

MT

中华人民共和国煤炭行业标准

MT/T 595—1996

煤显微组分荧光强度测定方法

1996-12-30 发布

1997-11-01 实施

中华人民共和国煤炭工业部 发布

目 次

1 范围	1
2 引用标准	1
3 仪器设备	1
4 样品	1
5 标准片	2
6 仪器调节	2
7 测定步骤	2
8 测定结果表述	3

前 言

本标准是参照国际煤岩学委员会(ICCP)分析分会 1992 年提出的《荧光显微术和荧光光度计》煤岩手册卡片的第一部分:强度测定,结合我国近十多年的工作实践,并增加了荧光强度变化测定后制定的。

本标准概述了荧光强度测定的方法原理,规定了荧光强度测定的主要仪器设备、调试要求和方法、样品制备和保存、测定步骤、成果校正计算和表达等方面的实质要点和细节,是我国首次制定的一种荧光强度测定标准,对应用荧光的各行各业的规范化都是有益的。

本标准由煤炭工业部科技教育司提出。

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:中国地质大学(北京)、中国矿业大学北京研究生部。

本标准主要起草人:潘治贵、周怡、陈基娘、金奎励、李海梅。

本标准委托中国地质大学(北京)、中国矿业大学北京研究生部负责解释。

煤显微组分荧光强度测定方法

1 范围

本标准规定了在反射荧光显微光度计下,用干物镜测定粉煤光片(或块煤光片)中显微组分荧光强度与荧光强度变化的测定方法。

本标准适用于烟煤、褐煤及泥炭中显微组分的荧光强度测定,也可参照用于沉积岩中分散有机质的荧光强度测定。

2 引用标准

下列标准包含的条文,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 6948—86 煤的镜质组反射率测定方法

MT 116.1—86 粉煤光片的制备方法

MT 116.2—86 块煤光片的制备方法

3 仪器设备

本标准采用 GB 6948《煤的镜质组反射率测定方法》例举的显微光度计及其他设备,增加了下列荧光强度测定专用部件:

3.1 荧光显微镜

3.1.1 备有分界值为 400 nm~475 nm 的双光束分光器。

3.1.2 有 40×或 50×的干式荧光物镜。

3.1.3 阻挡滤光片 K510。

3.2 光源系统

3.2.1 与显微镜匹配,便于转换观察光和激发光的灯光转换室。

3.2.2 观察灯 50 W 或 100 W 的钨灯。

3.2.3 激发灯 100 W 或 200 W 的超高压汞灯。

3.2.4 激发滤光片是由短波带通片与短通阻红片组合。短波带通片:紫外光激发为 BP340 nm~380 nm(主峰 365 nm),如 UG1;紫光激发为 BP355 nm~425 nm(主峰 405 nm),如 BG3;蓝光激发为 BP390 nm~490 nm(主峰 436 nm),如 BG12;短通阻红片 SP650 nm,如 BG38。

4 样品

4.1 荧光强度测定用样品、制片方法参看 MT 116.1~116.2。样品要避免氧化剂和有机溶剂处理,避免过热影响。样品胶结物最好是无荧光的,如 3 号树脂、506 粉等。块煤光片亦可直接用于荧光强度测定。

4.2 荧光强度测定用样品,要求光洁、新鲜、无油迹污染。

4.3 样品磨制好后在干燥器中放置约 1 d,避免光照,测定工作应在 10 d 内完成。经长期保存的样品,

必须重新磨制和抛光。

5 标准片

用标有荧光强度值的铀酰玻璃标准片。

6 仪器调节

采用 GB 6948 所述仪器调节外,还要进行下列调节:

6.1 仪器起动 在做好测试的准备之后,接通电源。先启动汞灯,预热 15 min,使达到稳定的工作状态。打开仪器有关的电器部件开关,并调到观察灯电压适中;光电倍增管电压 800 V~1000 V 的数值上,最后再打开计算机电源,调用测量程序。

6.2 激发光调中 将汞灯弧像调节到显微镜光路中心线上,以取得最大亮度的激发光。

6.3 调节灯泡与聚光镜间的距离,使视场内激发光均匀。

6.4 光阑选择和调节 用固定光阑系列(圆形)、可调虹彩光阑(正多边形)和可调矩形光阑。调节有三个方面内容:一是根据测定物的形态、大小确定测量光阑的类型和大小,测定小孢子体的最佳光阑直径 $D=3.6\ \mu\text{m}$;二是依据测量光阑的大小,确定视场光阑的大小,后者为前者的 2~3 倍;三是两光阑在视场中成像的中心点要重合,形成平行对称的同心环带。

6.5 调节单色仪/滤光片 插入绿色滤光片($\lambda=546\ \text{nm}$)或单色仪调到 $\lambda=546\ \text{nm}$ 。

6.6 电讯号输出读数的放大倍数和读数值设置 根据噪音和测值大小,选用适当的放大倍数,把标准样的测值读数调到给定值或其整倍数。

7 测定步骤

荧光测定应在暗室中进行,室温(23 ± 3) $^{\circ}\text{C}$ 。

7.1 方法提要

a) 荧光强度测定以绿光($\lambda=546\ \text{nm}$)为准。测定值是在同一激发条件下与标准片相对比,换算而求得的。荧光强度值以相对荧光强度值和“绝对”荧光强度值两种型式表示。相对荧光强度是以标准片的荧光强度为 100(或 1)而换算得的组分荧光强度。“绝对”荧光强度值是与标准片的荧光强度精确值对比取得。

b) 荧光强度随激发时间延长会发生变化称荧光变化。荧光变化是指从激发开始直到连续激发 15 min 的范围内荧光强度的变化状况,以曲线表示。

7.2 测量方法 将压平的试样/标样置于荧光显微光度计的物台上,调好焦距,并将测量对象置于视场中心测量光阑内,转变为蓝光激发后即可进行测量。

7.3 背景值的测定 测定测量对象周围的背景区(无荧光或最弱荧光物体)的强度值为背景值,用 I_b 表示。

7.4 标样的实测值 将标样铀酰玻璃置于测量光阑内进行多次(3~5 次)测量,其平均值为标样实测值,用 I_s 表示。

7.5 组分的实测值 将欲测荧光强度的显微组分置于测量光阑内,按上述操作,测得值即为该组分的实测荧光强度值,用 I_m 表示。

7.6 荧光强度测定的时间限制 测量操作应在开始激发后 10~20 s 内完成。

7.7 测量点数 为确保测值对样品的代表性,同一样品中每一组分的测量点数不应少于 10。

7.8 荧光强度变化的测定 以初始强度为 1(100%),前 5 min 每间隔 1 min 测一次,之后间隔 2 min 测一次,总计 15 min。所测强度值分别用 A_t 表示(t 为激发时间, min)用 A_0 表示初始强度值,用 A_{15} 表示 15 min 后的最终强度值。

8 测定结果表述

8.1 强度测值的校正 为获得组分的可靠和可对比的强度值,按式(1)进行校正计算:

$$I_{546} = \frac{(I_m - I_b) \times I_s}{I_u} \quad (1)$$

式中:

I_{546} ——被测组分的荧光强度值;

I_m ——被测组分的实测值;

I_b ——背景值实测读数;

I_u ——标样强度的实测读数;

I_s ——标样的强度确定值,由生产厂给定;作相对强度测定时可定为1或100。

当被测组分面积较大,充满整个视场光阑时,可视为无背景影响, $I_b = 0$,上式为:

$$I_{546} = \frac{I_m \times I_s}{I_u} \quad (2)$$

8.2 荧光强度成果表述

样品内同一组分的多个荧光强度测值应进行数理统计计算,求其平均值和标准差,以平均值表示该组分的强度值。

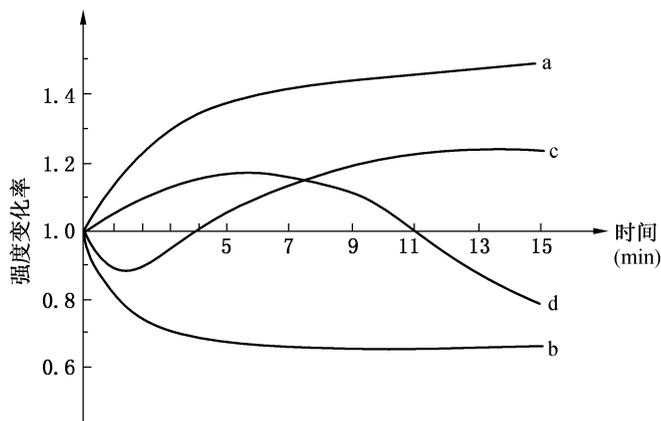
当测定点数足够多时可进行分级统计和绘制直方图,以表现其分布特点。

8.3 荧光强度变化的表述

8.3.1 荧光强度变化是以开始激发的初始强度为基准(100%)相对比表示的。大于初始强度为正变化,小于初始强度为负变化。

8.3.2 以初始强度(100%)为原点,激发时间(0到15 min)为横坐标,强度变化百分率为纵坐标,绘制荧光强度变化曲线,如图1所示。依曲线轨迹形态,分为:

- a) 正变化;
- b) 负变化;
- c) 负正变化;
- d) 正负变化。



荧光强度变化曲线类型图

8.3.3 最终变化率,以激发15 min后的荧光强度与初始荧光强度相比 A_{15}/A_0 表示。

