146	0.491	10.76	30 515
标准物质	蓝宝石	钇铝石榴石	钆镨石榴石	—	—

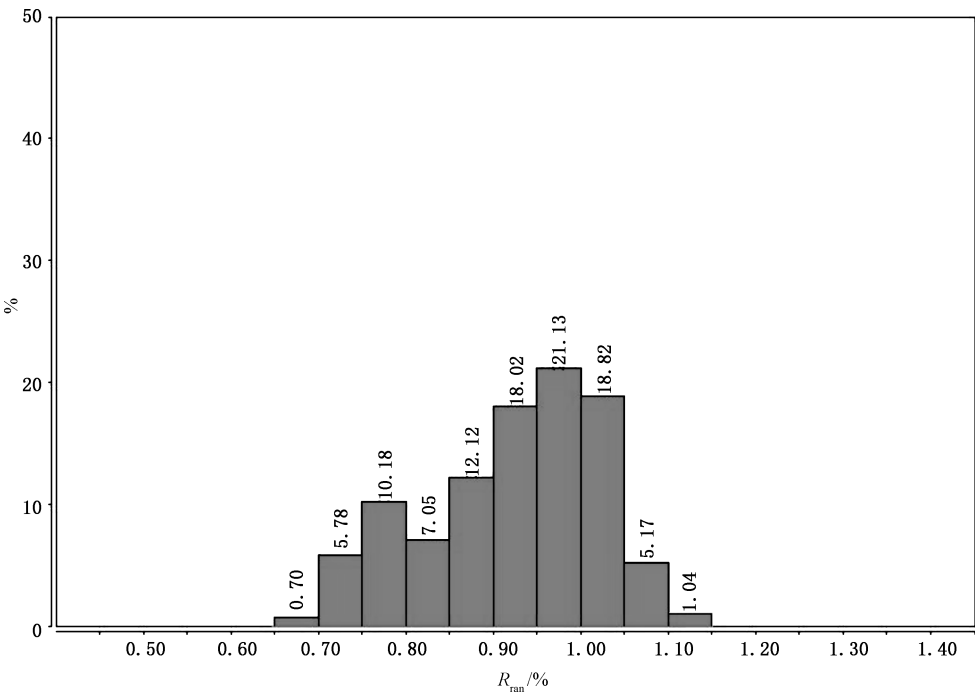


图 A.1 煤的镜质体随机反射率分布直方图

主验：_____ 审核：_____ 批准：_____

实验室名称：_____

报告日期：____年____月____日
