

Rafał MORGA, Joanna KOMOREK  
Politechnika Śląska, Gliwice

## CHARAKTERYSTYKA ZMIAN CECH OPTYCZNYCH LIPTYNITU I INERTYNITU POD WPLYWEM OBRÓBKI TERMICZNEJ

**Streszczenie.** Obiektem prac były koncentraty liptynitów i inertynitów, sporządzone z bruzdowych próbek węgla o różnym stopniu uwęglenia. Sporynit, niezależnie od stopnia metamorfizmu węgla wyjściowego, w temperaturze 1200°C osiąga zbliżone wartości parametrów optycznych. Cechy optyczne matrix karbonizatów liptynitowych różnią się natomiast podczas całego eksperymentu. Maceraty tkankowe z grupy inertynitów również reagują na wpływ temperatury w podobny sposób, niezależnie od stopnia uwęglenia węgla, z którego pochodzą. Cechy optyczne ich form niereaktywnych, obserwowane po obróbce przeprowadzonej w 1200°C, są zbliżone. Poszczególne odmiany genetyczne semifuzynitów są reaktywne w różnych temperaturach, a po wygrzaniu w 1200°C wyróżnialny jest jedynie w pełni niereaktywny semifuzynit, którego cechy optyczne nie różnią się od cech fuzynitów.

## CHANGES OF OPTICAL PROPERTIES OF LIPTINITE AND INERTINITE UNDER THE THERMAL TREATMENT

**Summary.** Examination was performed on liptinite and inertinite concentrates prepared from channel samples of coal of different rank. Sporinite, independently from the rank of the parent coal, at 1200°C has similar optical properties. Optical properties of matrix of liptinite concentrates, however, significantly differ during the whole experiment. Cellular macerals of the inertinite group also react similarly, independently from the rank of the parent coal. Optical properties of their non-reactive forms, observed after treatment at 1200°C are similar. Genetical forms of semifusinite are reactive in different temperatures, and at 1200°C only non-reactive semifusinite can be determined, optical properties of which does not differ from the properties of fusinite.

## Cel badań

Celem przeprowadzonych badań była charakterystyka zmian własności optycznych sporynitu oraz tkankowych macerałów z grupy inertynitu (semifuzynitu i fuzynitu), zachodzących pod wpływem wygrzewania w atmosferze argonu i stwierdzenie, czy stopień uwęglenia węgla wyjściowego wpływa na charakter tych zmian. Wyniki pracy poszerzą naukowe podstawy do projektowania i prowadzenia procesów przetwórstwa chemicznego węgla.

Dotychczasowe badania wykazały, że macerały grupy liptynitu reagują na oddziaływanie temperatury podobnie jak wityrynit i wykazują systematyczny wzrost wartości refleksyjności i anizotropii aż do temperatury 1200°C (Murchison 1991; Komorek, Morga 2005). Stwierdzono, że zmiany własności optycznych sporynitu są wyraźniejsze, gdy jest wygrzewany oddzielnie (w koncentracji), niż gdy jest poddawany oddziaływaniu temperatury wspólnie z innymi macerałami (Murchison 1991). W miarę obróbki termicznej charakter optyczny sporynitu może ulegać zmianie (Komorek, Morga 2005). Masa podstawowa (matrix) koksu liptynitowego, a także zawarte w niej pozostałości sporynitu odznaczają się wyższą refleksyjnością i anizotropią niż wityrynit z tego samego węgla (Goodarzi, Murchison 1978; Goodarzi 1983, 1984; Jasieńko et al. 1997; Komorek et al. 2001).

Macerały grupy inertynitu zachowują się podczas obróbki termicznej w zróżnicowany sposób, a część z nich jest reaktywna w procesach koksowania i upłynnienia (Sakurovs et al. 1991; Kruszewska, Dybova-Jachowicz 1997; Taylor et al. 1998). Niereaktywny inertynit praktycznie nie poddaje się działaniu temperatury i zachowuje pierwotną strukturę w koksie, tworząc w nim niestopione inkluzje. Jest to fuzynit i wysokorefleksyjny semifuzynit. Częściowo reaktywny, anizotropowy inertynit jest rozpoznawalny w koksie, choć krawędzie ziaren są rozmyte wskutek częściowego stopienia z matrix koksu. Zaliczany jest tu średnio- i niskorefleksyjny makrynit i semifuzynit oraz odpowiadająca im część inertodetrynitu. Całkowicie reaktywny inertynit przechodzi w stan plastyczny i jest często nierozróżnialny od matrix koksu. Zaliczany jest tu głównie niskorefleksyjny inertynit (Kruszewska, Dybova-Jachowicz 1997; Taylor et al. 1998).

Stwierdzono, że wartości refleksyjności różnych form semifuzynitu zmieniają się znacząco w procesie karbonizacji i uwęglenia (Smith, Cook 1980; Bustin, Guo 1999). Po obróbce w 800°C pozostaje w karbonizacie niereaktywny semifuzynit o spójnych cechach optycznych, które jednak podlegają dalszemu przekształceniu. Wpływ temperatury może

powodować, że semifuzynit i wityrynit osiągną podobną refleksyjność i anizotropię, i będą nierozróżnialne od siebie (Taylor et al. 1998; Komorek, Morga 2005).

## Metodyka badań

W ramach niniejszej części projektu badania wykonane zostały w dwóch odrębnych blokach tematycznych, różniących się doбором materiału badawczego. Obiektem prac były koncentraty liptynitu i inertynitu.

Koncentraty liptynitu zostały sporządzone z bruzdowych próbek węgla, pobranych z pokładu 405 KWK „Brzeszcze” ( $R_r=0,87\%$ ) i z pokładu 405 KWK „Borynia” ( $R_r=1,25\%$ ).

Koncentraty inertynitu wykonano z bruzdowych próbek węgla, pobranych z pokładu 505 KWK „Marcel” ( $R_r=0,98\%$ ) i z pokładu 505/1 KWK „Jas-Mos” ( $R_r=1,42\%$ ).

Próbki zostały pomniejszone i rozdrobnione do frakcji poniżej 0,1mm, a później poddane wzbogacaniu w cieczach ciężkich (mieszanina tetrachlorku węgla i toluenu) w celu otrzymania koncentratów liptynitu i inertynitu.

Wyrzewanie przeprowadzono w temperaturach: 400, 500, 600, 800, 1000 i 1200°C podczas jednej godziny. Próbki wprowadzane były do pieca w temperaturze pokojowej. Tempo rozgrzewania pieca wynosiło 60°C/min.

Następnie z koncentratów poddanych obróbce termicznej sporządzono preparaty mikroskopowe (brykiety) do badań w świetle odbitym.

W ramach pracy wykonano następujące analizy:

- składu petrograficznego koncentratów,
- średniej  $R_r$  (wg ISO 7404-5) oraz pozornej maksymalnej  $R_{max}$  i minimalnej  $R_{min}$  refleksyjności: sporynitu oraz składników tkankowych z grupy inertynitu (semifuzynitu i fuzynitu) na próbkach wyjściowych oraz w wygrzanych koncentratkach.

Pomiary na macerałach tkankowych przeprowadzono wspólnie, niezależnie od charakteru genetycznego, ze względu na ich zróżnicowane zachowanie w procesie obróbki termicznej i możliwość późniejszej interpretacji wyników dla węgla o różnym składzie petrograficznym (inne udziały form reaktywnych, częściowo reaktywnych i niereaktywnych).

Następnie, stosując metodę i program komputerowy Kilby’ego (1985, 1988, 1991), dla badanych składników i produktów ich obróbki termicznej wyznaczono wartości rzeczywistych refleksyjności: maksymalnej  $R_{max}$ , pośredniej  $R_{int}$  i minimalnej  $R_{min}$  oraz obliczono wartości dwójodbiccia  $R_{bi}$ , refleksyjności średniej  $R_{mean}$ , oraz współczynników  $R_{st}$

(opisującego charakter optyczny) i  $R_{am}$  (będącego miarą anizotropii optycznej). Określono również wartości średniej refleksyjności maksymalnej ( $\bar{R}_{max}$ ) i minimalnej ( $\bar{R}_{min}$ ). Obliczono również wartości odchylenia standardowego pomiarów ( $s_r$ ,  $s_{max}$  i  $s_{min}$ ).

Do badań wykorzystano mikroskop do światła odbitego Axioskop firmy Zeiss z mikrofotometrem. Zastosowano ciecz immersyjną o współczynniku załamania światła  $n_o = 1,5176$  w temperaturze  $23^\circ\text{C}$ , przy długości fali świetlnej  $\lambda=546$  nm. Pomiary prowadzono w świetle spolaryzowanym.

## Wyniki badań

### Koncentrat liptynit

Sporynit w obu koncentraty (zawartość L: próbka nr 1 – 77%, próbka nr 2 – 60%) w stanie surowym różni się refleksyjnością i charakterem optycznym.

W próbce nr 1 jego średnia refleksyjność ( $R_r$ ) ma wartość 0,22% ( $s_r=0,05\%$ ) (tabl.1), średnia refleksyjność maksymalna ( $\bar{R}_{max}$ ) - 0,26% ( $s_{max}=0,08\%$ ), a średnia refleksyjność minimalna ( $\bar{R}_{min}$ ) - 0,19% ( $s_{min}=0,04\%$ ). Wartości rzeczywistych refleksyjności wynoszą odpowiednio: maksymalnej ( $R_{max}$ ) - 0,29%, pośredniej ( $R_{int}$ ) – 0,23% i minimalnej ( $R_{min}$ ) - 0,15%. Dwójodbicie ( $R_{bi}$ ) ma wartość 0,14%, a współczynnik  $R_{am}$  – 0,12. Sporynit odznacza się dwuosiowym ujemnym charakterem optycznym.

W próbce nr 2 średnia refleksyjność sporynitu wynosi 0,95% ( $s_r=0,05\%$ ), średnia refleksyjność maksymalna – 0,99% ( $s_{max}=0,04\%$ ), a średnia refleksyjność minimalna 0,92% ( $s_{min}=0,04\%$ ). Wartości refleksyjności rzeczywistych osiągają: 1,08%, 0,97% i 0,86% (tabl. 2). Dwójodbicie ma wartość 0,22%, a współczynnik  $R_{am}$  - 0,04. Sporynit charakteryzuje się tu charakterem optycznym dwuosiowym dodatnio-ujemnym.

Mimo zróżnicowania własności optycznych w stanie surowym oba koncentraty podobnie zachowują się w procesie obróbki termicznej. Po wygrzaniu w temperaturze  $500^\circ\text{C}$  następuje gwałtowny wzrost refleksyjności średniej ( $R_r$ ) sporynitu w obu koncentraty do wartości odpowiednio 1,83% (tabl. 1,2). Diagramy Kilby'ego stają się chaotyczne i trudne do interpretacji. Dzieje się tak dlatego, iż spory, ulegając przeobrażeniu, stopniowo zmieniają swoje cechy optyczne i na diagramach można wyróżnić kilka populacji. Dla zobrazowania

Tablica 1

## Własności optyczne liptynit (próbka nr 1)

$T$	$R_r$	$s_r$	$R_{max}$	$s_{max}$	$R_{min}$	$s_{min}$	$R_{max}$	$R_{int}$	$R_{min}$	$R_{bi}$	$R_{mean}$	$R_{st}$	$R_{am}$
[°C]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]		
	0,22	0,05	0,26	0,08	0,19	0,04	0,29	0,23	0,15	0,14	0,22	-4,70	0,12
400	0,47	0,08	0,50	0,09	0,44	0,08	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.
500	1,83	0,12	1,87	0,12	1,76	0,12	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.
600	2,36	0,26	2,50	0,29	2,11	0,24	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.
800	4,63	0,44	4,88	0,36	4,28	0,47	5,29	4,62	3,50	1,79	4,47	-8,37	0,08
1000	6,48	0,53	6,74	0,48	6,20	0,55	7,34	6,71	5,89	1,45	6,65	-4,13	0,04
1200	7,22	0,47	7,54	0,41	6,65	0,59	8,32	7,09	5,40	2,92	6,94	-5,13	0,08

Tablica 2

## Własności optyczne liptynit (próbka nr 2)

$T$	$R_r$	$s_r$	$R_{max}$	$s_{max}$	$R_{min}$	$s_{min}$	$R_{max}$	$R_{int}$	$R_{min}$	$R_{bi}$	$R_{mean}$	$R_{st}$	$R_{am}$
[°C]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]		
	0,95	0,05	0,99	0,04	0,92	0,04	1,08	0,97	0,86	0,22	0,97	0,00	0,04
400	0,92	0,08	0,94	0,06	0,87	0,07	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.
500	1,83	0,14	1,90	0,10	1,79	0,14	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.
600	2,96	0,26	3,10	0,15	2,74	0,17	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.
800	5,04	0,39	5,39	0,40	4,60	0,45	6,44	5,13	3,78	2,66	5,12	-0,56	0,10
1000	5,89	0,66	6,33	0,69	5,20	0,66	7,75	5,95	4,00	3,75	5,90	-1,32	0,12
1200	7,42	0,45	7,87	0,53	6,86	0,40	8,64	7,48	6,27	2,37	7,46	-0,77	0,06

Tablica 3

## Własności optyczne matrix liptynit (próbka nr 1)

$T$	$R_r$	$s_r$	$R_{max}$	$s_{max}$	$R_{min}$	$s_{min}$	$R_{max}$	$R_{int}$	$R_{min}$	$R_{bi}$	$R_{mean}$	$R_{st}$	$R_{am}$
[°C]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]		
500	1,98	0,15	2,09	0,14	1,82	0,12	2,28	1,98	1,73	0,55	2,00	2,68	0,05
600	2,31	0,29	2,51	0,26	1,90	0,20	2,83	2,20	1,58	1,25	2,20	0,00	0,11
800	4,78	0,51	5,18	0,34	4,08	0,29	5,67	4,70	3,78	1,89	4,72	0,53	0,08
1000	6,68	0,86	7,41	0,67	5,89	0,64	8,40	6,48	4,74	3,66	6,54	1,62	0,10
1200	6,64	0,92	7,41	0,82	5,40	0,61	8,58	6,30	4,35	4,23	6,41	2,54	0,12

Tablica 4

## Właściwości optyczne matrix liptynitu (próbka nr 2)

$T$	$R_r$	$s_r$	$R_{\max}$	$s_{\max}$	$R_{\min}$	$s_{\min}$	$R_{\max}$	$R_{\text{int}}$	$R_{\min}$	$R_{\text{bi}}$	$R_{\text{mean}}$	$R_{\text{st}}$	$R_{\text{am}}$
[°C]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]		
500	2,45	0,91	3,18	0,41	1,71	0,55	4,01	2,57	0,81	3,20	2,46	-3,26	0,25
600	3,42	1,31	4,87	0,41	1,89	0,71	5,67	3,85	0,77	4,90	3,43	-8,44	0,28
800	4,93	2,57	7,90	1,00	2,99	0,98	9,88	6,24	1,43	8,45	5,85	-4,57	0,28
1000	6,26	3,12	9,39	1,24	3,58	1,44	11,55	7,35	1,20	10,35	6,70	-6,21	0,30
1200	7,43	3,57	11,22	1,34	4,56	1,86	13,95	8,85	1,80	12,15	8,20	-5,29	0,29

Tablica 5

## Właściwości optyczne inertynitu (próbka nr 1)

$T$	$R_r$	$s_r$	$R_{\max}$	$s_{\max}$	$R_{\min}$	$s_{\min}$	$R_{\max}$	$R_{\text{int}}$	$R_{\min}$	$R_{\text{bi}}$	$R_{\text{mean}}$	$R_{\text{st}}$	$R_{\text{am}}$
[°C]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]		
	2,21	0,33	2,36	0,34	2,01	0,33	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.
400	2,36	0,44	2,50	0,43	2,12	0,36	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.
500	2,69	0,39	2,80	0,39	2,41	0,34	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.
600	3,22	0,41	3,36	0,40	2,86	0,36	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.
800	3,98	0,63	4,17	0,66	3,45	0,59	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.
1000	6,06	0,50	6,38	0,47	5,28	0,58	7,10	5,80	4,30	2,80	5,73	-2,36	0,09
1200	9,52	1,14	10,27	0,87	8,07	0,73	11,34	9,31	6,93	4,41	9,19	-2,62	0,09

Tablica 6

## Właściwości optyczne inertynitu (próbka nr 2)

$T$	$R_r$	$s_r$	$R_{\max}$	$s_{\max}$	$R_{\min}$	$s_{\min}$	$R_{\max}$	$R_{\text{int}}$	$R_{\min}$	$R_{\text{bi}}$	$R_{\text{mean}}$	$R_{\text{st}}$	$R_{\text{am}}$
[°C]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]		
	2,37	0,43	2,54	0,46	2,14	0,40	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.
400	2,27	0,47	2,41	0,47	2,07	0,42	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.
500	2,57	0,39	2,72	0,38	2,33	0,36	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.
600	3,17	0,42	3,37	0,39	2,80	0,38	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.	n.o.
800	5,27	0,57	5,78	0,60	4,47	0,58	6,93	5,22	2,97	3,96	5,04	-4,50	0,15
1000	6,32	1,12	6,82	1,12	5,24	0,70	7,04	5,72	4,18	2,86	5,65	-2,54	0,10
							10,23	7,04	3,96	6,27	7,08	0,58	0,17
1200	9,28	0,98	9,87	0,79	7,58	0,99	11,12	8,80	6,08	5,04	8,67	-2,62	0,11

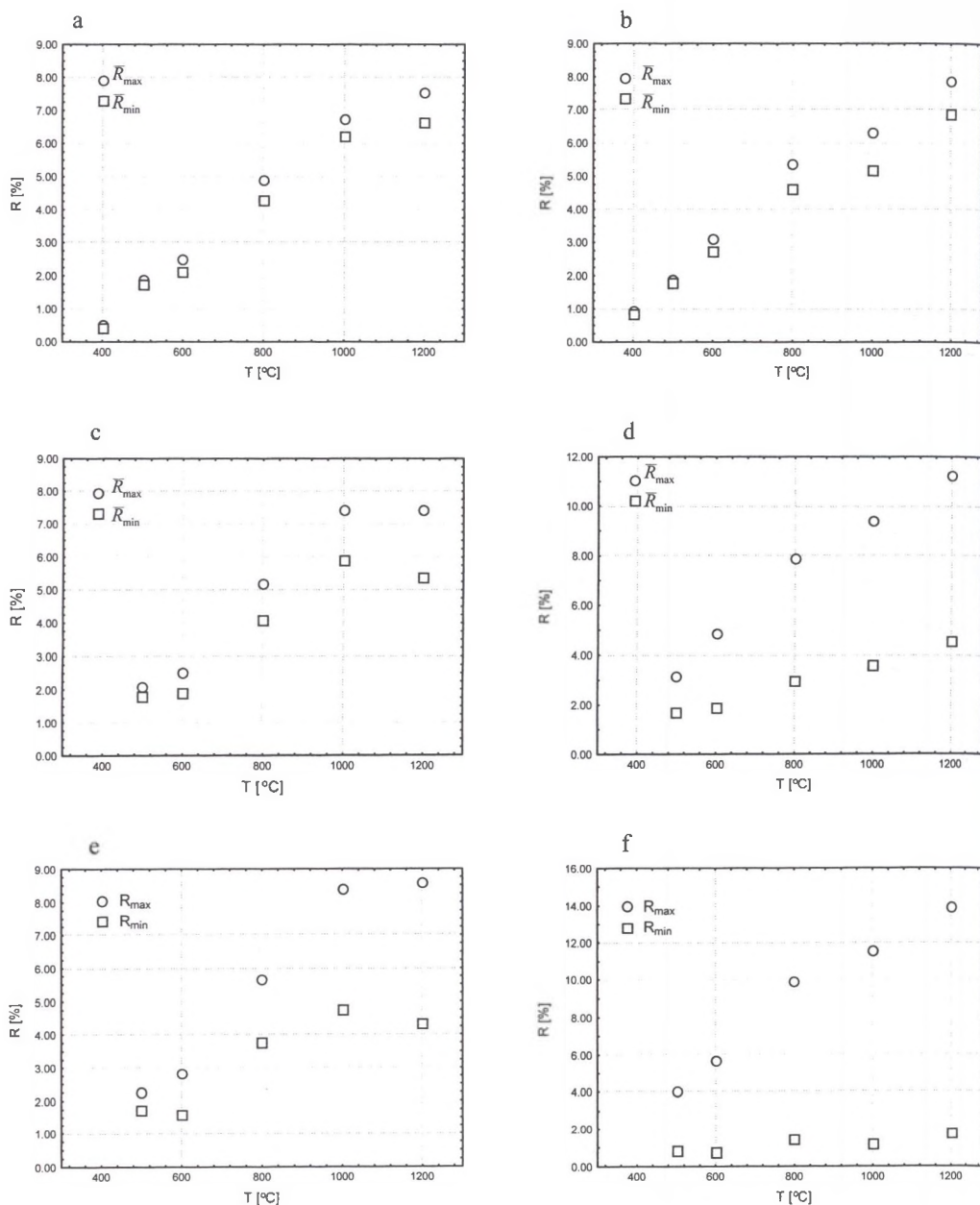
przeobrażenia, jakiemu podlega sporynit w niższych temperaturach wygrzewania, posłużono się średnią refleksyjnością maksymalną ( $\bar{R}_{\max}$ ) i średnią refleksyjnością minimalną ( $\bar{R}_{\min}$ ) (tabl. 1,2). Diagramy Kilby'ego stają się jednoznaczne po obróbce w 800°C. Następuje też wtedy gwałtowny wzrost refleksyjności. Wartość refleksyjności średniej ( $R_r$ ) wynosi dla próbki nr 1 – 4,63% ( $s_r=0,44\%$ ), a dla próbki nr 2 – 5,04% ( $s_r=0,39\%$ ) (tabl. 1,2; rys. 1a,b). Wartości średniej refleksyjności maksymalnej ( $\bar{R}_{\max}$ ) i minimalnej ( $\bar{R}_{\min}$ ) rosną do 4,88% i 4,28% (próbka nr 1) oraz 5,39% i 4,60% (próbka nr 2). Obserwuje się wzrost dwójodbcia.

W 1200°C sporynit ma refleksyjność średnią 7,22% (próbka nr 1) i 7,42% (próbka nr 2). Wartości średniej refleksyjności maksymalnej i minimalnej wynoszą odpowiednio 7,54% i 6,65% (próbka nr 1) oraz 7,87% i 6,86% (próbka nr 2). Wartości rzeczywistych refleksyjności maksymalnej ( $R_{\max}$ ), pośredniej ( $R_{\text{int}}$ ) i minimalnej ( $R_{\min}$ ) wynoszą dla próbki nr 1 odpowiednio: 8,32%, 7,09% i 5,40%, a dla próbki nr 2 odpowiednio: 8,64%, 7,48% i 6,27%. Dwójodbcie ( $R_{\text{bi}}$ ) ma wartość 2,92% (próbka nr 1) i 2,37% (próbka nr 2), a współczynnik  $R_{\text{am}}$  wartość 0,08 i 0,06. Sporynit w koncentracie sporządzonym z próbki nr 1 odznacza się dwuosiowym ujemnym, a w koncentracie sporządzonym z próbki nr 2 – dwuosiowym dodatnio-ujemnym charakterem optycznym.

Stwierdzono, że choć dwójodbcie sporynitu silnie rośnie wraz ze wzrostem temperatury, wartość współczynnika  $R_{\text{am}}$  nie wzrasta. Charakter optyczny obu karbonizatów przez cały czas eksperymentu pozostaje bez zmian.

Przeprowadzono również pomiary na matrix (masie podstawowej), powstałym w wyniku karbonizacji obu koncentratów. Pojawia się ono już w temperaturze 500°C i ma spójne cechy optyczne. Ogólny charakter alteracji matrix, zachodzącej w miarę wygrzewania, ma dla obu koncentratów odmienny charakter przy zdecydowanie wyższej anizotropii obserwowanej dla próbki nr 1.

Po zastosowaniu temperatury 500°C wartość refleksyjności średniej ( $R_r$ ) matrix wynosi dla próbki nr 1 – 1,98% ( $s_r=0,15\%$ ), a dla próbki nr 2 – 2,45% ( $s_r=0,91\%$ ) (tabl. 3,4). Wartości średniej refleksyjności maksymalnej ( $\bar{R}_{\max}$ ) i minimalnej ( $\bar{R}_{\min}$ ) osiągają 2,09% i 1,82% (próbka nr 1) oraz 3,18% i 1,71% (próbka nr 2). Wartości rzeczywistych refleksyjności maksymalnej ( $R_{\max}$ ), pośredniej ( $R_{\text{int}}$ ) i minimalnej ( $R_{\min}$ ) wynoszą dla próbki nr 1 odpowiednio: 2,28%, 1,98% i 1,73%, a dla próbki nr 2 odpowiednio: 4,01%, 2,57% i 0,81% (tabl. 3,4; rys. 1c,d,e,f). Dwójodbcie ( $R_{\text{bi}}$ ) ma wartość 0,55% (próbka nr 1) i 3,20% (próbka nr 2). Współczynnik  $R_{\text{am}}$  ma natomiast wartość 0,05 i 0,25. Matrix ma dwuosiowy dodatni (próbka nr 1) lub dwuosiowy ujemny (próbka nr 2) charakter optyczny.



Rys. 1. Zależność między: -średnią maksymalną i minimalną refleksyjnością, a temperaturą; a. liptynit-próbka 1, b. liptynit-próbka 2, c. matrix liptynitu-próbka 1, d. matrix liptynitu-próbka 2, - rzeczywistą maksymalną, minimalną refleksyjnością, a temperaturą, e. matrix liptynitu próbka-1, f. matrix liptynitu-próbka 2

Fig. 1. Relationship between: -mean maximum and minimum reflectance, and temperature for; a. liptynite-sample 1, b. liptynite sample 2, c. liptynite matrix-sample 1, d. liptynite matrix sample 2, - maximum and minimum reflectance, and temperature for, e. liptynite matrix-sample 1, f. liptynite matrix-sample 2



Wygrzewanie obu próbek w wyższych temperaturach powoduje dalszy wzrost wartości refleksyjności i dwójjodbicia. Największe tempo wzrostu zanotowano po zastosowaniu temperatury 800 i 1000°C. Wartość współczynnika  $R_{am}$  dla próbki nr 1 wzrasta, a dla próbki nr 2 pozostaje na stałym wysokim poziomie. Charakter optyczny nie zmienia się.

Ostatecznie, po obróbce w temperaturze 1200°C wartość refleksyjności średniej ( $R_r$ ) dla matrix wynosi dla próbki nr 1 – 6,64% ( $s_r=0,92\%$ ), a dla próbki nr 2 – 7,43% ( $s_r=3,57\%$ ) (tabl. 3,4). Wartości średniej refleksyjności maksymalnej ( $\bar{R}_{max}$ ) i minimalnej ( $\bar{R}_{min}$ ) osiągają 7,41% i 5,40% (próbka nr 1) oraz 11,22% i 4,56% (próbka nr 2). Wartości rzeczywistych refleksyjności maksymalnej ( $R_{max}$ ), pośredniej ( $R_{int}$ ) i minimalnej ( $R_{min}$ ) wynoszą dla próbki nr 1 odpowiednio: 8,58%, 6,30% i 4,35%, a dla próbki nr 2 odpowiednio: 13,95%, 8,85% i 1,80% (tabl. 3,4). Dwójjodbicie ( $R_{bi}$ ) ma wartość 4,23% (próbka nr 1) i 12,15% (próbka nr 2). Współczynnik  $R_{am}$  ma natomiast wartość 0,12 i 0,29. Matrix w próbce nr 1 ma dwuosioowy dodatni charakter optyczny, a w próbce nr 2 - dwuosioowy ujemny charakter optyczny. Ubytek masy koncentratu 1 wyniósł 54,9%, a koncentratu 2 wyniósł 59%.

Cechy optyczne matrix karbonizatów liptynitowych, powstałych w wyniku obróbki termicznej obu próbek różnią się zatem od siebie podczas całego eksperymentu. Przyczyną tej odmienności jest zapewne zróżnicowana zdolność do koksowania materiału wyjściowego.

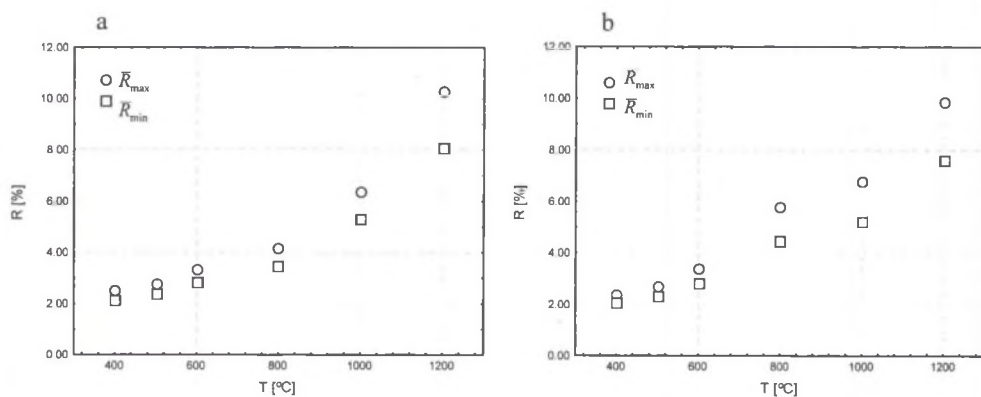
### Koncentrat inertynitu

W ramach zrealizowanego projektu przeprowadzone zostały pomiary na tkankowych macerałach grupy inertynitu, występujących w badanych węglach – semifuzynicie i fuzynicie.

Zawartość inertynitu w obu surowych koncentraty wynosi 80%. Spośród składników tkankowych zdecydowanie dominuje semifuzynit. Udział fuzynitu jest znikomy, przy czym nieco wyższy w drugiej próbce. Zawartość funginitu jest śladowa (pojedyncze obserwacje) – nie był on przedmiotem badań.

Refleksyjność średnia ( $R_r$ ) dla próbki nr 1 wynosi 2,21% ( $s_r=0,33\%$ ), a dla próbki nr 2 - 2,37% ( $s_r=0,43\%$ ) (tabl. 5,6). Układ punktów na diagramach Kilby'ego wskazuje na to, że nakłada się tam na siebie kilka populacji wyników pomiarów, reprezentujących różne odmiany genetyczne semifuzynitu i fuzynit. Z tych względów dla niższych temperatur wygrzewania odstąpiono od określenia wartości rzeczywistych refleksyjności, a posłużono się średnią refleksyjnością maksymalną ( $\bar{R}_{max}$ ) i średnią refleksyjnością minimalną ( $\bar{R}_{min}$ ). Składniki tkankowe w próbce nr 1 wykazują stopniowy wzrost wartości obu tych parametrów od 2,36% i 2,01% w surowym koncentracie do 3,36% i 2,86% po zastosowaniu temperatury

600°C (tabl. 5,6; rys.2a,b). W przypadku próbki nr 2 wartości średnich refleksyjności rosną nieco wolniej – od 2,54% i 2,14% w surowym koncentracie do 3,37% i 2,80%, po wygrzaniu



Rys. 2. Zależność między średnią maksymalną, minimalną refleksyjnością a temperaturą: a. inertinit-próbka 1, b. inertinit-próbka 2

Fig. 2. Relationship between mean maximum and minimum reflectance, and temperature for: a. inertinite- sample 1, b. inertinite sample 2

w 600°C. Wartości odchylenia standardowego pomiarów dla obu próbek, w całym tym zakresie temperaturowym są bardzo zbliżone i wynoszą od 0,33% do 0,47%. Nieznacznie wyższe są one przy tym w przypadku próbki nr 2, co ma związek z nieco większym udziałem fuzytynu. W miarę zwiększania temperatury rośnie również refleksyjność średnia ( $R_r$ ) (tabl. 5,6). Obróbka w 800°C (próbka nr 2) lub 1000°C (próbka nr 1) spowodowała, że składniki reaktywne uległy rozkładowi. Diagramy Kilby'ego stają się jednoznaczne, co umożliwia określenie wartości refleksyjności rzeczywistych. Zanotowano też wtedy wyraźny wzrost refleksyjności i anizotropii optycznej. Po wygrzaniu próbki nr 2 w temperaturze 1000°C zauważono na diagramach występowanie dwóch wyraźnie zróżnicowanych populacji, dla których wartości refleksyjności rzeczywistych określono oddzielnie (tabl. 5,6). Dodatkowym potwierdzeniem ich istnienia są bardzo wysokie wartości odchylenia standardowego pomiarów średniej refleksyjności maksymalnej i minimalnej oraz refleksyjności średniej. Po obróbce w temperaturze 1200°C pozostaje już tylko jedna, spójna pod względem cech optycznych, populacja. Zaobserwowane zmiany mogą sugerować, że poszczególne odmiany genetyczne semifuzytynu są reaktywne w różnych temperaturach, a po wygrzaniu w 1200°C wyróżnialny jest jedynie w pełni niereaktywny semifuzytyn, którego cechy optyczne są podobne do cech fuzytynu.

Po zastosowaniu temperatury 1200°C refleksyjność średnia ( $R_r$ ) składników tkankowych w próbce nr 1 wynosi 9,52% ( $s_r=1,14\%$ ), średnia refleksyjność maksymalna ( $\bar{R}_{max}$ ) 10,27%,

średnia refleksyjność minimalna ( $\bar{R}_{\min}$ ) 8,07% (tabl. 5). Wartości rzeczywistych refleksyjności wynoszą: maksymalnej ( $R_{\max}$ ) – 11,34%, pośredniej ( $R_{\text{int}}$ ) – 9,31% i minimalnej ( $R_{\min}$ ) – 6,93%. Wartość dwójdobicia ( $R_{\text{bi}}$ ) osiąga zatem 4,41%, a współczynnik  $R_{\text{am}}$  ma wartość 0,09. Składniki tkankowe mają dwuosiowy ujemny charakter optyczny (tabl. 6). Ubytek masy koncentratu wyniósł 26,5% (tabl. 5).

Dla próbki nr 2. refleksyjność średnia wynosi 9,28% ( $s_r=0,98\%$ ), średnia refleksyjność maksymalna – 9,87%, średnia refleksyjność minimalna – 7,58% (tabl. 6). Wartości rzeczywistych refleksyjności wynoszą odpowiednio: 11,12%, 8,80% i 6,08%. Wartość dwójdobicia osiąga 5,04%. Współczynnik  $R_{\text{am}}$  ma wartość 0,11. Charakter optyczny badanych składników jest również dwuosiowy ujemny (tabl. 6). Ubytek masy koncentratu wyniósł 34%.

Z przeprowadzonych badań wynika, że cechy optyczne inertynitowych składników tkankowych zmieniają się w podobny sposób podczas trwania całego eksperymentu, mimo iż pochodzą one z węgla o różnym stopniu uwęglenia.

W obu koncentratkach nie stwierdzono matrix w ilości umożliwiającej przeprowadzenie wiarygodnych pomiarów.

Refleksyjności inertynitu rosną w niższych temperaturach znacznie wolniej niż w przypadku sporynitu. To zachowanie można wytłumaczyć wysoko skondensowaną strukturą inertynitu, wymagającą większej energii aktywacji do przebudowy. Podobne zjawisko obserwowano wcześniej w badaniach Rock-Eval (Landais et al., 1989).

## Wnioski

1. Sporynit, niezależnie od stopnia metamorfizmu węgla wyjściowego, w koksie powstałym w temperaturze 1200°C osiąga zbliżone wartości parametrów optycznych (refleksyjność średnia, średnia refleksyjność maksymalna i minimalna, refleksyjności rzeczywiste, anizotropia refleksyjności).
2. Cechy optyczne matrix karbonizatów liptynitowych, powstałych w wyniku obróbki termicznej obu próbek, różnią się podczas całego eksperymentu. Koks liptynitowy z węgla koksowego ma znacznie wyższą średnią refleksyjność maksymalną, rzeczywistą refleksyjność maksymalną, a także wyższe dwójdobicie i wartość współczynnika  $R_{\text{am}}$ .
3. Macerały tkankowe z grupy inertynitu również reagują na wpływ temperatury w podobny sposób, niezależnie od stopnia uwęglenia węgla, z którego pochodzą. Cechy

ich form niereaktywnych (refleksyjność średnia, refleksyjności rzeczywiste, anizotropia refleksyjności, charakter optyczny), obserwowane po obróbce przeprowadzonej w 1200°C, są zbliżone.

4. Poszczególne odmiany genetyczne semifuzynitu są reaktywne w różnych temperaturach, a po wygrzaniu w 1200°C wyróżnialny jest jedynie w pełni niereaktywny semifuzynit, którego cechy optyczne nie różnią się od cech fuzynitu.

## LITERATURA

1. Bustin R.M., Guo Y.: Abrupt changes (jumps) in reflectance values and chemical compositions of artificial charcoals and inertinite in coals. *Int. Journal of Coal Geol.*, vol. 38, 1999, s. 237-260.
2. Goodarzi F.: A comparison of optical properties of carbonized sporinite and vitrinite concentrates of coals of the same rank. *Journal of Microscopy*, vol.132: 279-288, 1983.
3. Goodarzi F.: Retention of liptinitic structure in vitrinite chars. *Fuel*, vol. 63, 1984, p. 239-244.
4. Goodarzi F., Murchison D.G.: Influence of heating rate variation on the anisotropy of carbonized vitrinites. *Fuel*, vol.57, 1978, p. 273-284.
5. Jasieńko S., Biegańska C., Świetlik U., Kidawa H.: Atlas mikroskopowych typów struktur występujących w węglach kamiennych i koksach. Oficyna Wydawnicza Politechniki Wrocławskiej, Wrocław, 1997.
6. Kilby W.E.: Biaxial reflecting coals in the Peace River coalfield. British Columbia Ministry of Energy, Mines and Petroleum, Geological Fieldwork, paper 1986-1, 1985, p. 127-137.
7. Kilby W.E.: Recognition of vitrinite with non-uniaxial negative reflectance characteristics. *Int. Journal of Coal Geology*, vol.9, 1988, p. 267-285.
8. Kilby W.E.: Vitrinite reflectance measurement – some technic enhancements and relationships. *Int. Journal of Coal Geol.*, vol. 9, 1991, s. 201-218.
9. Komorek J., Morga R., Krzeszowska E.: Relationship between optical properties of sporinite and vitrinite subjected to the thermal treatment in laboratory conditions. *Proc. of 9<sup>th</sup> Coal Geology Conference*, Prague 2001.
10. Komorek J., Morga R.: Charakterystyka porównawcza własności optycznych wityrnytu, sporynitu i semifuzynitu, poddanych obróbce termicznej, na przykładzie węgla z pokładu 405/1 KWK „Jankowice”. *Zesz. Nauk. Pol. Śl.*, s. Górnictwo nr 269, Gliwice 2005.
11. Kruszewska K., Dybowa-Jachowicz S.: *Zarys petrologii węgla*.Wyd. UŚl., Katowice 1997.
12. Landais P., Muller J.-F., Michels R., Oudin J.L., Zaugg P.: Comparative behaviour of coal and maceral concentrates during artificial coalification. *Fuel* 68, 1989, p. 1616-1619.
13. Murchison D.G.: Petrographic aspect of coal structure: reactivity of maceral in laboratory and natural environment. *Fuel*, vol.70, 1991, p. 296 - 315.
14. Sakurovs R., Lynch L.J., Barton W.A.: Molecular conformation and stability of coal macerals. In: Schobert H.H. et al. (Eds): *Coal Science II*, Amer. Chem. Soc., 1991, p.111-126.

15. Smith G.C., Cook A.C.: Coalification paths of exinite, vitrinite and inertinite. Fuel, vol. 59, 1980, p. 641-647.
16. Taylor G.H., Teichmüller M, Davis A., Diessel C.F.K., Littke R., Robert S.: Organic Petrology, Gebr. Borntraeger, Berlin – Stuttgart, 1998.

Recenzent: Dr hab. inż. Marian Wagner, prof. nzw. AGH