

HD 型全自动显微镜光度计开发技术

The Technique Adopted in the HD Type Full- automatic Microscope Photometer

姚伯元/YAO Bo- yuan, 吴亚东/Wu Ya- dong¹, 魏 林/Wei Lin²

1. 海南大学理工学院、海南省精细化工重点实验室, 海口 570228
2. 安徽工业大学化学化工系, 安徽马鞍山 243002

1. Provincial Key Laboratory of Fine Chemical Industry, Technology Institute of Hainan University, Haikou 570228, China
2. School of Chemistry and Chemical Engineering, Anhui University of Technology, Maanshan 243002, Anhui Province, China

[摘要] 介绍了 HD 型全自动显微镜光度计中主要的硬件技术与实施效果: 采用 16 位 A/D 转换高速数据采集, 强化抗干扰措施, 应用新型光电转换器等技术提高了煤岩反射率测定精度。引入电子目镜与视频窗口, 替代了观察显微镜操作。通过自动调焦解决了自动测定过程中显微镜焦距变化影响测值准确问题。通过重新定义新型多键鼠标功能, 实现了用鼠标按键完成全部测定过程操作。通过温度自动校正, 使不同温度下的测定结果全部校正到标准状态。对 HD 型全自动显微镜光度计有针对性地设计与实施了严格考核。

[关键词] 显微镜光度计; 煤岩反射率测定; 光电转换; 数据采集; 显微镜自动调焦

[中图分类号] TQ52

[文献标识码] A

[文章编号] 1000- 7857(2006)08- 0058- 05

Abstract: The main hardware technique adopted in HD type full- automatic microscope photometer and its effects are introduced. The accuracy for coal reflectance is improved by adopting 16 bits A/D conversion data capture with high speed, enhancing anti- disturbing technique and applying new type photoelectric transducer. The electron eyepiece and video window are introduced, which can substitute observation microscope operation. The problem affecting accuracy due to focus change during the automatic measurement is solved by focusing automatically. It is realized using mouse to complete all measurement operation by redefining the new multiply- key mouse function. Reflectance under different temperature is converted into standard state by automatic temperature calibration. The strict assessment method is designed and carried out.

Key Words: microscope photometer; coal reflectance measurement; photoelectric transition; data capture; microscope focusing automatically

CLC Number: TQ52

Document Code: A

Article ID: 1000- 7857(2006)08- 0058- 05

HY 系列全自动显微镜光度计是国内唯一在自动化程度、多功能性等方面明显优于昂贵的进口显微镜光度计, 具有世界先进水平的煤岩参数自动化测定仪器^[1]。在与进口仪器竞争中占有优

势, 推广至 50 余家大中型企业与有关高校, 占在用同类仪器的 90%以上, 取得了显著的经济效益与社会效益, 推动了行业进步。其自动测定技术大幅度提高了测定效率, 解决了人工测定煤岩参

收稿日期: 2006- 04- 10

作者简介: 姚伯元, 男, 海口市人民大道 58 号海南大学理工学院化工系, 教授, 主要从事煤岩自动化测定仪器研制与新型碳材料科研与教学工作; E- mail: yby@hainu.edu.cn

以某一中间版本为基础, 选择多种设计方案而形成的多个设计结果的情况, 2 个版本生成时间的先后并不决定它们的依赖关系; 或者, 需要表达由多个局部设计合成一个完整对象的情况。为此, 设计对象的版本历史运用“版本导出关系 (Version DerivedRel)”来记录, 即: VersionDerivedRel=<OriginalDesignObject, DerivedDesignObject>, 版本导出关系包含原始设计对象 (OriginalDesignObject) 和导出设计 (DerivedDesignObject) 对象 2 个属性。

4 结语

本文对高温气冷堆热工系统分析软件 THERMIX 在实际应用当中存在的问题进行了分析, 并且从系统总体设计、功能模块设计、数据库设计等方面, 对高温气冷堆热工水力计算数据管理系统进行了分析和设计, 对版本管理的关键技术进行了分析和研究。该计算数据管理系统向反应堆热工设计和安全分析人员提供友好的图形用户界面, 用以管理 THERMIX 程序计算所需的输入文件和输出文件。版本控制功能能够很好地支持反应堆热工设计和分析人员进行工程设计和分析。

参考文献 (References)

- [1] 张英杰, 樊秀娥, 王维真. 艾滋病中期考评数据管理系统的开发与应用 [J]. 中国艾滋病性病, 2005, 11(3): 208- 209.
- [2] 徐元辉, 王大中, 等. 10MW 高温气冷堆最终安全分析报告第 6 分册 [R]. 北京: 清华大学核能与新能源技术研究院, 2000.
- [3] 宛延阁. 工程数据库系统 [M]. 北京: 清华大学出版社, 1999.
- [4] 赵致格, 殷人昆. 实用工程数据库技术 [M]// CAD/CAM 工程师必读. 北京: 机械工业出版社, 1997.

(责任编辑 王 芷)

数费时费力、测点少误差大、测定结果因人而异等缺点,使煤岩学指标成为鉴别煤质、指导炼焦配煤的有利工具。

HY 系列全自动显微镜光度计开发时采用的计算机软硬件技术、光电转换技术、数据采集与控制技术等均已得到迅速发展,这为解决推广过程中遇到的新问题、增加新功能奠定了技术基础。HD 型全自动显微镜光度计就是在综合应用这些新技术成果基础上集成创新,进一步开发相关技术,研制出的功能更强大、测定精度更高、可测定项目更多(见图 1)、自动化程度更高的新型全自动显微镜光度计。本文仅介绍其中主要的硬件技术与实施效果、考核方法与考核结果。硬件系统框图见图 2。

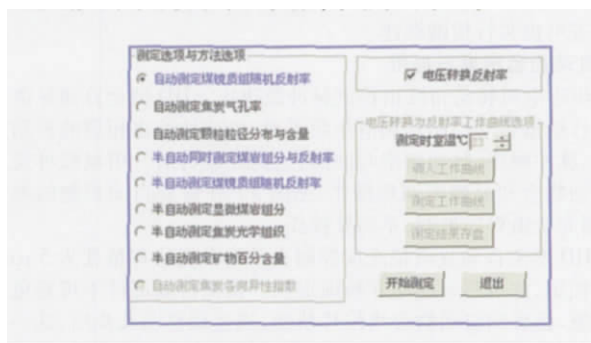


图1 HD型全自动显微镜光度计测定项目

Fig. 1 The measurement items of the HD type full- automatic microscope photometer

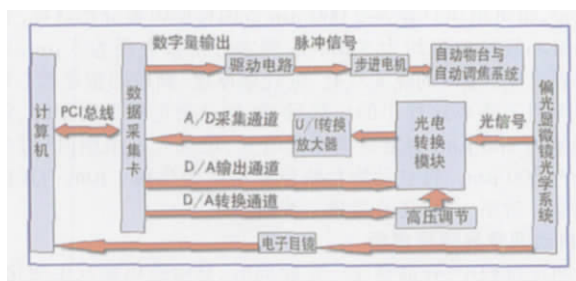


图2 HD型全自动显微镜光度计硬件系统原理框图

Fig. 2 The block diagram for the HD type full- automatic microscope photometer hardware system

1 HD 型显微镜光度计的数据采集系统

高精度数据采集系统是高精度测定系统的基础。HD 型全自动显微镜光度计中采用的数据采集卡基于 PCI 总线接口, A/D 转换为逐次逼近型, 单通道采集速度为 100 Ksps, 设置为单端输入方式, 量程为 0~10 V, 采集精度为 16 位, 数字码有 65 525 个。因此, 对电压信号分辨率为 1/65 526, 即表示可分辨 0.153 mV 的电压变化。在炼焦煤范围, 设置测定的反射率变化范围为 0~3 已足够, 因此对反射率的分辨率极限为 0.000 046。例如, 当反射率变化 0.01 时, 对应的电压信号变化 33 mV, 数字码为 217 个。显然, 该精度远高于国家标准规定的精度要求^[2]。

但仅依靠高精度数据采集卡实现高精度并不现实。信号电压中不可避免带有噪音。噪音主要来源有空间电磁感应,电源,信号传输、放大、转换过程等。消除噪音信号的措施有以下几项。

1) 采用独立与隔离电源。各部分电源均使用单独的稳压电路与 DC-DC 模块隔离, 避免相互干扰。用低通滤波器滤除电源中的工频干扰。

2) 功能分区。在印制电路板上, 模拟电路、数字电路、功率驱动相对分区, 分别接地。电源线与信号线尽量粗, 信号线两侧布置平行地线, 电路板空白处均接地, 模拟芯片接 $0.01 \mu\text{F}$ 去耦电容。

3) 屏蔽。信号线全部采用接地屏蔽线传输,接插件中信号线周围的结头全部接地。

4) 电容滤波。在不影响采集速度的前提下,采用尽可能大的电容旁路滤。

5) 元件老化与筛选。选用高质量元器件,使用前进行老化处理,并经测试板筛选与检测后使用。

这些硬件技术对抑制上述噪音信号有效,但无法消除信号源的噪音信号。特别是光电转换器带有的低频无规律噪音信号,若予以消除,则影响数据采集速度,若不予消除,则随信号电压放大,降低数据采集精度。因此,提供信号电压源的光电转换器是决定精度的关键。

2 HP 型显微镜光度计的光电转换系统

2.1 光电转换系统特点

HD 型显微镜光度计使用了 PerkinElmer 公司 2003 年推出的新型光电转换器, 其核心部件为新型端窗式光电倍增管 (CPM)。CPM 窗口内表面安装一个半透明的阴极, 接收入射光, 转换成光电子后, 穿过多次弯曲的通道到达阳极。在这一过程中, 光电子不断撞击弯曲通道内表面, 发射出倍增的二次电子。多次弯曲的形状加强了倍增效应, 使 CPM 具有极高的阳极灵敏度, 超过传统光电倍增管 (PMT) 1-2 个数量级。

PMT 的暗电流经放大后, 会占用 A/D 转换部分量程, 若不设置 D/A 电路予以抵消, 则降低 A/D 转换的分辨率。CPM 半导体内表面没有充电效应, 不会产生突变脉冲电流。因此 CPM 的暗电流极低, 较 PMT 降低 2~3 个数量级。PMT 工作时, 噪音信号来源于热噪音、倍增噪音与漏电流。相对于 PMT, CPM 的漏电流小至可忽略不计。CPM 的阴极面积较 PMT 小得多, 且半透光, 产生的热噪音信号小。因此, CPM 工作时噪音信号非常低, 等效输入噪声低于 10^{-17} W。

这种新型光电转换器将 CPM、高压电源、电子快门、I/U 转换放大器、强光保护电路等融为一体, 因此具有优良的防电磁干扰特性, 还具有预热 6 min 即可进入稳定状态、光电转换速度快等特点。充分利用上述优良性能, 结合适当增加高压电源、电压与光源亮度等措施, 可直接采集信号电压。由于省略信号放大, 既有效提高了信噪比, 也不再设置 D/A 电路, 为高精度测定奠定了坚实基础。

2.2 光电转换控制

数据采集板带有 4 通道 D/A 输出,精度为 12 位,可用于控制光电转换器的启动、调节等。一路 D/A 输出大于 2.6 V 的电平至 MD 光电转换器,则打开高压电源,CPM 进入工作状态;输出小于 2.4 V 的电平则关闭高压电源,使 CPM 停止工作。CPM 处于工作状态时,一路 A/D 采集并显示出高压电源的电压值,通过另一路 D/A 输出 0~3 V 电压值调节高压电源的电压,改变 CPM 增益,使仪器达到要求状态。上述过程完全通过软件控制,见图 3。

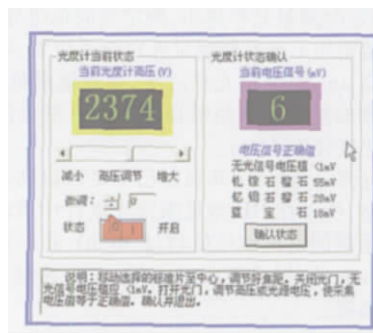


图 3 光电转换器控制与调节窗口

Fig. 3 The control and adjustment window

3 监视窗口

HD 型显微镜光度计通过分辨率为 130 万像素的高速电子目镜采集显微镜图像, 设置了监视窗口, 可根据需要任意缩放, 拖放至屏幕任意位置与是否打开, 见图 4。该窗口可用于拍摄显微图像、测定样品等, 使测定者可脱离观察显微镜操作。用该窗口在自动测定过程中观察样品成像质量与调焦效果时, 只适合用透反膜改变光路的显微镜, 不适用于某些用推入或拉开棱镜转换光路的显微镜。

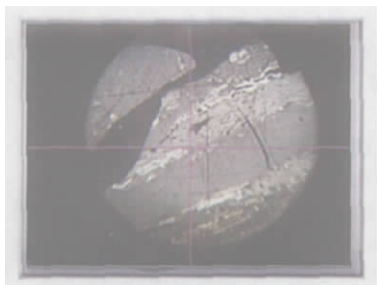


图 4 监视窗口

Fig. 4 The monitor window of the photoelectric transducer

目前, 也有可将显微镜下图像采集至计算机的图像采集分析系统, 但必须占用显微镜照像接口, 与安装显微镜光度计冲突。一些单位通过购置一转二接口解决这一矛盾, 但这种接口不仅价格昂贵, 也只有某些型号的进口显微镜才能配到。电子目镜占用一个目镜位置, 与安装显微镜光度计不冲突; 也不影响用另一个目镜观察。

在用显微镜观察样品时, 可用目镜十字丝交点定位测定对象。改用视频窗口观察样品后, 对测定对象的定位必须与此一致。在测定反射率时, 定位的测定对象还必须经过测量光栏进入光电转换器。为此, 在监视窗口中, 设置了一个可用鼠标移动的带刻度的“十字微尺”, 可根据需要显示或隐藏。安装光电转换器前, 在显微镜下找一个清晰的小颗粒, 移动至目镜十字丝中心。在监视窗口中, 将鼠标光标移动至“十字微尺”, 按住左键移动该尺, 使其中心刚好压住上述小颗粒, 放开鼠标, 即完成监视窗口中“十字微尺”定位。打开显微镜光门, 使反射光进入测量光栏, 通过仔细调节测量光栏位置, 使在测量光栏上方可观察到上述小颗粒, 并位于测量光栏中心即可。

将显微镜物镜测微尺置于显微镜下并在监视窗口显示, 物镜测微尺每一小格为 10 μm , 因此“十字微尺”刻度与其比较即可确定每一格所代表的实际尺寸。移动或缩放视频窗口, “十字微尺”也随之移动或缩放, 不会改变其中心定位与所代表的实际尺寸。

4 测量光栏

国家标准规定, 显微镜光度计的测量光栏直径不大于 10 μm 即可^[24]。自动测定时测量光栏越小, 测定到的单组分越多, 混合组分越少。通过精密加工技术与测量光栏合适位置, 可使实际测量光栏直径仅为 2 μm , 但测量光栏过小, 使光通量低, 会加大光电转换与信号处理的复杂性。经综合考虑, HD 型显微镜光度计中采用的测量光栏直径为 4 μm 。

反射光通过测定光栏后, 其强度已不足以启动光电转换器中的强光保护电路, 所以在 HD 型显微镜光度计中增设了疲劳保护程序: 若发现采集的电压信号值超过 30 mV 并一直处于稳定状态时, 超过 20 min 后, 提示操作者关闭光门; 超过 30 min 后, 自动关闭光电转换器。

5 HD 型全自动显微镜光度计控制系统

软件控制信号通过数据采集卡的 I/O 端口输出至控制卡, 经

缓冲、光隔、达林顿管放大后, 驱动步进电机, 带动自动物台和显微镜调焦系统工作。

5.1 步进电机控制原理

HD 型全自动显微镜光度计中采用四相步进电机作为控制执行机构。为了兼顾稳定性与输出转矩, 采用 4 相 8 拍工作方式。

在一个周期内, 正转时控制信号为 1000 → 1100 → 0100 → 0110 → 0010 → 0011 → 0001 → 1001 → 1001; 反转时控制信号为 1001 → 0001 → 0011 → 0010 → 0110 → 0100 → 1100 → 1001。

步进电机的转速与脉冲信号的频率成正比, 2 个脉冲信号间隔越短, 转速越快。为此, 设置了调整脉冲频率窗口, 可根据需要对步进电机实行精确调速。

5.2 自动物台精度与局限

步进电机转动角度由控制脉冲数决定。HD 型全自动显微镜光度计根据移动样品和调节焦距需要, 由软件给出相应的控制脉冲数、脉冲顺序、脉冲频率与间隔, 达到控制目的。用鼠标可完成对自动物台和显微镜调焦操作, 见图 5。在需要自动控制的测定中, 则完全由程序控制, 不需要操作。

HD 型全自动显微镜光度计控制自动物台线位移精度为 5 μm , 并可锁定, 故可移动样品并精确定位。机械传动部件不可避免存在间隙, 会影响自动物台线位移精度。当连续移动几步后, 这一定位误差便可消除。在测定样品时, 自动物台在换向后移动 5 步内, 不采集数据, 排除了由机械传动部件间隙产生的定位误差对测定结果的影响。

仪器默认的测定点、行间距是根据有关国家标准或实际需要而确定, 也可由用户在 5~2 000 μm 范围根据需要分档选择。自动物台最小线位移量均为 5 μm , 故测定分辨率极限为 5 μm , 只能测定到大于 5 μm 的焦炭气孔、气孔壁厚度、颗粒的粒径等。常规测定项目不需要这样小的位移量, 如自动测定煤反射率时, 每步位移量为 100 μm , 测定显微煤岩组分、焦炭光学组织时, 每步位移量为 300 μm 。将自动物台线位移精度提高到 1 μm , 与显微镜的光学分辨率一致, 还有待进一步研制。

5.3 自动调节显微镜焦距

测定过程中, 样品移动一定距离后, 显微镜焦距发生变化, 会使显微镜成像模糊, 影响测定值的准确性。在人工测定或半自动测定过程中, 可随时调节焦距予以解决。自动测定必须解决显微镜自动调焦问题, 才能保证测定准确。测定过程中显微镜焦距变化由下列原因引起。显微镜光轴与物台面不垂直。由于机械加工精度不够高或未经认真调试等原因, 使物台面与显微镜光轴不严格垂直。样品未压平。测定前, 先将样品下方垫橡皮泥放在载玻片上, 再在压平器中压平。压平器上、下面不平行, 使样品相对于载玻片倾斜, 置于显微镜物台后, 样品与物台平面不平行。粉光片磨制不合格。磨制的粉光片中间部分较四周突起, 或测定面由几个平面构成。

对于问题, 操作者稍加培训后即可解决, 使磨制的粉光片测定面为一平面。对于问题, 则应调整压平器, 使其上下面严格平行。第一次压制后, 将样品转动 90 度再压制 1 次, 也可以有效减小压平器上下面不平行造成的样品倾斜。若由橡皮泥回弹性大引起样品倾斜, 则应采用弹性小的橡皮泥。由显微镜机械加工精度不够高造成的问题, 则必须采用自动调焦解决。

5.3.1 自动调节显微镜焦距原理

设倾斜于显微镜光路的测定面平面方程为:

$$Ax + By + Cz + D = 0 \quad (1)$$

通过样品测定面上 3 个点坐标: (x_1, y_1, z_1) , (x_2, y_2, z_2) , (x_3, y_3, z_3) , 则建立方程组:

$$\begin{cases} Ax_1 + By_1 + Cz_1 = -D \\ Ax_2 + By_2 + Cz_2 = -D \\ Ax_3 + By_3 + Cz_3 = -D \end{cases} \quad (2)$$

解该方程组(2),则可确定(1)式中的待定常数。由(1)式不准根据测定坐标 x 与 y 计算其高程坐标 z ,进而确定焦距调焦量。

5.3.2 自动调节显微镜焦距准备窗口

HD 型全自动显微镜光度计设置了自动调焦准备窗口,见图 5。将样品移动至物台中心后,会自动顺移至第 1~3 个调焦点,调节这 3 个点焦距后,则(2)式方程组中的 $x_i, y_i, z_i(i=1, 2, 3)$ 就可确定。这一过程必须通过软件控制步进电机进行,才能记录相应各调节点位置与高程坐标,确定测定样品面的平面方程。

步进电机执行结构与显微镜调焦轴相联,带动显微镜调焦轴转动,依据确定的调焦量执行调焦。HD 型显微镜光度计的调焦执行结构由步进电机带动,角位移精度比实际需要高得多,步进电机一般执行 30 步以上才可以看出焦距变化。

调节焦距会占用测定时间,对每一测定点进行调焦会使测定速度非常缓慢,令人难以忍受。样品移动一步造成的焦距变化很小,移动一定距离后,焦距才会发生明显变化,从而影响测定准确,因此对每一测定点都进行调焦既不现实也无必要。实际自动测定过程中,对于计算出的焦距调焦量,不一定实际调节,只有积累到影响测定值准确时,才进行调节。

6 HD 型显微镜光度计的操作

通过采用上述软硬件技术,可以通过软件命令按钮实现 HD 型显微镜光度计所有功能。但有些操作,如移动样品、调节焦距、半自动测定等,既要观察样品,又要用鼠标点击相应命令按钮,仍会分散注意力,降低效率。通过重新定义新型多键鼠标(如双飞燕 X-710F 型鼠标,共有 6 个功能键)各键功能与组合功能,实现了上述操作直接通过鼠标按键完成。如在移动样品与调节显微镜焦距过程中,既可以用相应命令按钮操作(见图 6),也可以用鼠标滚轮控制样品前后移动,左右键控制样品左右移动,其他 2 个键控制上移或下移物台,调节焦距。

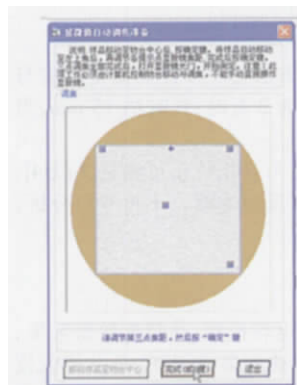


图 5 自动调焦准备窗口
Fig. 5 The preparing window for auto-adjust focus



图 6 移动样品与调节焦距窗口
Fig. 6 The windows for sample movement and adjust focus

7 工作曲线与温度自动校正

国家标准规定,测定煤镜质组反射率时必须使用油浸物镜。由于浸油的折射率受温度影响,进而影响反射率值,将不同温度下测定的煤镜质组反射率值均校正到 23 标准状态下,即可消除测定时温度对测定结果的影响。这一校正通过电压转换反射率工作曲线完成。

测定工作曲线时,先输入室温。在绘制工作曲线时,则用表 1 中相应方程计算的该温度下标准物质反射率值。用该工作曲线将测定的电压信号值转换为反射率时,即已校正到 23 标准状态。测定煤镜质组反射率时,可调用相应温度下测定的工作曲线后,

用一个标准物质校正验证仪器状态即可,减少了测定准备工作量。HD 型全自动显微镜光度计自带 15~35 下测定的工作曲线。

表 1 标准物质油浸随机反射率(Re^0)随温度变化规律

Tbl. 1 The law of standard sample Re^0 varying with temperature

标准物质 standard sample	回归方程 Regressin Equation	R
钐钇石榴石 Gadolinium gallium garnet	$Re^0=0.0034T+1.6405$	0.995
钇铝石榴石 Yttrium aluminium garnet	$Re^0=0.0025T+0.8466$	0.999
蓝宝石 Leucosapphire	$Re^0=0.002T+0.5440$	0.999

8 HD 型全自动显微镜光度计考核与分析

对于煤镜质组反射率测定,国家标准要求满足:对单煤反射率平均值重复性测定不超过 0.06,混煤不超过 0.1^[2-3];每 15 min 用标准物质校正 1 次仪器状态。

8.1 仪器零点考核

由于 CMP 暗电流产生的电压信号极小,通过调整数据采集卡偏移量永久消除后,在关闭显微镜光门时,电压信号始终为零,仪器零点不用调节,不占用仪器量程。

8.2 仪器线性度

不同温度下测定的工作曲线均为一直线,见图 7,说明仪器线性度良好。

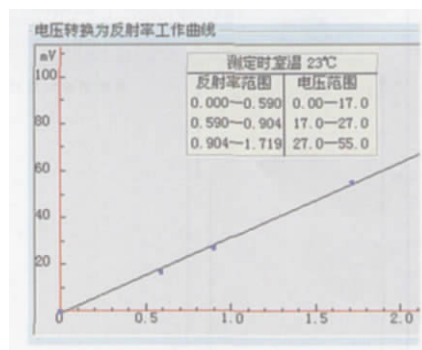


图 7 电压转换反射率工作曲线

Fig. 7 The work curve for converting voltage into reflectivity

8.3 仪器精度考核

仪器预热 10 min 后,放置标准物质或煤样,打开光路后,考核 30 min(大于测定一个样品时间)内电压信号的变化。每次调节高压(或光源电压),使采集电压信号对应不同量程段。考核表明,在 0~90 mV 量程范围,电压信号变化不超过 1 mV,在 90~100 mV 量程范围,偶尔超过 1 mV,但不超过 2 mV。HD 型显微镜光度计设置的默认仪器状态是钐钇石榴石对应电压信号值 55mV。不难计算出 0~90 mV 量程已覆盖炼焦煤镜质组随机反射率范围为 0~2.214。信号电压变化 1 mV,则反射率变化值为 $\pm 1.719/55=0.03$ 。测定过程中的随机误差符合正态分布规律,其符号不会始终一致,取平均值时会互相抵消一部分,因此实际测定精度还会更好。若调整仪器状态,使钐钇石榴石对应的电压信号低于 55 mV,则使反射率测定范围增大。例如,使钐钇石榴石对应的电压信号为 25 mV 时,则测定的反射率范围为 0~6.8,已覆盖无烟煤反射率范围。

8.4 仪器疲劳性考核

长时间进入较强光后,光电转换器的灵敏度会降低,称为疲劳现象。自动测定煤样反射率时,一般 10~15 min 测定一个样品,测定其他项目一般很少超过 1 h。但测定完一个样品后若不关闭

显微镜光门,则有可能使较强光长时间进入光电转换器,产生疲劳现象。

在程序中关闭疲劳自动保护程序,仪器稳定后,打开光路,调整仪器使采集的钨钨石榴石电压信号值对应 55 mV。保持光路一直处于打开状态,观察电压信号值随时间变化。结果表明,在 0~90 mV 量程范围,1 h 内电压信号降低幅度不超过 1 mV,4 h 内不超过 2 mV。正常测定过程中,不存在这种极端情况。若在上述条件下,交替打开与关闭光路各 15 min,则 4 h 内电压信号降低幅度不会超过 1 mV,8 h 内电压信号降低幅度不超过 2 mV。若一直关闭光路,则 8 h 内电压信号始终为 0。可见在正常情况下,疲劳引起的系统偏差可忽略不计,即使极端情况也不至引起测定结果显著性差异。

8.5 半自动测定误差考核

在不移动样品情况下,半自动测定标准物质或煤样中某一点 20 个反射率数据,考察综合误差对测定结果的影响。多次测定表明,极差不超过 0.03,标准偏差不超过 0.02。

8.6 自动测定误差

在不移动样品情况下,自动测定煤样 1 万点,考察综合误差对测定结果的影响,结果见图 8。其随机反射率 ReO 平均值为 0.867,标准方差为 0.03。

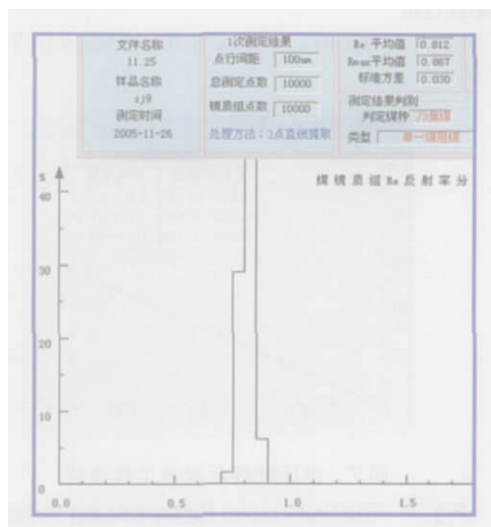


图 8 不移动样品自动测定煤样 1 万点考核

Fig. 8 The 10 000 point assessment for automatically measuring coal sample without moving sample

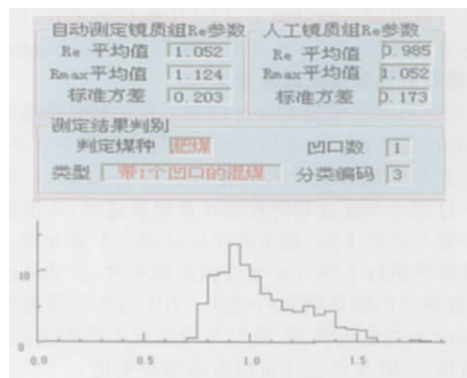
8.7 自动测定煤样重现性

重现性考核表明,当测定总点数为 1 万时,同一煤样 2 次测定的平均镜质组反射率差值不超过 0.03。同一煤样分别用 2 万点与 4 万点进行自动测定,虽然带入了测定方法误差,但二次测定的镜质组平均反射率相差仅为 0.012。根据测定结果,自动判别的煤种、单混性、混煤类型与编码完全一致,见图 9。

8.8 考核分析

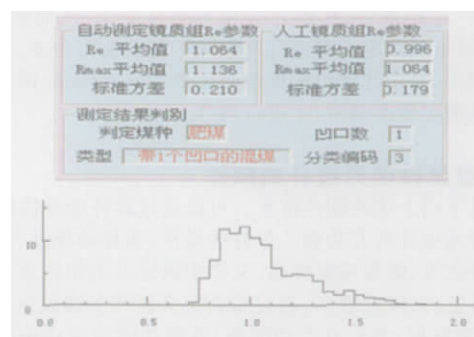
考核表明,HD 型显微镜光度计仪器零点不占用量程,不降低 A/D 转换分辨率,线性度良好,测定精度、自动与半自动测定的重现性均优于国际标准;疲劳引起的测定偏差可忽略不计,不必在测定过程中校正仪器状态。但由于其他情况也可能使仪器状态发生变化,因此在测定下一个样品前,养成用标准物质校正仪器状态的习惯仍值得推荐。这既可消除疲劳引起的系统偏差,又可确信已测定结果。

自动测定时,HD 型显微镜光度计默认总测定点数为 1 万,约耗时 10 min。在要求高精度场合,如商检、仲裁等,还可以采用重



(a) 第一次自动测定 2 万点结果

(a) first time: 20 000 points



(b) 第二次自动测定 4 万点结果

(b) second time 40 000 points

图 9 煤样重复性自动测定结果

Fig. 9 The repeatability automatic measurement result for a coal sample

复测定取平均值、增加测定总点数等方法进一步提高测定精度与可靠性,但测定时间略延。当总点数为 2 万时,耗时约 15 min,当测定总点数为 4 万时,耗时约 20 min。

自动与半自动测定结果的相关性与互相校正可参见文献[4]。其他测定项目对仪器要求不如测定煤反射率高,不再专门分析,可参见文献[5-6]。

9 结束语

HD 型显微镜光度计是在新型光电转换器、高精度数据采集、电子目镜、新型鼠标等新技术成果基础上集成创新、开发相关技术的结果,不仅使测定结果精度优于有关国家标准要求,还将测定自动化程度提高到新水平,为煤质分析与煤化工工作者提供了新选择。

参考文献 (References)

- [1] 冶科成鉴字[1997]第 001 号. 煤焦反射率自动测定研究, 科学技术鉴定证书[R]. 冶金工业部, 1997-05.
- [2] 国家技术监督局. GB/T6948-1998, 煤的镜质体反射率显微镜测定方法[S]. 北京: 中国标准出版社, 1998.
- [3] 国家技术监督局. GB/T15591-1995, 商品煤反射率分布图判别方法[S]. 北京: 中国标准出版社, 1995.
- [4] 姚伯元、许国贤、田华, 等. 显微镜光度计测定煤镜质组反射率的研究[J]. 燃料与化工, 1997, 28(3): 132-138.
- [5] 国家技术监督局. GB/T8899-1998, 煤的显微组分和矿物测定方法[S]. 北京: 中国标准出版社, 1998.
- [6] 冶金工业部. YB/T077-1995, 焦炭光学组织测定方法[S]. 北京: 冶金出版社, 1995.

(责任编辑 李向荣)