

DIN 22020-5

DIN

ICS 73.040

Ersatz für
DIN 22020-5:1986-09**Rohstoffuntersuchungen im Steinkohlenbergbau –
Mikroskopische Untersuchungen an Steinkohle, Koks und Briketts –
Teil 5: Reflexionsmessungen an Vitriniten**

Investigations of the raw material in hard-coal-mining –
Microscopical examinations of hard coal, coke and briquettes –
Part 5: Reflectance measurements on vitrinites

Gesamtumfang 21 Seiten

Normenausschuss Bergbau (FABERG) im DIN
Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

Beginn der Gültigkeit

Diese Norm gilt ab 1. Februar 2005.

Daneben darf DIN 22020-5:1986-09 noch bis zum 31. Juli 2005 angewendet werden.

Inhalt

Seite

Vorwort	4
1 Anwendungsbereich.....	5
2 Normative Verweisungen.....	5
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung des Verfahrens	6
5 Geräte und Hilfsmittel.....	6
5.1 Geräte.....	6
5.2 Hilfsmittel.....	7
6 Probenahme	8
6.1 Aus dem anstehenden Flöz	8
6.2 Aus gewonnener Flözkohle	8
6.3 Aus Kohlen während oder nach der Aufbereitung.....	8
7 Probenvorbereitung.....	8
8 Schliffherstellung.....	9
9 Prüfung und Einstellung der Messeinrichtungen	9
9.1 Einstellung des Mikroskops	9
9.2 Prüfung der zeitlichen Konstanz der Anzeige	9
9.3 Prüfung der Linearität zwischen Strahlungsfluss und Anzeigewert.....	10
9.4 Prüfung von Streulicht und Dunkelstrom	10
10 Messungen	11
10.1 Theoretische Grundlagen	11
10.2 Kalibrieren des photoelektrischen Systems	11
10.3 Inkohlungsgradbestimmung	12
10.4 Kohlenartenanalyse	12
11 Auswertung und Darstellung der Ergebnisse	13
12 Präzision des Verfahrens.....	15
12.1 Wiederholgrenze (ein Beobachter, ein Gerät, derselbe Anschliff).....	15
12.2 Vergleichgrenze (verschiedene Beobachter, verschiedene Geräte, derselbe Anschliff)	15
Anhang A (normativ) Formblätter für die Auswertung.....	16
A.1 Formblatt für Inkohlungsgradbestimmung (Muster mit Beispiel).....	16
A.2 Formblatt für Kohlenartenanalyse (Muster mit Beispiel)	17
Anhang B (normativ) Formblätter für die graphische Darstellung	18
B.1 Formblatt für graphische Darstellung einer Inkohlungsgradbestimmung (Muster mit Beispiel)	18
B.2 Formblatt für graphische Darstellung einer Kohlenartenanalyse (Muster mit Beispiel)	19
Anhang C (informativ) Erläuterungen	20
Literaturhinweise	21

Vorwort

Diese Norm wurde vom Arbeitsausschuss „Rohstoffuntersuchungen/Steinkohlenaufbereitung“ des Normenausschusses Bergbau (FABERG) überarbeitet und ersetzt DIN 22020-5:1986-09.

DIN 22020 *Rohstoffuntersuchungen im Steinkohlenbergbau – Mikroskopische Untersuchungen an Steinkohle, Koks und Briketts* besteht aus:

- Teil 1: *Begriffe, Übersicht und Anwendung der Verfahren*
- Teil 2: *Herstellung von Körnerschliffen und Stückschliffen*
- Teil 3: *Maceralanalyse an Körnerschliffen*
- Teil 4: *Mikrolithotypenanalyse an Körnerschliffen*
- Teil 5: *Reflexionsmessungen an Vitriniten*

Diese Norm stimmt sachlich mit dem Internationalen Lexikon für Kohlenpetrologie, 1. Ergänzung (1971) zur 2. Ausgabe (1963), Kap. VII – Analysenmethoden – überein (siehe [1]).

Zusammenhang mit der von der International Organization for Standardization (ISO) herausgegebenen Internationalen Norm ISO 7404-5:1994 siehe Anhang C (Erläuterungen).

Anhänge A und B sind normativ, Anhang C ist informativ.

Die Arbeitsmethoden der Kohlenpetrographie befinden sich zurzeit in einer Umbruchsphase, da die Mikroskope der führenden Hersteller neu konzipiert worden sind und einige Zusatzgeräte nicht mehr produziert und angeboten werden. Diese Umstände führen zwangsläufig zur Entwicklung neuer Geräte und Methoden bei der Reflexionsmessung und Maceralanalyse, die in den entsprechenden Normen künftig berücksichtigt werden müssen. Einzelne Elemente aus dem Gesamtsystem (z. B. Photomultiplier, Drehtisch) werden durch neue ersetzt werden. Grundsätzlich bleiben aber die Verfahren (Reflexionsmessung und Maceralanalyse) erhalten.

Es ist geplant, die betroffenen Normen der Reihe DIN 22020 zu überarbeiten und die neuen Geräte und Arbeitsmethoden zu integrieren, sobald die Entwicklungen dazu abgeschlossen sind.

Änderungen

Gegenüber DIN 22020-5:1986-09 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Anzahl der Messungen modifiziert;
- b) Norm redaktionell überarbeitet und dem Stand der Technik angepasst.

Frühere Ausgaben

DIN 22020-5: 1986-09

1 Anwendungsbereich

Das in dieser Norm festgelegte Verfahren ist im gesamten Inkohlungsbereich der Steinkohle anwendbar.

Die Reflexionsmessungen an Vitriniten von Flözkohlen ermöglichen die Bestimmung des Inkohlungsgrades einer Steinkohle, unabhängig von der Maceralzusammensetzung und dem Mineralgehalt. In Verbindung mit der Maceralgruppenanalyse nach DIN 22020-3 dient der Inkohlungsgrad in erster Linie zur rohstofflichen Kennzeichnung einer Flözkohle im Hinblick auf ihre Verwendungsmöglichkeiten.

Die Reflexionsmessungen an Vitriniten von Kohlenartenmischungen dienen dazu, die Anteile der beteiligten Kohlenarten quantitativ zu bestimmen (Kohlenartenanalyse). Die Kohlenartenanalyse ermöglicht die Erklärung der Ursache von Unterschieden im Kokungsvermögen von Kohlenartenmischungen, die den gleichen Gehalt an Flüchtigen Bestandteilen (waf) besitzen. Sie ist damit eine unabdingbare Ergänzung der chemischen und physikalischen Prüfverfahren.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

DIN 22005-2, *Rohstoffuntersuchungen im Steinkohlenbergbau — Teil 2: Rohstoffliche Begriffe*

DIN 22011, *Rohstoffuntersuchungen im Steinkohlenbergbau — Bearbeitung von Untersuchungsbohrungen*

DIN 22013, *Rohstoffuntersuchungen im Steinkohlenbergbau — Schlitzprobe — Entnahme und Untersuchungsschema*

DIN 22014, *Rohstoffuntersuchungen im Steinkohlenbergbau — Rohkohlenprobe aus dem Fördergut eines Betriebspunktes — Entnahme und Untersuchungsschema*

DIN 22020-1, *Rohstoffuntersuchungen im Steinkohlenbergbau — Mikroskopische Untersuchungen an Steinkohle, Koks und Briketts — Teil 1: Begriffe, Übersicht und Anwendung der Verfahren*

DIN 22020-2, *Rohstoffuntersuchungen im Steinkohlenbergbau — Mikroskopische Untersuchungen an Steinkohle, Koks und Briketts — Teil 2: Herstellung von Körnerschliffen und Stückschliffen*

DIN 22020-3, *Rohstoffuntersuchungen im Steinkohlenbergbau — Mikroskopische Untersuchungen an Steinkohle, Koks und Briketts — Teil 3: Maceralanalyse an Körnerschliffen*

DIN 51701-2, *Prüfung fester Brennstoffe — Probenahme und Probenvorbereitung — Durchführung der Probenahme*

DIN 51701-3, *Prüfung fester Brennstoffe — Probenahme und Probenvorbereitung — Durchführung der Probenvorbereitung*

DIN 55350-13, *Begriffe der Qualitätssicherung und Statistik — Begriffe zur Genauigkeit vom Ermittlungsverfahren und Ermittlungsergebnissen*

DIN ISO 5725-1, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe (ISO 5725-1:1994)*

DIN ISO 8036-1, *Optik und optische Instrumente — Mikroskope — Teil 1: Immersionsöl für die allgemeine Verwendung in der Lichtmikroskopie (ISO 8036-1:1998)*

ISO 7404-5:1994, *Methods for the petrographic analysis of bituminous coal and anthracite — Part 5: Method of determining microscopically the reflectance of vitrinite*

- [1] Internationales Lexikon für Kohlenpetrologie. Paris 1963 und Erg.Bd. 1971, 1975, 1993 ¹⁾.
- [2] PILLER, H.: Checking of Linearity of the photoelectric system of a microscope photometer. Journal of Microscopy, 121 (1981), pp. 221/24.

3 Begriffe

Für die Anwendung dieser Norm gelten die in

- DIN 22020-1 angegebenen Begriffe für die mikroskopischen Untersuchungen,
- DIN 22005-2 angegebenen rohstofflichen Begriffe,
- DIN 22011, DIN 22013, DIN 22014 und DIN 51701-2 angegebenen Begriffe für die Probenahme und Probenvorbereitung sowie
- DIN 55350-13 angegebenen Begriffe für die Genauigkeit.

4 Kurzbeschreibung des Verfahrens

An einem polierten Anschliff wird mit einem Mikroskop-Photometer der dem reflektierten Lichtstrom entsprechende Strahlungsfluss gemessen. Dieser wird mit dem Strahlungsfluss verglichen, der von einem Bezugskörper mit bekanntem Reflexionsgrad reflektiert wird. Die Messungen werden mit Ölimmersion und monochromatischem Licht durchgeführt. Zur Inkohlungsgradbestimmung von Flözkohlen sind an Körnerschliffen, nach einem vorgegebenen Raster, mindestens 100 Messungen an Vitriniten durchzuführen; bei Stückschliffen genügen auch weniger Messungen. Zur Kohlenartenanalyse sind mindestens 500 Messungen an Körnerschliffen, ebenfalls nach einem vorgegebenen Raster, notwendig.

5 Geräte und Hilfsmittel

5.1 Geräte

Mikroskop-Photometer mit folgenden Funktionsgruppen:

- a) Auflichtmikroskop
- mit drehbarem Objektisch und Objektführer mit Rastereinrichtung,
 - mit Lampe (50 Watt bis 100 Watt) mit elektrisch stabilisierter Stromversorgung,
 - mit Auflichtbeleuchtungssystem (Pol) mit herausnehmbarem Polarisator,
 - mit Ölimmersionsobjektiven mit Maßstabszahlen 25 bis 50,
 - mit binokularem Tubus, der gleichzeitig Beobachtung und Messen erlaubt, und
 - mit Okularen 8- bis 12,5fach, eines davon mit einstellbarer Augenlinse und Fadenkreuz.

1) Dr. Petra David, Nederlands Instituut voor Toegepaste Geowetenschappen NITG TNO, P.O. Box 80021, 3508 TA Utrecht, Niederlande

b) Photometersystem

- mit Bandpassfilter 546 nm (Halbwertsbreite bis etwa 20 nm),
- mit Lochblende (Messblende) in der Zwischenbildebene zum Ausblenden des Messfeldes mit einem Durchmesser von 0,005 mm bis 0,010 mm im Präparat,
- mit photoelektrischem Empfänger, z. B. einem Photomultiplier mit stabilisiertem spannungsgeregeltem Netzgerät oder einer Photodiode,
- mit Mess- und Anzeigegerät, bei dem die Messwerte mit mindestens drei Ziffern angezeigt werden, z. B. Digitalvoltmeter, Potentiometerschreiber oder Impulszähler, und
- möglichst mit Rechneinheit zur Übernahme der Messwerte und Berechnung der Ergebnisse.

5.2 Hilfsmittel

- Schliffpresse;
- Immersionsöl nach DIN ISO 8036-1 ($n_e^{23^\circ\text{C}} = 1,518$);
- ein in der Mitte der Oberfläche angebohrter Staubkohlenanschliff (Lochschliff) (Durchmesser und Tiefe der Bohrung mindestens 2 mm, Körnung der Kohle $< 0,06$ mm);
- Analysator und zwei Folienpolarisatoren zur Kontrolle der Linearität der photoelektrischen Einrichtung;
- Bezugskörper mit bekanntem Reflexionsgrad.

Die als Bezugskörper verwendeten Materialien müssen folgende Eigenschaften haben:

- gute Schleif- und Poliereigenschaften,
- geringe Spaltbarkeit,
- Oberfläche unempfindlich gegen Korrosion und mechanische Beschädigung,
- optische Isotropie in der Referenzfläche,
- Reflexionsgrad über möglichst lange Zeit konstant und
- Reflexionsgrad entsprechend dem Reflexionsgrad der Kohle (nicht $< 0,5$ % und nicht > 8 % bei Messungen mit Ölimmersion).

Zurzeit können als Bezugskörper empfohlen werden:

- Leucosaphire ($R_{546\text{ nm, Öl}}^{2)}$ etwa 0,5 % bis 0,6 %),
- synthetische Granate ($R_{546\text{ nm, Öl}}$ etwa 0,8 % bis 1,8 %) z. B. Yttrium-Aluminium-Granat (etwa 0,9 %) und Gallium-Gadolinium-Granat (etwa 1,7 % bis 1,8 %),
- Diamant ($R_{546\text{ nm, Öl}}$ etwa 5,3 %) und
- Siliziumcarbid ($R_{546\text{ nm, Öl}}$ etwa 7,6 %).

Durchsichtige Bezugskörper müssen so präpariert sein, dass eindringendes Licht nicht wieder in das Objektiv gelangt (siehe Bild 1). Sie müssen in Kunstharz eingebettet werden. Das Kunstharz wird mit Kohlenstaub ($< 0,06$ mm) eingefärbt, um störenden Lichteinfall zu vermeiden. Zur Vermeidung von Reflexionen an der Grenzfläche Kunstharz/-Bezugskörper sollten beide Materialien möglichst ähnliche Brechzahlen haben.

2) Reflexionsgrad gemessen im monochromatischen Licht der Wellenlänge 546 nm, unter Ölimmersion.