

MT

中华人民共和国煤炭行业标准

MT/T ×××—200×

测定镜质体反射率的 显微镜光度计技术条件

**Technical conditions of microscope photometer
for vitrinite reflectance determination**

(送审稿)

200×-××-××发布

200×-××-××实施

国家安全生产监督管理总局发布

前言

本标准主要是根据测定镜质体反射率时对显微镜光度计准确性、稳定性和光电转换线性的要求，并结合各类型显微镜光度计的特点制定的，可作为新仪器验收、仪器维修后以及使用过程中的检定依据。

本标准的附录 A 为标准的附录。

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。

本标准为首次制定。

测定镜质体反射率的显微镜光度计技术条件

1 范围

本标准规定了用于测定镜质体反射率的显微镜光度计应达到的技术参数及其检定方法。

本标准适用于使用前、使用中和维修后的以钨卤灯为光源的显微镜光度计的检定、验收。

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 6948 煤的镜质体反射率显微镜测定方法。

3 技术要求

3.1 偏反光显微镜

显微镜光度计系统中应包含符合本节要求的偏反光显微镜。显微镜光度计的结构及光路示意图见图 1。

3.1.1 光源

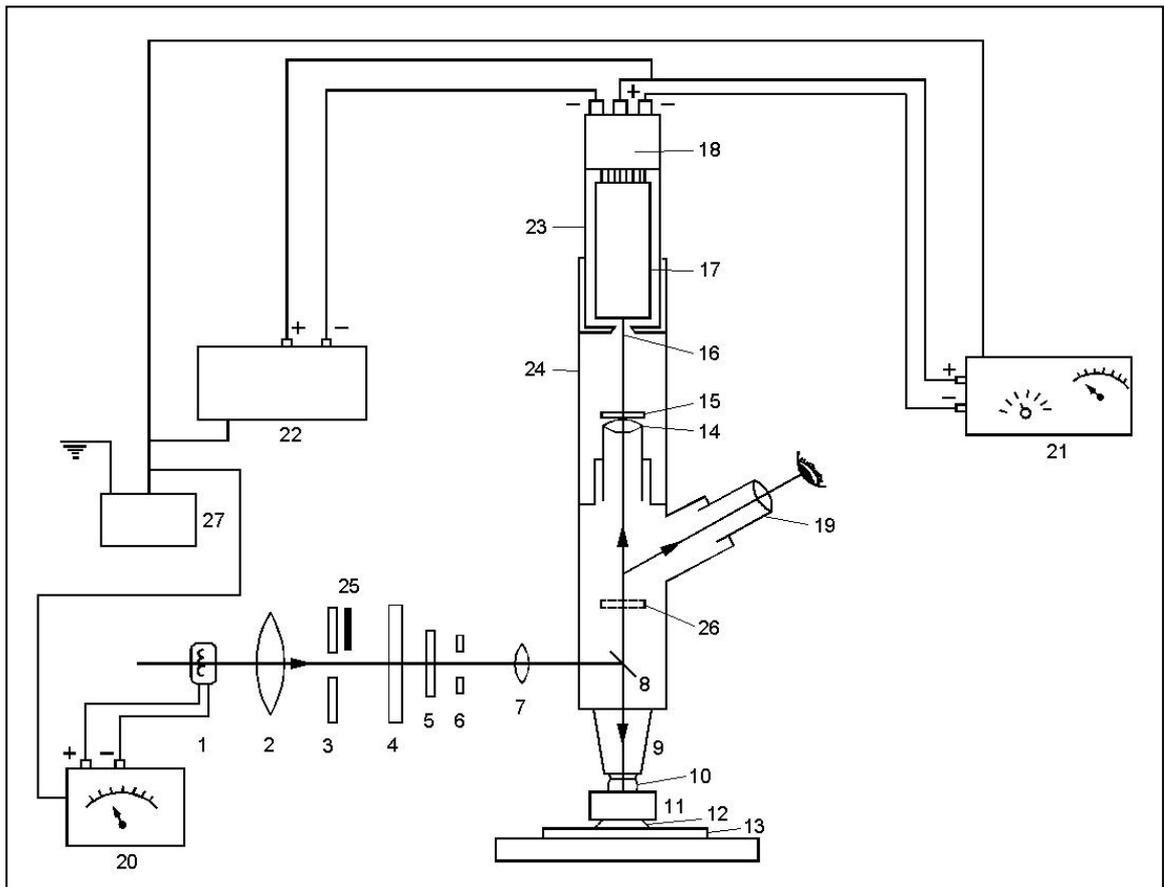
应采用有足够亮度、且输出稳定的光源。宜采用功率为 50W 或 100W 的卤素石英灯。

3.1.2 偏光器（起偏器和检偏器）

可选用片状或棱镜偏光器，应能装卸和旋转。

3.1.3 控光孔径

由两个可变光圈组成，其一是孔径光圈，可被聚焦在物镜后焦面上；另一个是视域光圈，可聚焦在被测样品表面上。二者均能对中到显微镜光轴上。



1—光源；2—聚光透镜；3—孔径光圈；4—滤热片；5—起偏器；6—视域光圈；7—视域光圈聚焦透镜；8—反射器；9—物镜；10—浸油；11—被测样品；12—胶泥；13—载片；14—测试目镜；15—干涉滤光片；16—测量光圈；17—光电转换器；18—管座及分压器；19—观察目镜；20—光源的直流稳压电源；21—光电转换器的直流稳压电源；22—显示器；23—光电转换室（或光电倍增室）；24—光度计接筒；25—半挡板；26—检偏器；27—稳定自耦变压器。

图1 显微镜光度计的结构及光路示意图

3.1.4 垂直照明器

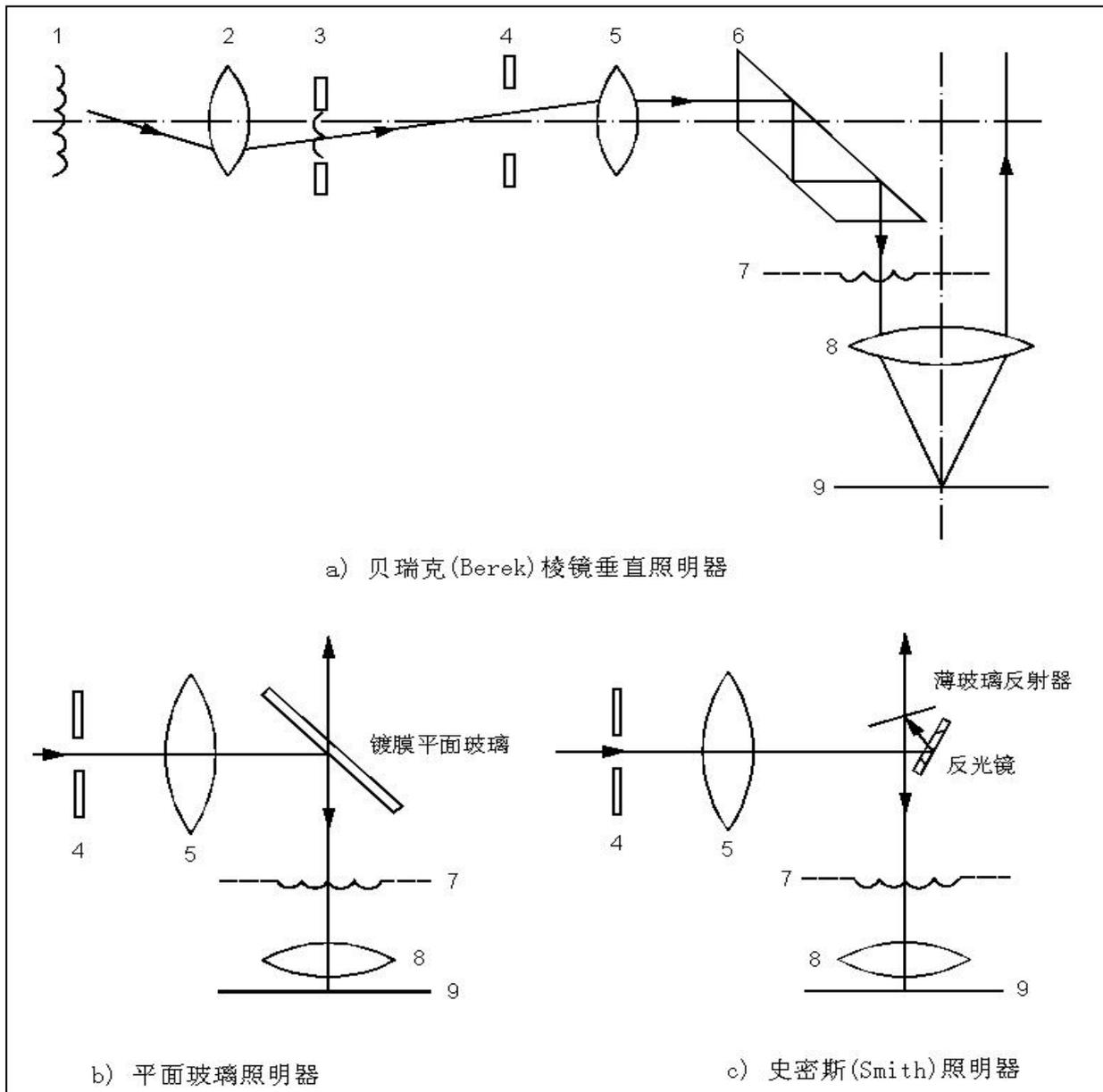
可选用贝瑞克（Berek）棱镜、镀膜平面玻璃或史密斯（Smith）照明器（反光镜和平面玻璃的组合）之一。其光路示意图见图2。

3.1.5 物镜

适用于偏光和折射指数为 1.518 的油浸液的无应变物镜，其漫反射值低，放大倍数在 $\times 20$ 至 $\times 60$ 之间。

3.1.6 目镜

两个观察目镜，其中之一应装有十字丝。观察目镜与测试目镜的放大倍数应一致。目镜、物镜和接筒的总放大倍数在 $\times 250$ 至 $\times 750$ 之间为宜。



1—灯丝；2—聚光透镜；3—孔径光圈（灯丝成像位置）；4—视域光圈；5—视域光圈聚焦透镜；6—贝瑞克棱镜反射器；7—物镜后焦面（孔径光圈及灯丝成像位置）；8—物镜；9—样品表面（视域光圈成像位置）。

图2 垂直照明器类型图

3.1.7 显微镜光度计接筒

- a) 测量光圈：使到达光电转换器的光线限制在小于 $80 \mu\text{m}^2$ 的被测样品面积（圆形时，相当于直径小于 $10 \mu\text{m}$ ）所反射的范围内，并且能对准观察目镜的十字丝中心；
- b) 观察目镜应备有遮光装置，否则将仪器放在暗室中以防外部光线干扰；
- c) 显微镜接筒涂黑到足以吸收杂散光。

3.1.8 光电转换器

装在光度计连接筒内，可让光线通过测量光圈和滤光装置射到光电转换器的窗口上。

3.1.9 显微镜载物台

应装有能使被测样品沿 X 、 Y 轴方向移动的机械推动尺。

3.1.10 样品安装器具

应配备载片、胶泥和整平器。

3.2 分辨率

仪器显示器读数应能分辨 0.01% 的反射率。

3.3 滤光装置的单色性

滤光装置的透射峰波长范围应为 (546 ± 5) nm，半峰宽小于 30nm。

3.4 杂散反射光和暗电流

零标准物质 (GBW 13404, K_9 玻璃) 在显微镜光度计下的反射率测值即为杂散反射光和暗电流的总和。该测值应不大于 0.04。

3.5 仪器稳定性

在检测过程中，30min 内任一标准物质测值的变化极差应不大于该标准物质标准值的 2%。

3.6 光电转换器线性

反射率在 0.59%~7.45% 之间时应具有线性。测定一系列反射率标准物质 (至少 3 种) 的反射率，任一标准物质的实测值与标准值的差应不超过 $\pm 0.02\%$ 。

3.7 光学竖轴与载物台相互垂直性

置严格整平后的反射率标准物质于载物台上，准焦。转动载物台 360° ，标准物质图像持续清晰；同时反射率测值的极值之差应不大于该标准物质标准值的 2%。

4 检定条件

4.1 油浸液

应采用不易干、无腐蚀性油浸液，在 23°C 时折射指数 $n_D(\lambda = 546\text{nm})$ 的光中) 为 1.5180 ± 0.0004 ，温度系数小于 0.0005K^{-1} 。油中不应含有毒物质。

4.2 反射率标准物质

应选用与煤的反射率相近的系列反射率标准物质。宜使用国家质量监督检验检疫总局

批准的“显微镜光度计用反射率标准物质”，见表 1。宜选用表中 GBW13404（K₉玻璃）作为零标准物质。

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_0 ($\lambda = 546\text{nm}$)	反射率 (标准值) /% ($N_0 = 1.518\ 0$)
一级	GBW 13403	蓝宝石	1.770 8	0.59
	GBW 13402	钇铝石榴石	1.837 1	0.90
	GBW 13401	钇镓石榴石	1.976 4	1.72
	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	2.6	7.45

注 1 应保持反射率标准物质的表面光洁。

5 检定项目和检定步骤

检定工作按下列项目进行，并应做好检定记录。可按附录 A 的格式记录。

5.1 偏反光显微镜检查

偏反光显微镜应达到本标准 3.1 条的要求。

5.2 分辨率检查

仪器分辨率应达到本标准 3.2 条的要求。

5.3 物镜和目镜检查

宜用 50 倍或 32 倍油浸物镜。应校正物镜中心，使其与显微镜竖轴一致。

宜用 10 倍目镜，目镜中应装有十字丝。

5.4 滤光装置检查

确认已安装符合本标准 3.3 条要求的滤光装置。

5.5 杂散反射光和暗电流检查

零标准物质在显微镜光度计下的反射率测值应符合本标准 3.4 条的规定。

5.6 仪器的稳定性检查

在显微镜光度计启动并达到稳定状态后，将标准物质置于载物台上准焦，调节控制台

上电压以及测量灯电流，直至显示器的读数和该标准物质的标准值一致。仪器稳定性应达到本标准 3.5 条的要求。

5.7 光电转换器的线性检查

仪器的线性应达到本标准 3.6 条的要求。

5.8 光学竖轴与载物台相互垂直性检查

置确保整平的反射率标准物质于载物台上，准焦。转动载物台 360° ，应达到本标准 3.7 条的要求。

6 检定报告

6.1 检定对象

包括新购置的、维修后的以及使用过程中用于测定镜质体反射率的显微镜光度计。

6.2 检定记录

本标准第 5 章中各项检定均应有详细的记录。记录格式见附录 A。

6.3 对检定结果的评述

检定过程中，检定人员认为除 6.2 条之外的比较重要内容可在此进行适当的表述。

6.4 检定结果判定

合格仪器：按第 5 章的步骤检查仪器，各项均达到第 3 章所述要求时，该仪器为合格仪器。

不合格仪器：经按第 5 章的步骤检查仪器，任一项达不到第 3 章的要求时，则该仪器为不合格仪器。

附录 A: 显微镜光度计检查报告

仪器编号: _____ 仪器型号: _____ 仪器生产单位: _____

出厂日期: _____ 室内温度 / °C: _____ 检定日期: _____

检查项目	检查记录				检查结论
偏反光显微镜					合格 不合格 ⁽¹⁾
电源电压	稳压前 /V		稳压后 /V		合格 不合格
光电转换器高压 /V					
测量灯电流 /A					
物 镜					
目 镜		十字丝			
仪器分辨率					
滤光装置	波 长		单 色 性		合格 不合格
油浸液折射率 N_e					合格 不合格
杂散光及暗电流					合格 不合格
仪器稳定性	标准物质: 钆镓石榴石		起始反射率	1.72	合格 不合格
	间隔 2min		间隔 5min		
	间隔 8min		间隔 10min		
	间隔 15min		间隔 20min		
	间隔 25min		间隔 30min		
光电转换器线性 (各反射率标准物质的反射率检测值)	碳化硅		金 刚 石		合格 不合格
	钆镓石榴石		钇铝石榴石		
	蓝 宝 石				
光学竖轴与载物台相互垂直性	标准物质				合格 不合格
	最大值 /%		最小值 /%		
备 注					
对显微镜光度计的总体检定结论					

注: (1) 在合格或不合格之间画“√”选择。

校 核: _____ (签 名)

检 定: _____ (签 名)

检定单位: _____