

RAFAŁ MORGA, JOANNA KOMOREK

*Katedra Geologii Stosowanej, Politechnika Śląska, Gliwice*

## UWAGI O METODYCE BADAŃ ZDOLNOŚCI ODBICIA ŚWIATŁA WITRYNITU

**Streszczenie.** W związku z koniecznością dostosowywania się krajowych producentów węgla do standardów i klasyfikacji europejskich, opartych na pomiarach zdolności odbicia światła wityrnytu, niezbędne się stało ujednoczenie metodyki oznaczania tego parametru. W pracy przedstawiono spostrzeżenia autorów, dotyczące sposobów pomiarów refleksyjności i sugestie dotyczące możliwości minimalizacji błędów pomiarowych.

## NOTES ABOUT THE METHOD OF VITRINITE REFLECTANCE EXAMINATION

**Summary.** Due to the necessity for national coal producers to adapt to the European standards and classifications based on reflectance it is important to unify the method of reflectance measurements. The paper brings the opinions on the method of examination and suggestions how to minimise measurement errors.

Zdolność odbicia światła, najlepszy znany wskaźnik stopnia uwęglania, jest podstawowym parametrem Międzynarodowego Systemu Kodyfikacji Węgla (ECE, Genewa 1988) [14] oraz Międzynarodowej Klasyfikacji Węgla w Pokładzie (ECE, Genewa 1993) [3]. W związku z koniecznością dostosowywania się producentów węgla do standardów europejskich niezbędne stało się ujednoczenie metodyki oznaczania tego podstawowego, choć nie w pełni jeszcze wykorzystywanego, parametru fizycznego. Badania optycznych cech węgla, prowadzone od wielu lat w Katedrze Geologii Stosowanej między innymi przez J.Komorek, M.Pozziego i R.Morgę [6], [7], [8], [9], [15], [16], stały się okazją do spostrzeżeń, którymi autorzy pragną się podzielić.

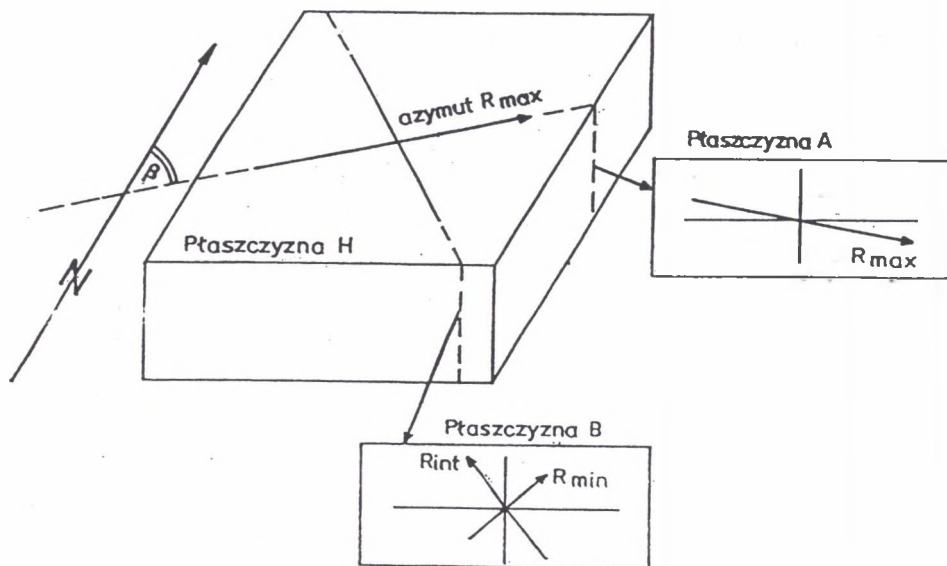
Badania refleksyjności prowadzi się na próbkach orientowanych i nieorientowanych. Pomiaru na zglądach o zachowanej orientacji przestrzennej pozwalają poznać stopień metamorfizmu węgla, oznaczyć kształt indykatory i wielkość anizotropii refleksyjności oraz określić rodzaj i kierunek naprężeń występujących podczas uwęglania. Badania na próbkach nieorientowanych (brykietach), wykonanych z bruzdowych próbek węgla, umożliwiają uzyskanie danych dotyczących stopnia uwęglania, wielkości anizotropii i kształtu indykatory.

Graficznym przedstawieniem anizotropii refleksyjności jest elipsoida - indykatorysa (Reflectance Indicating Surface RIS - [5], Vitrinite Reflectance Indicating surface VRI - [12], [13]), której oś w każdym kierunku jest proporcjonalna do refleksyjności. Trzy główne osie indykatorysy odpowiadają wartościom maksymalnej ( $R_{max}$ ), pośredniej ( $R_{int}$ ) i minimalnej ( $R_{min}$ ) zdolności odbicia światła.

W przypadku badań na zgładach pełną charakterystykę anizotropii optycznej przedstawiają pomiary przeprowadzone na trzech wzajemnie prostopadłych płaszczyznach (rys.1):

- H - poziomej (horizontal plane),
- A - pionowej (axial plane), wyznaczonej kierunkiem maksymalnej refleksyjności na płaszczyźnie H,
- B - pionowej (right section), prostopadłej do płaszczyzny A [10], [11], [12], [13].

Na każdej z nich, w 19-30 punktach pomiarowych, mierzy się zdolność odbicia światła telokolinitu co  $2^\circ$ , podczas obrotu stolika mikroskopu o  $360^\circ$ . W każdym punkcie pomiarowym, w trakcie pełnego obrotu stolika, rejestruje się dwie maksymalne i dwie minimalne wartości refleksyjności, a także wartości kątowe, przy jakich one występują. Na tej podstawie wyznacza się średnią maksymalną  $R_{\max}$  i średnią minimalną  $R_{\min}$  wartość zdolności odbicia światła oraz ich położenie na płaszczyźnie pomiarowej.

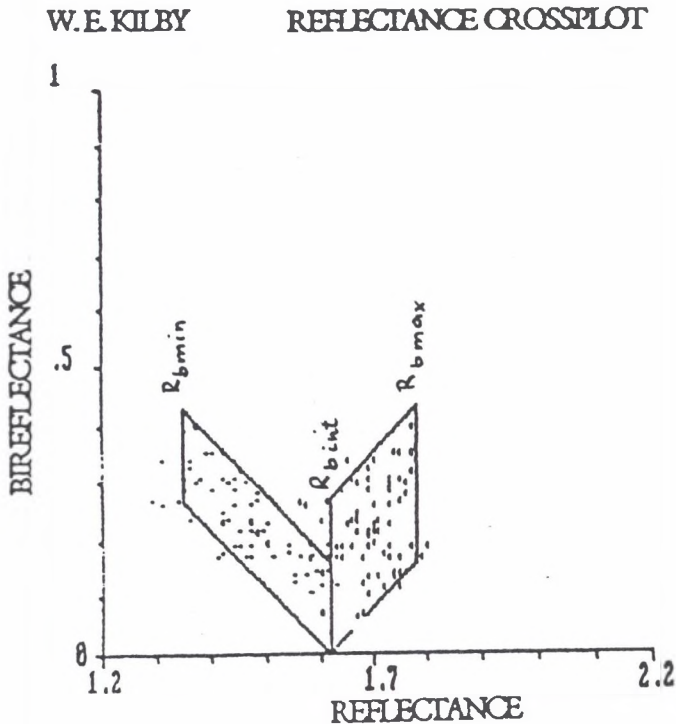


Rys.1. Orientacja płaszczyzn do pomiaru refleksyjności na zgładzie  
Fig.1. Orientation of planes for reflectance measurement on oriented sample

Kierunek maksymalnej refleksyjności (pozornej) na płaszczyźnie H wyznacza azymut rzeczywistej refleksyjności maksymalnej  $R_{\max}$ . Wyznaczone na płaszczyźnie A wartość i kierunek  $R_{\max}$  odpowiadają wartości i orientacji rzeczywistej refleksyjności  $R_{\max}$ , natomiast wartości i kierunki  $R_{\max}$  i  $R_{\min}$  stwierdzone na płaszczyźnie B odpowiadają analogicznie wartościom i orientacjom rzeczywistej refleksyjności pośredniej  $R_{\text{int}}$  i rzeczywistej refleksyjności minimalnej  $R_{\min}$  [11], [12], [13].

Pomiary na brykietach przeprowadza się rejestrując w trakcie obrotu stolika mikroskopu o  $360^\circ$  wartości pozornej refleksyjności maksymalnej i minimalnej, a także refleksyjność średnią  $R_0$  w 50 - 100 punktach pomiarowych. Wykorzystując program

komputerowy W. E. Kilby'ego [4], [5], wyznacza się następnie wartości rzeczywistej refleksyjności maksymalnej  $R_{bmax}$ , rzeczywistej refleksyjności pośredniej  $R_{bint}$ , oraz rzeczywistej refleksyjności minimalnej  $R_{bmin}$ , a także parametry:  $R_{st}$  (opisujący kształt indyktrysy) i  $R_{am}$  (określający wielkość anizotropii). Uzyskany wykres jest graficznym przedstawieniem wartości dwójdrobicia  $R_{max}' - R_{min}'$  względem wartości pozornych refleksyjności: maksymalnej ( $R_{max}'$ ) i minimalnej ( $R_{min}'$ ) zmierzonych dla każdego z punktów pomiarowych. Przy wyznaczaniu wartości rzeczywistych refleksyjności  $R_{bmax}$ ,  $R_{bint}$  i  $R_{bmin}$  bierze się także pod uwagę możliwie najlepsze dopasowanie powstałego z wyboru tych wartości wykresu, do otrzymanej populacji wyników i eliminuje pomiary przypadkowe (rys.2).



Rys.2. Przykład wykresu Kilby'ego  
Fig.2. Example of Kilby's reflectance crossplot

Na podstawie uzyskanych rzeczywistych wartości  $R_{max}$ ,  $R_{int}$  i  $R_{min}$  obliczyć można wartość  $R_{mean}$ , która jest ich średnią arytmetyczną i może pełnić rolę miary stopnia uwęglenia:

$$R_{mean} = (R_{max} + R_{int} + R_{min})/3$$

W podobny sposób, wykorzystując wartości  $R_{bmax}$ ,  $R_{bint}$  oraz  $R_{bmin}$ , wyznacza się wartości średniej refleksyjności  $R_{bmean}$  dla brykietów.

Różnice rzeczywistych refleksyjności maksymalnych  $R_{\max}$  lub  $R_{b\max}$ , i rzeczywistych refleksyjności minimalnych  $R_{\min}$  lub  $R_{b\min}$  mówią o wartości dwójjodbicia na zglądach -  $R_{bi}$  lub brykietach -  $R_{bbi}$  [2], [13]. Jest ono często stosowaną miarą wielkości anizotropii optycznej węgla.

$$\begin{aligned} R_{bi} &= R_{\max} - R_{\min} \\ R_{bbi} &= R_{b\max} - R_{b\min} \end{aligned}$$

Niektórzy autorzy [2], [18] uważają jednak, że wielkość anizotropii lepiej precyzuje iloraz refleksyjności  $R_r$ , gdyż w przeciwieństwie do dwójjodbicia  $R_{bi}$  ( $R_{bbi}$ ) uwzględnia on stopień uwęglania. Dla zglądów wylicza się go ze wzoru:

$$R_r = R_{\min} / R_{\max} ,$$

a dla brykietów

$$R_{br} = R_{b\min} / R_{b\max} .$$

Warto w tym miejscu dodać, że w literaturze wspomina się także o innych miarach anizotropii optycznej węgla, z których należy wymienić m.in. iloraz dwójjodbicia:  $(R_{\max} - R_{\min}) / R_{\max}$  [2]. W przypadku brykietów dla określenia stopnia anizotropii stosuje się też, wprowadzony przez W.E.Kilby'ego [5], parametr  $R_{am}$  (reflectance anisotropy magnitude).

W zależności od relacji zachodzących między wartościami  $R_{\max}$ ,  $R_{int}$  i  $R_{\min}$ , wyróżnia się jeden z następujących modeli optycznych:

- izotropowy  $R_{\max} = R_{int} = R_{\min}$  ,
- jednoosiowy ujemny  $R_{\max} = R_{int} > R_{\min}$  ,
- jednoosiowy dodatni  $R_{\max} > R_{int} = R_{\min}$  ,
- dwuosiowy ujemny  $R_{\max} > R_{int} \gg R_{\min}$  ,
- dwuosiowy dodatni  $R_{\max} \gg R_{int} > R_{\min}$ .

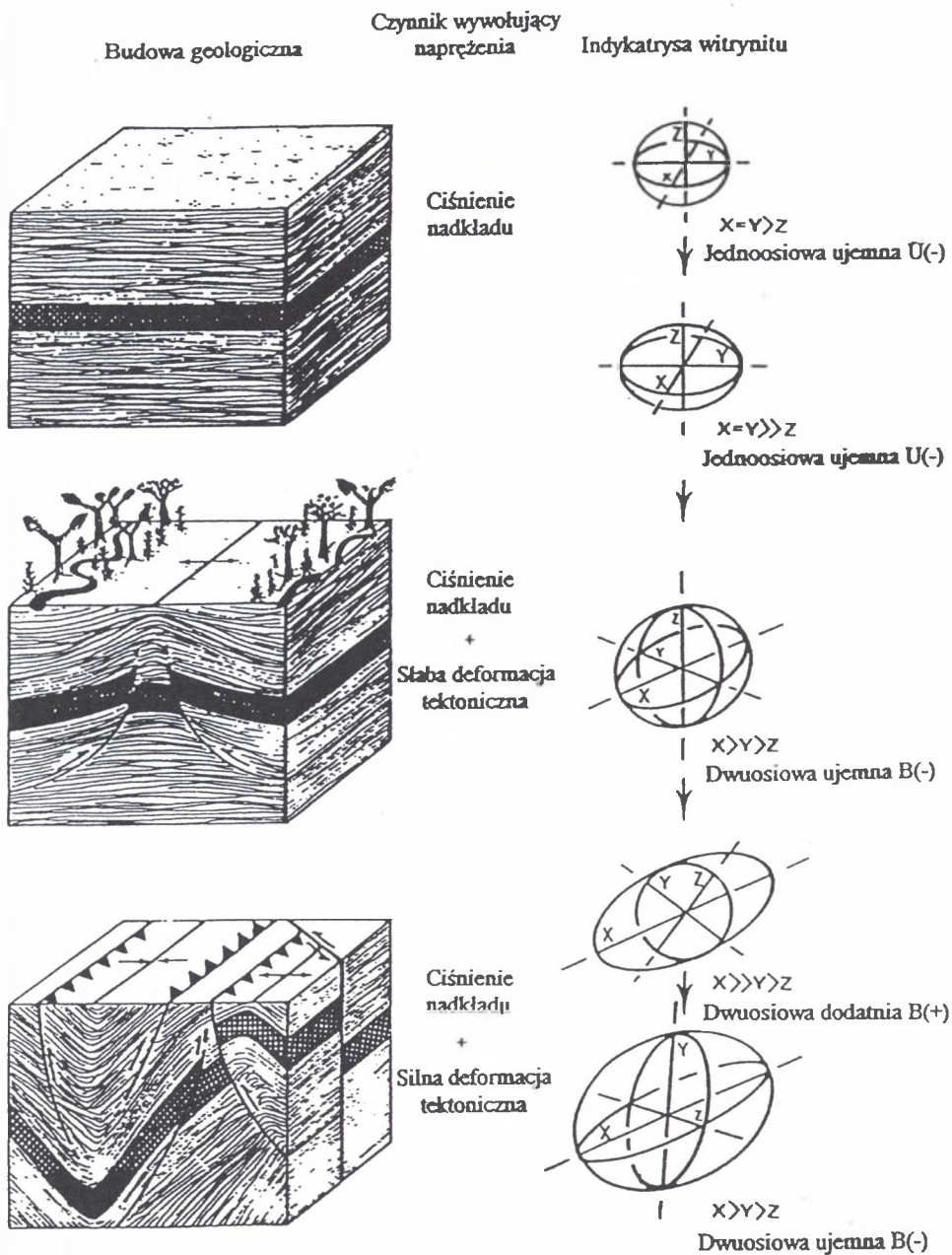
J.R. Levine i A.Davis [11] zaobserwowali, że w miarę wzrostu ciśnień bocznych i tworzenia się deformacji tektonicznych (zarówno fałdowych, jak i dysjunktywnych) na etapie uwęglania, indykatrysa zmienia swoją geometrię z jednoosiowej ujemnej, poprzez dwuosiową ujemną, na dwuosiową dodatnią (rys.3). Ponieważ charakter optyczny i orientacja głównych osi indykatrysy wityrynytu zależne są od warunków metamorfizmu węgla, można zatem na ich podstawie analizować rozwój struktury basenu węglonośnego na etapie uwęglania [2], [11], [12], [13].

Kształt indykatrysy, a tym samym charakter optyczny wityrynytu, można ustalić dwoma sposobami. Pierwszym z nich jest metoda wykresu stosunków osiowych. Jej sens polega na ustaleniu wartości współczynnika  $k$  (nachylenia, parametru Flinna), obliczanego według wzoru:

$$k = (a - 1) / (b - 1) ,$$

gdzie:

$$\begin{aligned} \text{dla zglądów} & \quad a = R_{\max} / R_{int} \text{ oraz } b = R_{int} / R_{\min} , \\ \text{dla brykietów} & \quad a = R_{b\max} / R_{bint} \text{ oraz } b = R_{bint} / R_{b\min} \end{aligned}$$



Rys.3. Związek deformacji tektonicznych z modelem optycznym witrinitu według J.R. Levine'a i A. Davisa [11]

Fig.3. Relationship between tectonic deformation and optical character of vitrinite by J.R. Levine and A.Davis [11]



Jeśli współczynnik  $k = 0$ , ciało ma charakter optyczny jednoosiowy ujemny, jeśli  $k$  dąży do  $+\infty$ , wtedy jest to charakter jednoosiowy dodatni. Wartości mieszczące się w przedziale od 0 do 1 oznaczają charakter dwuosiowy ujemny, a w przedziale od 1 do  $+\infty$  - dwuosiowy dodatni. Ciała o wartości współczynnika  $k = 1$  są dwuosiowe dodatnio - ujemne. Jednocześnie wartość  $k$  określa nachylenie prostej łączącej dowolny punkt wykresu, w którym na osi rzędnych odkłada się wartości  $a$ , a na osi odciętych wartości  $b$ , z początkiem układu współrzędnych. Metoda wykresu stosunków osiowych została opracowana przez D.Flinna [1], a następnie zaadaptowana, dla potrzeb badania kształtu indykatrixy optycznej wityrytu, przez J.R.Levine'a i A.Davisa [11, [12, [13]. Na temat jej zastosowania wypowiadali się też m.in. W.E.Kilby [5] oraz W.Kalkreuth i W.Langenberg [10].

Charakter optyczny określa się również poprzez porównanie różnic  $\Delta R_1$  i  $\Delta R_2$ , gdzie:

$$\Delta R_1 = R_{\max} - R_{\text{int}}, \text{ a } \Delta R_2 = R_{\text{int}} - R_{\min} - \text{ dla zgładów}$$

$$\Delta R_1 = R_{\text{bmax}} - R_{\text{bint}}, \text{ a } \Delta R_2 = R_{\text{bint}} - R_{\text{bmin}} - \text{ dla brykietów.}$$

W sytuacji gdy:

$$\Delta R_1 = 0 \text{ i } \Delta R_2 > 0 - \text{ ciało ma charakter jednoosiowy ujemny,}$$

$$\Delta R_1 < \Delta R_2 - \text{ ciało jest dwuosiowe ujemne,}$$

$$\Delta R_1 > \Delta R_2 - \text{ ciało jest dwuosiowe dodatnie, a jeśli}$$

$$\Delta R_2 = 0 \text{ i } \Delta R_1 > 0 - \text{ ciało jest jednoosiowe dodatnie.}$$

Kształt indykatrixy optycznej, w przypadku brykietów, można ponadto scharakteryzować za pomocą parametru  $R_{\text{st}}$  [5].

Autorzy wykonywali swoje pomiary przy użyciu mikroskopu polaryzacyjnego do światła odbitego Axioskop firmy Zeiss, z mikrofotometrem, przy zastosowaniu cieczy immersyjnej o współczynniku załamania światła  $n_o = 1.5176$ , w temperaturze 297K, przy długości fali świetlnej  $\lambda = 546$  nm. Preparaty do badań przygotowywano i badania przeprowadzano w zgodzie z polską normą PN-92/G-04524 oraz w oparciu o zalecenia ICCP.

Wyniki badań rzeczywistych refleksyjności: maksymalnej, pośredniej i minimalnej, przeprowadzone na zgładach i brykietach, odznaczają się zwykle dużą zgodnością, a występujące różnice w zdecydowanej większości przypadków nie przekraczają wartości odchylenia standardowego pomiarów wykonanych na zgładach [6], [15], [16]. Przypadki, w których różnica pomiarów przewyższa wartość odchylenia standardowego, mogą być wytłumaczone niedokładnościami w orientacji płaszczyzn pomiarowych na zgładach, bądź też wykonaniem pomiarów, w niektórych punktach, na innych składnikach wityrytu niż kolotelinit. Trzeba również wziąć pod uwagę możliwość wystąpienia niewielkich, chwilowych wahań napięcia i natężenia prądu elektrycznego w trakcie analiz. Wynika z tego potrzeba stałej kontroli wskazań wolto- i amperomierza oraz systematycznego kalibrowania mikroskopu.

W celu poprawienia precyzji oznaczeń na zgładach zaleca się stosowanie dwóch lub nawet trzech preparatów, których powierzchnie poziome są wycięte pod kątem różniącym się od siebie o 2 - 3°, a następnie uśrednienie pomiarów. Zabieg ten może, w dużej mierze, wyeliminować niedokładności powstające przy wycinaniu płaszczyzny H, aczkolwiek w zasadniczy sposób wydłuża oznaczenia. Proszym rozwiązaniem jest wykonywanie pomiarów zarówno na zgładzie, jak i brykiecie. Wyniki pomiarów na brykiecie pełnią wtedy rolę kontrolną. Jeśli różnice, ustalonych dla zgładów i brykietów, wartości rzeczywistych refleksyjności maksymalnej, pośredniej i minimalnej przekraczają wartość

odchylenia standardowego, należy sprawdzić dokładność orientacji zglądu i pomiary powtórzyć. Dodatkową zaletą tej metody jest możliwość równoległego oznaczania wartości przypadkowej refleksyjności  $R_{r\text{ pol}}$  lub/i składu petrograficznego.

Dotychczasowe badania [6] wykazały również, że zwłaszcza w przypadku węgla o średniej przypadkowej refleksyjności  $R_{r\text{ pol}} > 0.90\%$ , jako miarę stopnia uwęglenia należałoby stosować refleksyjność maksymalną  $R_{\text{max}}$ . Ze względu na istnienie anizotropii optycznej staje się ona bowiem wtedy bardziej precyzyjnym, a przez to i przydatnym wskaźnikiem niż  $R_r$ .

## Literatura

1. Flinn D.: On the deformation of the Funzie conglomerate, Fetlar, Shetland. *Journal of Geol.*, vol.64, 1956 p.480-505.
2. Hower J.C., Davis A.: Application of vitrinite reflectance anisotropy in the evaluation of coal metamorphism. *Geol. Soc. Am. Bull.*, 1981, vol.92, p.350-366.
3. International Classification of Seam Coals (Final Version), Economic Commission for Europe, Committee on Energy, Geneva, 1995.
4. Kilby W.E.: Biaxial reflecting coals in the Peace River coalfield. British Columbia Ministry of Energy, Mines and Petroleum, Geological Fieldwork, paper 1986-1, p.127-137.
5. Kilby W.E.: Recognition of vitrinite with non-uniaxial negative reflectance characteristics. *Int. Journal of Coal Geology*, 1988, vol.9, p.267-285.
6. Komorek J.: Własności optyczne węgla typów 31 - 42 z pokładów Górnośląskiego Zagłębia Węglowego. *Prace Geologiczne PAN*, 1996, z. 140, Kraków.
7. Komorek J., Morga R., Pozzi M.: Optical anisotropy of vitrinite in coal seams from the fold area in the Upper Silesian Coal Basin (Poland). *Proceedings of XIII International Congress on Carboniferous Permian (XIII ICC-P)*, August 28 - September 2, 1995, *Prace Państwowego Instytutu Geologicznego CLVII*, 1997, Kraków, Poland.
8. Komorek J., Morga R., Pozzi M.: Anizotropia optyczna węgla na tle struktur tektonicznych GZW., *Karbo*, 1998, nr 1-2.
9. Komorek J., Pozzi M.: Optical anisotropy of coal from the Jastrzębie fold (Upper Silesian Coal Basin). *Geological Quaterly*, 1996, vol. 40, no.3, p.393 - 406.
10. Langenberg W., Kalkreuth W.: Reflectance anisotropy and syndeformational coalification of the Jewel seam in the Cadomin area, Alberta, Canada. *Int. Journal of Coal Geol.*, 1991, vol.19, p.303 - 317.
11. Levine J.R., Davis A.: Optical anisotropy of coal as an indicator of tectonic deformation, Broad Top Coal Field, Pennsylvania. *Geol. Soc. of Amer. Bull.*, 1984, vol.95, p.108.
12. Levine J.R., Davis A.: The relationship of coal optical fabrics to Alleghenian tectonic deformation in the central Appalachian fold - and - thrust belt, Pennsylvania. *Geol. Soc. of Amer. Bull.*, 1989, vol. 101, p.1333 - 1347.
13. Levine J.R., Davis A.: Reflectance anisotropy of Upper Carboniferous coal in the Appalachian Foreland Basin, Pennsylvania, USA. *Int. Journal of Coal Geol.*, 1989, vol.13, p.341 - 373.
14. Międzynarodowy system kodyfikacji węgla ECE, Genewa 1988.

15. Morga R.: Wpływ tektoniki na anizotropię optyczną i jakość węgla w obszarach górniczych kopalń "Sośnica", "Makoszowy", "Bielszowice" i "Pokój". Praca doktorska. Archiwum Katedry Geologii Stosowanej, Politechnika Śląska, Gliwice 1997.
16. Pozzi M.: Anizotropia optyczna węgla w pokładach obszaru Jastrzębia jako przejaw naprężeń tektonicznych. Zesz. Nauk. Pol.Śl., 1996, Górnictwo z.229.
17. Stone I.J., Cook A.C.: The influence of some tectonic structures upon vitrinite reflectance. Journal of Geol., 1979, vol. 87, p.497 - 508.
18. Wege E.: Chemisch-physikalische und petrographische Untersuchungen an Kohlen, Koksen und Graphiten, Brennstoff - Chemie, 1954, vol. 35, s.33 - 64.

*Recenzent: Prof. dr hab. Krystyna Kruszewska*